

UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

**DESENVOLVIMENTO DE MODELO PREDITOR DE PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE UM AÇO INOXIDÁVEL SUPER-DUPLEX VIA
TÉCNICAS DE VISÃO COMPUTACIONAL**

DIEGO MAGALHÃES BAÍA

VOLTA REDONDA

2022

DIEGO MAGALHÃES BAÍA

DESENVOLVIMENTO DE MODELO PREDITOR DE PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE UM AÇO INOXDÁVEL SUPER-DUPLEX VIA
TÉCNICAS DE VISÃO COMPUTACIONAL

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, da Universidade Federal Fluminense, como requisito final para a obtenção do grau de mestre em Engenharia Metalúrgica e Materiais.

Orientador:

Prof. D.Sc. Wesley Luiz da Silva Assis

Co-orientadora:

Prof.^a D.Sc. Fabiane Roberta Freitas da Silva

VOLTA REDONDA

2022

DIEGO MAGALHÃES BAÍA

**DESENVOLVIMENTO DE MODELO PREDITOR DE PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE UM AÇO INOXIDÁVEL SUPER-DUPLEX VIA
TÉCNICAS DE VISÃO COMPUTACIONAL**

BANCA EXAMINADORA



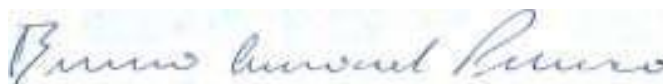
Prof. D.Sc. Wesley Luiz da Silva Assis
UFF – Universidade Federal Fluminense



Prof. D.Sc. Fabiane Roberta Freitas da Silva
UFF – Universidade Federal Fluminense



Prof. D.Sc. Luciano Pessanha Moreira
UFF – Universidade Federal Fluminense



D.Sc. Bruno Amaral Pereira
Bruno A Pereira Consultoria

Ficha catalográfica automática - SDC/BEM
Gerada com informações fornecidas pelo autor

B152d Baía, Diego Magalhães
Desenvolvimento de modelo preditor de propriedades mecânicas de um aço inoxidável super-duplex via técnicas de visão computacional / Diego Magalhães Baía ; Wesley Luiz da Silva Assis, orientador ; Fabiane Roberta Freitas da Silva, coorientadora. Volta Redonda, 2022.
187 f. : il.

Dissertação (mestrado)-Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, 2022.

DOI: <http://dx.doi.org/10.22409/PPGEM.2022.m.12382276789>

1. Aços inoxidáveis duplex. 2. Visão computacional. 3. Fase sigma. 4. Propriedades mecânicas. 5. Produção intelectual. I. Assis, Wesley Luiz da Silva, orientador. II. Silva, Fabiane Roberta Freitas da, coorientadora. III. Universidade Federal Fluminense. Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda. IV. Título.

CDD -

*À Galadriel (in memoriam) e ao meu amado avô João (in
memoriam), por sua garra, força e coragem.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, A Deus, que tem me dado força e determinação desde o início deste trabalho.

A minha família, em especial minha mãe, meu irmão e meu padrasto, que me apoiaram e me fortaleceram.

Ao meu avô (*im memorian*) e minha avó, pelo vosso carinho e apoio.

Aos meus orientadores, Profº D.Sc. Wesley Luiz da Silva e Assis e Profª D.Sc. Fabiane Roberta Freitas da Silva, por sempre me auxiliarem e me guiarem.

Aos amigos da PPGEM, Bruno, Dantas, Daniel Santos, Gabriel d'Ávila, Silvana Carreiro, Kateryne Hamberger, Isabela Ferraz e, principalmente, Maisa Fernandes, por estarmos sempre lado a lado ajudando uns aos outros.

Aos professores D.Sc. Luciano Moreira, D.Sc. Lilian Paes, D.Sc. Gláucio Fonseca, D.Sc Paulo Rios e D.Sc. André Costa e Silva pelos auxílios e ajuda dos desafios que se seguiram.

A Villares Metals, pelo material cedido.

Ao Centro de Pesquisas da CSN, em especial ao Eng. Daniel Ximenes, pelo uso da máquina de ensaios mecânicos.

A Imperial Usinagem, pela usinagem dos corpos-de-prova.

A Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio financeiro.

*“Não há nada encoberto que não venha a ser revelado, nem
oculto, que não venha a ser conhecido.”*

Mateus 10:26b

RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex são conhecidos pelas suas aplicações, onde são necessárias boa resistência mecânica e ótima resistência à corrosão. Sua microestrutura bifásica concede ao material uma combinação das propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis ferríticos e aços inoxidáveis austeníticos. Porém, quando exposto a temperaturas entre 350 e 1000 °C, ocorre no aço a precipitação de diversas fases deletérias que afetam expressivamente suas propriedades mecânicas. Para a avaliação dessas propriedades, são realizados ensaios experimentais que, muitas vezes, são destrutivos e demandam uma grande quantidade de corpos-de-prova ou necessitam de geometrias complexas. Sabe-se que muitas das propriedades dos materiais advêm principalmente de sua microestrutura e que uma boa parte dessas características podem ser previstas em função da proporção das fases que os compõe. Inclusive, são utilizadas técnicas de estereologia para a caracterização dessas fases, cujo os cálculos podem não ser suficientemente precisos. Dito isso, este trabalho teve como objetivo a elaboração de um código de visão computacional que calcula a fração volumétrica das fases presentes no aço inoxidável super-duplex UNS S32550 e, em função dessas fases, estipula as propriedades mecânicas do aço com base no método da regra das misturas. Para devidos fins, foi realizado tratamento térmico de envelhecimento para a precipitação da fase σ , caracterização metalográfica para a obtenção das micrografias e a realização do cálculo de fração volumétrica pelos métodos experimental e visão computacional. Além disso, ensaios mecânicos de dureza e tração foram conduzidos para a obtenção das propriedades do material e também das fases presentes. Por fim, foram escritos os códigos de visão computacional em linguagem Python a fim de prever as propriedades mecânicas do aço em estudo. Os resultados experimentais sugeriram que a evolução da fase σ segue o modelo JMAK, e sua presença levou as propriedades relacionadas a resistência mecânica aumentarem linearmente, enquanto as propriedades relacionadas a tenacidade diminuíram exponencialmente. O código de visão computacional conseguiu interpretar as fases na microestrutura e calcular a fração volumétrica com eficiência. Por fim, a regra das misturas mostrou-se eficaz para a previsão das propriedades de dureza, limite de resistência e limite de escoamento.

Palavras-Chave: Aços Inoxidáveis Duplex, Visão Computacional, Modelamento Computacional, Fase Sigma, Propriedades Mecânicas.

ABSTRACT

Duplex stainless steels are known for their applications where it is necessary both good mechanical strength and excellent corrosion resistance. The biphasic microstructure provides a mechanical properties combination of the ferritic and austenitic stainless steels. Although, deleterious phases can appear when these steels are exposed at temperatures between 350 and 1000 °C and they can meanly affect mechanical properties. Experimental testing is necessary to evaluate the materials properties and some of these tests are destructive and require a great number of specimens or complex geometries. Many of the material properties come from the microstructure and they can be predicted by means phases proportion. Moreover, stereology techniques are used to characterize phases and real proportion of present phases calculated by them can be inaccurate. Therefore, this study aimed creating a computer vision code that calculates the volume fraction of present phases on the UNS S32550 super-duplex stainless steel as well as estimates mechanical properties based on the rule of mixtures. Thus, heat treatment and metallography characterization were carried out to induce σ phase precipitation and obtaining micrographics, respectively. Volume fraction was calculated through experimental methods and computer vision. Furthermore, in order to obtain mechanical properties of both steel and phases, tensile and hardness tests were performed. Finally, computer vision codes were written in Python language to mechanical properties prediction. Experimental results suggested the σ phase evolution was in accordance with JMAK model, and while strength properties increased linearly, ductile properties decreased exponentially in function of the σ phase. The computer vision code managed to interpret present phases and calculate the volume fraction efficiently. Ultimately, the rule of mixtures proved to be effective to predict hardness, ultimate strength and yield strength.

Keywords: Duplex Stainless Steel, Computer Vision, Computational Model, Sigma Phase, Mechanical Properties.

SUMÁRIO

1 Introdução	26
2 Motivação, Justificativa e Viabilidade.....	28
2.1 Motivação	28
2.2 Justificativa	28
2.3 Viabilidade.....	29
3 Objetivos.....	30
3.1 Objetivo Geral.....	30
3.2 Objetivos Específicos	30
4 Revisão Bibliográfica	31
4.1 Aços Inoxidáveis.....	31
4.1.1 Classificação dos Aços Inoxidáveis.....	31
4.1.2 Aços Inoxidáveis Duplex.....	32
4.2 Transformações de Fase.....	37
4.2.1 Nucleação e Crescimento.....	38
4.2.2 Cinética Formal.....	39
4.2.3 Estereologia	41
4.3 Previsão de Propriedades Mecânicas.....	43
4.3.1 Regra das Misturas.....	43
4.3.2 Relação entre Dureza e Outras Propriedades Mecânicas.....	45
4.4 Modelamento Computacional.....	46
4.4.1 Visão Computacional.....	46
4.4.1.1 Segmentação de Imagens.....	47
5 Materiais e Metodologia	50
5.1 Material.....	50
5.2 Metodologia.....	50
5.2.1 Procedimentos Experimentais.....	50

5.2.1.1 ThermoCalc	50
5.2.1.2 Tratamento Térmico	51
5.2.1.3 Confeção das Amostras.....	51
5.2.1.4 Preparação Metalográfica	52
5.2.1.5 Caracterização Microestrutural.....	52
5.2.1.5.1 EBSD	53
5.2.1.6 Estereologia	53
5.2.1.7 Dureza.....	54
5.2.1.7.1 Ensaio de Microdureza	54
5.2.1.7.2 Ensaio de Ultra-microdureza	54
5.2.1.8 Ensaio de Tração.....	57
5.2.2 Programação	59
5.2.2.1 Visão Computacional.....	60
5.2.2.2 Propriedades Mecânicas	63
5.2.2.2.1 Modelos Analíticos para obtenção de LR e LE	63
5.2.2.2.2 Regra das Misturas.....	63
6 Resultados e Discussão.....	65
6.1 Procedimentos Experimentais.....	65
6.1.1 Composição Química.....	65
6.1.2 Caracterização Microestrutural.....	70
6.1.2.1 Microscopia Óptica.....	70
6.1.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	79
6.1.2.3 Parâmetros Microestruturais	84
6.1.2.4 Cinética de Precipitação.....	86
6.1.2.4.1 Taxas de Nucleação e Crescimento da Fase Sigma.....	89
6.1.2.5 Composição Química via MEV-EDS	93
6.1.2.6 EBSD	96

6.1.3 Ensaio de Microdureza	99
6.1.4 Ensaio de Ultra-microdureza	101
6.1.5 Ensaio de Tração.....	105
6.1.5.1 Resistência Mecânica.....	113
6.1.5.2 Tenacidade	114
6.2 Modelamento Computacional.....	115
6.2.1 Visão Computacional.....	115
6.2.1.1 Influência da Preparação Metalográfica	119
6.2.1.2 Comparação com a Análise Experimental	126
6.2.1.2.1 Fração Volumétrica e Cinética	126
6.2.1.2.2 Análise de Histograma.....	132
6.2.1.3 Influência da Quantidade Amostral	132
6.2.2 Previsão das Propriedades Mecânicas	135
6.2.2.1 Regra das Misturas.....	135
6.2.2.2 Módulo de Elasticidade	135
6.2.2.3 Dureza.....	136
6.2.2.4 Limite de Resistência e Limite de Escoamento	137
7 Conclusões	140
7.1 Resultados Experimentais.....	140
7.2 Resultados Computacionais.....	141
7.3 Propostas para Trabalhos Futuros.....	142
8 Referências Bibliográficas.....	143
Apêndice I: Fluxograma do Código de Visão Computacional	152
Apêndice II: Código e Relatório Preliminar de Previsão de uma Micrografia.....	153
II.A Relatórios Preliminares	153
II.B Fluxograma do Código.....	164
Apêndice III: Comparação dos Histogramas de Fração de Área.....	165

III.A Ferrita – Seção Transversal.....	165
III.B Ferrita – Seção Longitudinal.....	168
III.C Austenita – Seção Transversal	171
III.D Austenita – Seção Longitudinal	175
III.E Fase Sigma – Seção Transversal	179
III.F Fase Sigma – Seção Longitudinal	183

ÍNDICE DE QUADROS

Quadro 1: Classificação dos aços inoxidáveis duplex de acordo com o grau de PREN.....	32
Quadro 2: Algumas aplicações dos Aços Inoxidáveis Duplex.....	35
Quadro 3: Informações gerais sobre os precipitados de alta temperatura mais comuns nos aços inoxidáveis duplex.	37
Quadro 4: Valores do parâmetro n da equação JMAK em transformações de fase com precipitação descontínua e reações eutetoide e com crescimento controlado por difusão.....	40
Quadro 5: Valores dos parâmetros estereológicos para os tipos de microestrutura ideal apresentadas.	42
Quadro 6: Composição química do aço inoxidável superduplex UNS S32550.....	50
Quadro 7: Valores de módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson do penetrador de diamante.....	56

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Diâmetro e Área da Seção Reta dos Corpos-de-Prova.	58
Tabela 2: Valores de PREN, cromo equivalente e níquel equivalente do aço inoxidável super-duplex UNS S32550.	65
Tabela 3: Fração volumétrica das fases presentes nas temperaturas de normalização (1080 °C) e envelhecimento (750°C) na condição de equilíbrio.	67
Tabela 4: Composição Química das fases ferrita, austenita, e sigma nas temperaturas de normalização (1080 °C) e envelhecimento (750 °C).....	70
Tabela 5: Parâmetros estereológicos de fração volumétrica (V_V), tamanho de grão (TG) e fator de forma (f) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 na condição como recebida.	84
Tabela 6: Área interfacial (S_V), contiguidade (C_t), parâmetro duplex (Δ), parâmetro de dispersão (θ) e razão de contiguidades do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 na condição como recebida. ...	85
Tabela 7: Parâmetros estereológicos de fração volumétrica (V_V), tamanho de grão (TG) e fator de forma (f) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 submetido ao tratamento térmico de envelhecimento por 1440 min. O valor V_V contabilizou tanto a austenita quanto a austenita secundária, enquanto os valores de TG e f contabilizou somente a austenita.	85
Tabela 8: Área interfacial, contiguidade e parâmetros microestruturais do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 submetido ao tratamento térmico de envelhecimento por 1440 minutos.....	86
Tabela 9: Fração Volumétrica (V_V) de ferrita, austenita e fase sigma em função do tempo de exposição a temperatura de envelhecimento.....	87
Tabela 10: Parâmetros k e n da equação JMAK da cinética da fase sigma obtido pela regressão linear dos dados experimentais, juntamente com o coeficiente de determinação R^2	89
Tabela 11: Número de núcleos por unidade de área (N_A) e área interfacial (S_V) da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico.....	90
Tabela 12: Composição química das fases ferrita, austenita e sigma via MEV-EDS na amostra na condição como recebida e nos tempos de 30, 40, 60 e 360 minutos de envelhecimento.	94
Tabela 13: Fração volumétrica das fases ferrita, austenita, sigma e chi calculado por meio de EBSD.	98
Tabela 14: Microdureza Vickers (HV) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento a 750°C.	99
Tabela 15: Valores das constantes C_0 e C_1 do comportamento da microdureza Vickers em função da fração volumétrica da fase sigma.	100
Tabela 16: Valores de dureza (H) e módulo de elasticidade (E), em GPa, em função do tempo de envelhecimento.	103
Tabela 17: Dureza das fases ferrita e austenita obtidas no modelo de Nix-Gao.	104
Tabela 18: Dureza e módulo de elasticidade da fase sigma obtidos no ensaio de ultra-microdureza.	105
Tabela 19: Propriedades de resistência mecânica e tenacidade e a fração volumétrica da fase sigma dos corpos-de-prova.....	108
Tabela 20: Constantes lineares da equação aproximada do comportamento das propriedades LR, LE, E, n e K em função da proporção de fase sigma.	114

Tabela 21: Constantes exponenciais da equação aproximada do comportamento das propriedades A_L , Z , U_D e U_T em função da proporção de fase sigma.	115
Tabela 22: Fração Volumétrica (V_V) das fases ferrita, austenita, e sigma em função do tempo de envelhecimento calculados pelo código de visão computacional.....	127
Tabela 23: Parâmetros k e n da equação JMAK da cinética de precipitação da fase sigma calculada via visão computacional. Os parâmetros foram calculados por mínimos quadrados da equação linearizada, com coeficiente de determinação R^2 apresentado.	129
Tabela 24: Constantes lineares dos limites de resistência e escoamento em função da microdureza.....	137
Tabela 25: Coeficientes C_a e C_b dos modelos de Cahoon (1972) e Cahoon; Broughton & Kutzak (1971), respectivamente.	138

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Classificação e Propriedades dos Aços Inoxidáveis.	32
Figura 2: Diagrama de fases pseudobinário de Fe-Cr-Ni, com destaque para a faixa de composição de cromo e níquel susceptível para a formação dos aços inoxidáveis duplex.....	33
Figura 3: Diagrama de Schaeffler, com destaque para a região de microestrutura ferrítica-austenítica em cinza, com gradiente de proporção das fases.....	34
Figura 4: Micrografia de um aço inoxidável duplex UNS S31803, indicando as fases ferrita (escura) e austenita (clara).....	35
Figura 5: Processos termomecânicos de Extrusão (a) e Laminação (b). Na extrusão, a punção (A) empurra o material de trabalho (B) sobre a abertura do molde (C). Na Laminação, os cilindros (D) conformam o aço e ao mesmo tempo empurram o material de trabalho (B).....	36
Figura 6: Esquematização da precipitação da fase sigma (escura) nos contornos de grão δ - γ evidenciando a estrutura lamelar de sigma com austenita secundária (cinzenta) adentrando a ferrita (branca). ...	38
Figura 7: Curva esquemática ilustrando o comportamento do crescimento de uma fase transformada obedecendo a equação JMAK.....	39
Figura 8: Tipos de Microestruturas. Dispersão, a esquerda, duplex, ao centro, e esqueleto, a direita.	43
Figura 9: Esquematização gráfica dos modelos de Voigt e Reuss para materiais bifásicos.	44
Figura 10: Exemplo esquemático de uma visão computacional. Nesse caso, o programa difere as cores de cada pixel pelo sistema RGB.....	47
Figura 11: Aplicação de <i>Thresholding</i> sobre uma imagem.	48
Figura 12: Representação de histogramas com repartições bem definidas para (a) duas regiões de (b) três regiões	49
Figura 13: Esquematização gráfica da barra cilíndrica do aço inoxidável super-duplex UNS S32550, indicando a microestrutura das seções transversal e longitudinal.	51
Figura 14: Esquematização das microimpressões nas amostras no ensaio de microdureza.....	54
Figura 15: Desenho esquemático da geometria da impressão do ensaio de ultra-microdureza.	55
Figura 16: Gráfico do fenômeno de ISE e ISE inverso, sendo H_0 a dureza convencional observada em macroescala.	56
Figura 17: Desenho esquemático de um corpo-de-prova para ensaio de tração.....	57
Figura 18: Ilustração esquemática do método de identificação das fases por meio de histograma de cor para microestruturas bifásicas (primeira linha) e trifásicas (segunda linha).	61
Figura 19: Histograma de cor durante a nucleação e crescimento da fase sigma.....	62
Figura 20: Diagrama de Schaeffler evidenciando o ponto dos valores de cromo e níquel equivalente do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 em vermelho.....	66
Figura 21: Diagrama de Fases Ternário Fe-Cr-Ni a 1080 °C com foco na posição do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 nas composições reais de Cr e Ni (vermelho) e na composição calculada de Cr_{eq} e Ni_{eq} (roxo).....	66
Figura 22: Gráfico de proporção de fase estável em função da temperatura de exposição do aço inoxidável UNS S32550. As linhas verticais representam os tratamentos térmicos de normalização (preto) e envelhecimento (cinza)	67

- Figura 23: Diagrama de Fases Ternário Fe-Cr-Ni a 750 °C com foco na posição do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 nas composições reais de Cr e Ni (vermelho) e na composição calculada de Cr_{eq} e Ni_{eq} (roxo).....69**
- Figura 24: Fase estável (primeira linha) e composição química (segunda linha) das fases ferrita, a esquerda, austenita e austenita secundária, ao centro, e fase sigma, a direita, em função da temperatura de exposição nas condições de equilíbrio. A linha vertical tracejada representa a temperatura de envelhecimento.....70**
- Figura 25: Micrografias do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 na condição como recebida nas secções (a) transversal e (b) longitudinal, destacando as fases ferrita (escura) e austenita (clara). Aumento: 1000X para (a) e 500X para (b)71**
- Figura 26: Micrografias do aço inoxidável super-duplex submetidos a tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de 15 a 50 min nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, indicando as fases austenita (clara), ferrita (bege e azulado) e sigma (escura). Aumento: 1000X.....72**
- Figura 27: Micrografias do aço inoxidável super-duplex submetidos a tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de 60 a 360 min nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, indicando as fases austenita (clara), ferrita (bege e azulado) e sigma (escura). Aumento: 1000X.73**
- Figura 28: Micrografias do aço inoxidável super-duplex submetidos a tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de 720 e 1440 min nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, indicando as fases austenita (clara) e sigma (escura). Aumento: 1000X.74**
- Figura 29: Micrografia da amostra de seção longitudinal submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 40 minutos com evidência para a região de *cluster* situado no ponto triplo dos grãos de ferrita. Aumento: 1000X.75**
- Figura 30: Micrografia da amostra 360 minutos na seção longitudinal, indicando a possível formação inicial de *clusters* devido ao alto refinamento dos grãos das fases intermetálicas no círculo verde. ...76**
- Figura 31: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 60 minutos. Nota-se o consumo quase completo do grão de ferrita por grãos de fases intermetálicas. Aumento: 1000X.....76**
- Figura 32: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 120 minutos. As setas em vermelho indicam locais de provável colapso da ferrita transformando-se em austenita secundária. Aumento: 1000X.....77**
- Figura 33: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 240 minutos. Os resquícios de ferrita na microestrutura podem ser observados com coloração bege clara ou azulada. Aumento: 1000X.....77**
- Figura 34: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 120 minutos. As setas vermelhas indicam o início da nucleação de fases intermetálicas nos contornos de grão de austenita. Aumento: 1000X.....78**
- Figura 35: Micrografia de seção transversal da amostra envelhecida por (a) 720 minutos e (b) 1440 minutos, a esquerda indica o núcleo de um precipitado no interior do grão de austenita e a direita apresenta os núcleos posicionados nos contornos de grãos e pontos triplos de austenita. Aumento: 1000X.78**

Figura 36: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 1440 minutos evidenciando a trinca provocada pela têmpera. Aumento: 1000X.	79
Figura 37: Micrografia via MEV-BSE do aço inoxidável em estudo na condição como recebida, apresentando a matriz ferrítico-austenítica. Aumento: 2000X	80
Figura 38: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida a tratamento térmico por 15 minutos com destaque do contorno de grão entre ferrita e austenita com possível presença de precipitados de nitretos de cromo (preto), fase sigma (cinza claro) e fase chi (branco). Aumento: 20000X.	80
Figura 39: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida a tratamento térmico por 15 minutos com destaque para os núcleos de fase chi posicionados no interior do grão de ferrita. Aumento: 5000X.	81
Figura 40: Micrografias via MEV-BSE das amostras submetidas aos tempos de (a) 40 minutos e (b) 60 minutos de tratamento térmico. Aumento: 2000X.	82
Figura 41: Micrografias via MEV-BSE da amostra submetida ao tempo de 60 minutos de tratamento térmico, indicando as fases chi (branco), sigma (cinza claro), austenita (cinza), ferrita (cinza escuro) e nitretos de cromo (preto). Aumento: 10000X.	82
Figura 42: Micrografia via MEV-BSE da amostra com tratamento térmico de 240 minutos, com (a) a microestrutura geral e (b) suposto vértice de grãos de δ , indicado pela seta vermelha. As fases presentes são Cr_2N (preto), δ (cinza escuro), γ (cinza), σ (cinza claro) e χ (branco). Aumento: (a) 2000X e (b) 15000X.	82
Figura 43: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida a tratamento térmico de 40 minutos indicando a morfologia da fase chi. As setas em vermelho apontam núcleos de formato esférico enquanto as setas em pretos apontam núcleos de formato lenticular. Aumento: 5000X.	83
Figura 44: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida ao tratamento térmico por 1440 minutos, indicando (a) a microestrutura geral e (b) uma região de maior ampliação, evidenciando a morfologia lamelar e na forma de corais de sigma e austenita secundária, com um núcleo de fase sigma no interior da austenita. As fases presentes são nitretos de cromo (preto), austenita (cinza escuro), sigma (cinza claro) e chi (branco). Aumento: (a) 2000X e (b) 10000X.	84
Figura 45: Fração Volumétrica de ferrita, austenita e fase sigma em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento.	87
Figura 46: Aproximação numérica da cinética de precipitação da fase sigma, baseado no modelo JMAK.	88
Figura 47: Aproximação numérica da cinética de decomposição da ferrita, baseado no modelo JMAK.	88
Figura 48: Comportamento do (a) número de núcleos por unidade de área (N_A) e (b) a taxa de nucleação ($\dot{N}_A$) da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico.	91
Figura 49: Comportamento da (a) Área Interfacial (S_v) e (b) da taxa de Crescimento ($\dot{G}$) da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico.	92
Figura 50: Caminho Microestrutural da fase sigma.	93
Figura 51: Concentração de alguns dos elementos de liga na ferrita em função do tempo de exposição ao envelhecimento. A linha tracejada destaca a concentração do elemento calculado no ThermoCalc na temperatura de normalização (1080 °C).	95

Figura 52: Concentração de alguns dos elementos de liga na austenita em função do tempo de exposição ao envelhecimento. A linha tracejada destaca a concentração do elemento calculado no ThermoCalc na temperatura de normalização (1080 °C).	95
Figura 53: Concentração de alguns dos elementos de liga na fase sigma em função do tempo de exposição ao envelhecimento. A linha tracejada destaca a concentração do elemento calculado no ThermoCalc na temperatura de envelhecimento (750 °C).	96
Figura 54: Micrografia obtida via EBSD da amostra longitudinal na condição CR indicando, da esquerda para direita: distribuição dos grãos, as fases ferrita (vermelho) e austenita (verde), grãos da fase ferrítica e grãos da fase austenítica.....	97
Figura 55: Micrografia obtida via EBSD da amostra longitudinal exposto ao envelhecimento por 1440 minutos incluindo, da esquerda para direita: distribuição dos grãos, as fases ferrita (vermelho), austenita (verde), sigma (azul) e chi (amarelo), grãos de austenítica e grãos de fase sigma.	98
Figura 56: Comportamento da microdureza Vickers (HV) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento a 750°C.	100
Figura 57: Comportamento da microdureza Vickers (HV) em função da fração volumétrica da fase sigma.	100
Figura 58: Impressões formadas pelo penetrador de Berkovich nas fases ferrita (a esquerda) e austenita (a direita) nas condições CR e exposto ao envelhecimento por 360 minutos, respectivamente.	101
Figura 59: Curvas de carregamento-descarregamento das fases ferrítica, austenítica e sigma, indicando a regressão da região de descarregamento com coeficiente de determinação R^2 e os valores de H e E calculados no ensaio.	102
Figura 60: Valores de dureza e módulo de elasticidade das fases ferrita e austenita em função do tempo de tratamento térmico, obtidas no ensaio de ultra-microdureza.	103
Figura 61: Ultra-microdureza das fases ferrita e austenita na condição CR, a esquerda, e após 30 minutos de tratamento térmico, a direita.	104
Figura 62: Aproximação numérica do modelo de Nix-Gao das fases ferrita e austenita.....	105
Figura 63: Curvas tensão-deformação de engenharia dos corpos-de-prova submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento.....	106
Figura 64: Curvas tensão-deformação verdadeira dos corpos-de-prova submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento.	106
Figura 65: Fratura dos corpos-de-prova na (a) condição como recebida e nos tempos de exposição ao tratamento térmico em (b) 50 minutos, (c) 60 minutos e (d) 360 minutos.....	110
Figura 66: Comportamento de fratura do CP na condição como recebida. Sendo à esquerda a região central e à direita a região da extremidade da seção reta da parte útil, em ambos é possível observar microvazios e o aspecto de fratura intergranular.	111
Figura 67: Aspecto da fratura no centro dos corpos-de-prova submetidos ao envelhecimento por 50 minutos (a esquerda) e 60 minutos (a direita), evidenciando a presença de uma fratura mista.	111
Figura 68: Aspecto da fratura no centro dos corpos-de-prova submetidos ao envelhecimento por 120 minutos (a esquerda) e 360 minutos (a direita), evidenciando a presença de clivagem.	111

Figura 69: Microestrutura dos corpos-de-prova (a) na condição como recebida e submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de (b) 15, (c) 50, (d) 60, (e) 120 e (f) 360 minutos após o ensaio.	112
Figura 70: Propriedades mecânicas de limite de resistência (LR), limite de escoamento (LE), módulo de elasticidade (E), coeficiente de resistência (K) e expoente de encruamento (n_e) dos corpos-de-prova em função da fração volumétrica da fase sigma.....	113
Figura 71: Propriedades mecânicas de alongamento final (A_L), redução de área (Z), módulo de ductilidade (U_D) e módulo de tenacidade (U_T) dos corpos-de-prova em função da fração volumétrica da fase sigma.	115
Figura 72: Micrografias das amostras na condição como recebida e nos tempos de 15, 30 e 40 minutos nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, estando presentes as fases ferrita (cinza), austenita (branco) e sigma (preto).	117
Figura 73: Micrografias das amostras tempos de 50, 60 e 120 e 240 minutos nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, estando presentes as fases ferrita (cinza), austenita (branco) e sigma (preto).....	118
Figura 74: Micrografias das amostras nos tempos de 360, 720 e 1440 minutos nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, estando presentes as fases austenita (branco) e sigma (preto).	119
Figura 75: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra CR transversa, presentes as fases ferrita (cinza e bege) e austenita (branco).	120
Figura 76: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra CR longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e bege) e austenita (branco).....	120
Figura 77: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra CR longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e bege) e austenita (branco), apontando um erro de identificação das fases.	121
Figura 78: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 15 minutos transversal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (branco) e sigma (preto).	122
Figura 79: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 30 minutos transversal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (claro) e sigma (escuro).....	123
Figura 80: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 50 minutos longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (claro) e sigma (escuro).	123
Figura 81: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 120 minutos longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (claro) e sigma (escuro).	124
Figura 82: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 720 minutos transversal, presentes as fases austenita (claro) e sigma (escuro).	125
Figura 83: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 1440 minutos longitudinal, presentes as fases austenita (claro) e sigma (escuro).....	125
Figura 84: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 50 minutos longitudinal, com destaque para o desfoque na região superior direita. Presentes as fases ferrita (cinza e colorido), austenita (clara) e sigma (escura).	126

Figura 85: Fração Volumétrica de ferrita, austenita e fase sigma em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento, calculado pelo código de visão computacional.	127
Figura 86: Cinética de precipitação da fase sigma de acordo com a fração volumétrica calculada via visão computacional.....	128
Figura 87: Cinética de precipitação da fase sigma de acordo com a fração volumétrica calculada via visão computacional.....	128
Figura 88: Comparação entre os valores experimentais e computacionais da fração volumétrica das fases ferrita (acima), austenita (centro) e sigma (abaixo).	130
Figura 89: Diagrama de caixa da austenita em função do tempo de envelhecimento nas amostras transversal (à direita) e longitudinal (à esquerda), calculadas pelo método experimental e por visão computacional.....	131
Figura 90: Precisão relativa (RA) de valores de fase sigma com diferentes quantidades amostrais, com a linha tracejada indicando a precisão relativa de 10%.	133
Figura 91: Precisão relativa (RA) da fração volumétrica das fases em função da própria fração volumétrica, indicando o aumento da precisão para maiores frações de uma fase.	133
Figura 92: Evolução da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico calculado pela visão computacional, com quantidades amostrais distintas.	134
Figura 93: Relação das frações volumétricas experimental e computacional, indicando a regressão linear.	134
Figura 94: Cinética das fases ferrita e sigma, juntamente com a fração volumétrica de austenita obtida pela diferença da soma de ambas.	135
Figura 95: Comparação dos valores do módulo de elasticidade (E) com a regra das misturas.	136
Figura 96: Comparação dos valores de dureza com o modelo da regra de regra das misturas em função da fração volumétrica da fase sigma. A linha sólida representa a evolução da dureza em função das cinéticas de precipitação de precipitação da fase sigma e de dissolução da ferrita.	136
Figura 97: Modelo linear do limite de resistência e limite de escoamento do aço em função da microdureza.....	137
Figura 98: Modelos de Cahoon (1972) e Cahoon; Broughton & Kutzak (1971) do limite de resistência e limite de escoamento, respectivamente.....	138
Figura 99: Comparação entre a regra das misturas com os valores experimentais do limite de resistência (LR), de acordo com os modelos de Taylor e Cahoon.....	139
Figura 100: Comparação entre a regra das misturas com os valores experimentais do limite de escoamento (LE), de acordo com os modelos de Taylor e Cahoon.....	139

LISTA DE ABREVIATURAS

A_L :	Alongamento total	
Al:	Alumínio	
A:	Área da seção Reta	$[mm^2]; [\mu m^2]$
S_V :	Área Interfacial por Unidade de Volume	$[\mu m^2/\mu m^3]$
A_T :	Área-Teste	$[\mu m^2]$
L_A :	Aresta por Área-Teste	$[\mu m/\mu m^2]$
γ :	Austenita	
γ_2 :	Austenita Secundária	
SiC:	Carbeto de Silício	
$M_{23}C_6$:	Carboneto Metálico Complexo	
C:	Carbono	
Q:	Carga	$[gf]; [kgf]; [mN]$
Cu:	Cobre	
R^2 :	Coeficiente de Determinação	
m_ϵ :	Coeficiente de Encruamento de Meyer	
ν :	Coeficiente de Poisson	
K:	Coeficiente de resistência	$[MPa]$
Ct:	Contiguidade	
C_L :	Critério de Separação de Fase	
Cr:	Cromo	
Cr_{Eq} :	Cromo Equivalente	
ϵ_{el} :	Deformação elástica	
ϵ_p :	Deformação plástica	
$\bar{l}$:	Diagonal média	$[\mu m]$
H:	Dureza	$[GPa]$
HV:	Dureza Vickers	$[HV]$
S:	Enxofre	
Sn:	Estanho	
n_ϵ :	Expoente de Encruamento	

χ :	Fase Chi	
λ :	Fase Laves	
σ :	Fase Sigma	
f:	Fator de Forma	
δ :	Ferrita	
Fe:	Ferro	
F:	Força	[N]
P:	Fósforo	
A_A :	Fração de Área	
P_P :	Fração de Pontos	
V_V :	Fração Volumétrica	
LaB_6 :	Hexaboreto de Lantânio	
α :	Inclinação da Curva de Descarregamento	
$\bar{\lambda}$:	Intercepto Linear Médio	$[\mu m^{-1}]$
LE:	Limite de Escoamento	[MPa]
LR:	Limite de Resistência à Tração	[MPa]
L_T :	Linha-Teste	$[\mu m]$
Mn:	Manganês	
U_D :	Módulo de Ductilidade	[MPa]
E:	Módulo de Elasticidade (ou Young)	[GPa]
U_R :	Módulo de resiliência	[MPa]
U_T :	Módulo de tenacidade	[MPa]
Mo:	Molibdênio	
Nb:	Nióbio	
Ni:	Níquel	
Ni_{Eq} :	Níquel Equivalente	
CrN:	Nitreto de Cromo	
Cr_2N :	Nitreto Dicrômico	
N:	Nitrogênio	
N_L :	Número de Grãos Interceptados por Linha-Teste	$[\mu m^{-1}]$

P_L :	Número de Interceptos por Linha-Teste	$[\mu\text{m}^{-1}]$
N_0 :	Número de Núcleos no instante $t = 0$	
N_A :	Número de Núcleos por Unidade de Área-Teste	$[\mu\text{m}^{-2}]$
N_g :	Número Total de Núcleos	
P_T :	Número Total de Pontos	
θ :	Parâmetro de Dispersão	
Δ :	Parâmetro Duplex	
p :	Perímetro	$[\mu\text{m}]$
h :	Profundidade de impressão	$[\mu\text{m}]$
Z :	Redução de área	
Si:	Silício	
TG:	Tamanho de Grão	$[\mu\text{m}]$
G:	Taxa de Crescimento	$[\mu\text{m}/\text{s}]$
$\dot{\epsilon}$:	Taxa de Deformação	$[\text{s}^{-1}]$
$\dot{N}_A$:	Taxa de Nucleação por unidade de Área	$[\text{s}^{-1}\mu\text{m}^{-2}]$
T:	Temperatura	$[\text{°C}]; [\text{K}]$
t:	Tempo	$[\text{s}]; [\text{min}]; [\text{h}]$
Ti:	Titânio	
W:	Tungstênio	
V:	Vanádio	

LISTA DE SIGLAS

CR:	Como Recebido
CSN:	Companhia Siderúrgica Nacional
CP:	Corpo-de-Prova
CCC:	Cúbica de Corpo Centrado
CFC:	Cúbica de Faces Centradas
EBSD:	Difração de Elétrons Retroespalhados (<i>Electron Backscattered Diffraction</i>)
GND:	Discordâncias Geometricamente Necessárias (<i>Geometrically Necessary Dislocations</i>)
ISE:	Efeito do Tamanho de Impressão (<i>Indenter Size Effect</i>)
BSE:	Elétrons Retroespalhados (<i>Backscattered Electrons</i>)
SE:	Elétrons Secundários (<i>Secoundary Electrons</i>)
PH:	Endurecível por Precipitação
HSV:	Escala de cor baseada em Tonalidade, Saturação e Luminosidade (<i>Hue-Saturation-Value</i>).
CMYK:	Escala de cor baseada na distinção de Ciano, Magenta e Amarelo, e na Luminosidade (<i>Cian-Magenta-Yellow-Key</i>).
RGB:	Escala de cor baseada na distinção de Vermelho, Verde e Azul (<i>Red-Green-Blue</i>).
EEIMVR:	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda
EDS:	Espectroscopia de Energia Dispersiva (<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>)
ICEX:	Instituto de Ciências Exatas
JMAK:	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
LCMicro:	Laboratório de Caracterização Microestrutural
LMPA:	Laboratório de Microscopia e Preparação de Amostras
LTT:	Laboratório de Tratamentos Térmicos
LMCM:	Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais
LMME:	Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica
MEV:	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO:	Microscopia Óptica

NMM:	Núcleo de Modelamento Computacional
PREN:	<i>Pitting Resistance Equivalent Number</i>
PPGEM:	Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica
UFF:	Universidade Federal Fluminense

1 INTRODUÇÃO

O princípio da criação dos aços inoxidáveis está atrelado a descoberta do elemento químico cromo (Cr) que, posteriormente, foi utilizado em experimentos eletroquímicos para testar sua influência como elemento de liga com o intuito de aprimorar a resistência à corrosão dos aços. O primeiro relato de uma liga ferro-cromo-níquel (Fe – Cr – Ni) com microestrutura bifásica foi exposto por BAIN & GRIFFITHS (1921) e na década de 1930 foi patenteado o primeiro aço inoxidável do tipo duplex (BAIN; GRIFFITHS, 1921; COBB, 2010). Com o tempo, os aços inoxidáveis duplex foram aperfeiçoados e atualmente são usados em uma ampla variedade de campos na indústria que necessite combinar boas propriedades mecânicas com a resistência à corrosão, principalmente à corrosão por pites (ALVAREZ-ARMAS; DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

Porém, sua principal limitação são os precipitados que se formam quando esse aço é exposto a temperaturas entre 450 e 1000 °C. Dentre essas, a fase sigma (σ) é a mais relevante devido a sua predominância de precipitação em relação as demais fases e a ampla faixa de temperatura em que se apresenta, normalmente entre 600 e 1000 °C. (GUNN, 1997) Com a presença de mínimas proporções de fase σ as propriedades relacionadas a tenacidade desses aços decaem significativamente, devido a alta dureza e fragilidade deste microconstituente. Da mesma maneira, sua presença torna-os susceptíveis a certos tipos de corrosão. (NILSSON, J.-O., 1992) Diversos estudos experimentais foram conduzidos para entender a formação e as propriedades dessas fases. (BAÍA *et al.*, 2018; DAKHLAOU; BRAHAM; BACZMAŃSKI, 2007; DOS SANTOS; MAGNABOSCO, 2016; ESCRIBA *et al.*, 2009; FARGAS; ANGLADA; MATEO, 2009; FONSECA *et al.*, 2017; POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007)

A principal ferramenta para compreender a influência dessas fases nas propriedades do aço é estudar suas alterações em função da fração volumétrica. Para isso, é fundamental quantificar com exatidão as fases intermetálicas presentes. Os métodos experimentais de fração volumétrica por meio de grade de pontos ainda são amplamente utilizados, também existem *softwares* em código aberto que realizam a fração volumétrica de forma mais efetiva, como o *ImageJ*. Porém, códigos abertos que realizam de forma automática a avaliação da fração volumétrica das fases ainda são escassos e os métodos de grade podem gerar valores errôneos dependendo da quantidade de campos e do número total de pontos utilizados. (FERREIRA; RASBAND, 2012; VANDER VOORT, 1999)

Atualmente, a combinação de procedimentos experimentais e modelos analíticos em conjunto com a simulação computacional tem sido elaborada para promover melhores

resultados e precisão nos comportamentos dos aços. (KELTON; SADOWSKI; ZUPICK, 2015) Muitos trabalhos concluíram que é possível prever com certa eficiência a propriedade dos materiais por meio de caracterização microestrutural, através da identificação das fases presentes e a respectiva fração volumétrica. (ALIBEYKI *et al.*, 2017; CHAWLA, 1974; RIOS, P.R.; GUIMARÃES; CHAWLA, 1981)

Logo, o propósito deste trabalho é a previsão de propriedades mecânicas de um aço inoxidável super-duplex utilizando a visão computacional e corroborá-lo utilizando procedimentos experimentais. Por meio de ensaios mecânicos e caracterização microestrutural, foram definidas as propriedades mecânicas e as frações volumétricas das fases, respectivamente, assim como a curva de precipitação da fase σ e a decomposição da ferrita. Juntamente com modelos analíticos, foi desenvolvido um programa capaz de identificar as fases do material e, em função de sua microestrutura, prever as propriedades mecânicas com resultados próximos das condições experimentais.

2 MOTIVAÇÃO, JUSTIFICATIVA E VIABILIDADE

2.1 Motivação

Desde o advento da programação, a simulação computacional vem sendo utilizada em diferentes áreas da sociedade. Nos ramos da ciência e engenharia, sua utilidade é voltada para previsão e replicação de fenômenos físicos e químicos, além do aprimoramento e processamento de dados. (KELTON; SADOWSKI; ZUPICK, 2015) Contudo, a simulação computacional só pode ser usada em conjunto com métodos experimentais ou modelos teóricos que fundamentem o evento em estudo.

A combinação desses três métodos de pesquisa: procedimentos experimentais, modelos analíticos e simulação computacional, tem se tornado indispensável para o aperfeiçoamento dos processos industriais e acadêmicos e para melhor compreensão e completude dos fenômenos relacionados.

2.2 Justificativa

De forma geral, para determinar as propriedades de um material são necessários ensaios experimentais. Entretanto, muitos deles são destrutivos e há a necessidade de uma quantidade mínima de amostras ou corpos-de-prova, em alguns casos com geometrias complexas, para que se obtenha base estatística.

Sabe-se que algumas propriedades do material são proporcionais a sua estrutura e determinam significativamente suas características, sejam elas mecânica, eletromagnética, corrosiva, entre outras. Logo, conhecendo as propriedades de cada fase presente na microestrutura, pode-se então prever apropriadamente as propriedades efetivas do material. O uso de um modelo computacional que desenvolva esse conceito pode diminuir a necessidade de ensaios experimentais e assim amenizar o custo e tempo de produção do material em estudo.

Com base nessa informação, a presente dissertação propõe uma simulação computacional que realize a previsão das propriedades mecânicas do aço inoxidável superduplex UNS S32550 baseado em sua microestrutura. Os procedimentos experimentais e cálculos analíticos foram usados para aperfeiçoamento e validação do modelo.

2.3 Viabilidade

Os procedimentos experimentais necessários para a pesquisa foram realizados nos seguintes locais: Laboratório de Microscopia e Preparação de Amostras (LMPA), Laboratório de Caracterização Microestrutural (LCMicro), Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) e Laboratório de Tratamentos Térmicos (LTT) situados na Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR); Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais (LMCM), situado no Instituto de Ciências Exatas (ICEX); e do Centro de Pesquisas da Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), ambos localizados em Volta Redonda, Rio de Janeiro. O material utilizado para os estudos experimentais foi cedido pela *Villares Metals S.A.*, situada na cidade de Sumaré, São Paulo.

O desenvolvimento e simulação do modelo computacional foi realizado no Núcleo de Modelamento Microestrutural (NMM), localizado na EEIMVR. O modelo teve desenvolvimento de ferramentas inéditas e de outras já aperfeiçoadas pelo grupo de pesquisa do NMM.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo Geral

O principal objetivo deste trabalho é desenvolver um código de visão computacional para calcular a fração volumétrica das fases presentes no aço inoxidável super-duplex e, em função dessas fases, realizar uma previsão das propriedades de resistência mecânica.

3.2 Objetivos Específicos

Para a determinação do objetivo final, os seguintes objetivos específicos foram atingidos:

- Induzir a nucleação e crescimento da fase σ e, conseqüentemente, a cinética de precipitação dessa fase e a cinética de dissolução da ferrita;
- Obtenção das propriedades mecânicas do aço por meio de ensaios de tração e dureza, especialmente as propriedades relacionadas a resistência mecânica;
- Obtenção da dureza das fases ferrita (δ), austenita (γ) e sigma (σ) e alcançar as propriedades de limite de resistência (LR) e limite de escoamento (LE) dessas fases por meio de métodos analíticos;
- Construção do código de visão computacional, para identificação das fases por meio de instruções do usuário;
- Construção do código para a previsão das propriedades de resistência mecânica, sendo elas dureza Vickers (HV), LR e LE, seguindo o modelo de Voigt-Reuss para a regra das misturas.

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 Aços Inoxidáveis

Tradicionalmente, os aços inoxidáveis podem ser definidos como ligas Fe – Cr com composição acima de 12 % em peso de Cr. A adição de outros elementos de liga varia para cada tipo de aço inoxidável. (GUNN, 1997)

A combinação de resistência à corrosão e boas propriedades mecânicas numa ampla faixa de temperaturas são suas características principais. Uma camada fina e aderente de óxido de cromo formado na superfície protege o aço do ambiente externo impedindo a sua degradação. Já as propriedades mecânicas, como tenacidade, resistência e dureza variam para cada tipo de aço inoxidável devido às diferenças de composição química e, conseqüentemente, da microestrutura final, juntamente com os processos de fabricação escolhidos (WASHKO; AGGEN, 1990)

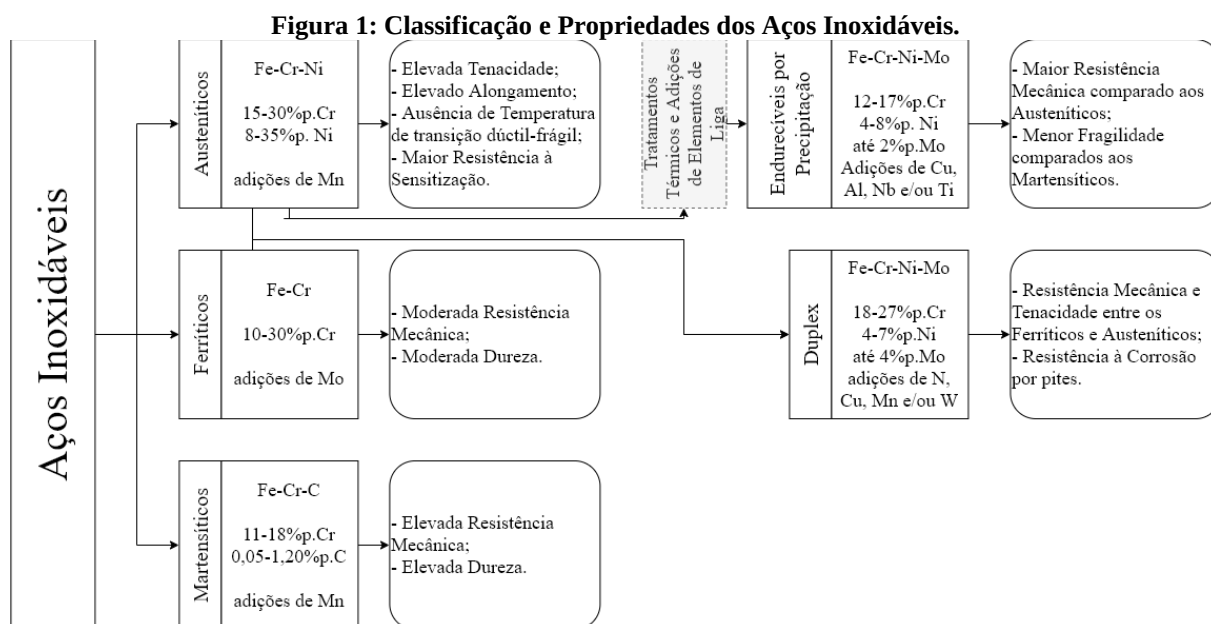
4.1.1 Classificação dos Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são subclassificados por meio de sua microestrutura, sendo classificados entre ferríticos, austeníticos e martensíticos. Suas propriedades baseiam-se na microestrutura e a diferença entre eles dá-se principalmente pela composição química. Os aços inoxidáveis ferríticos possuem moderada resistência mecânica, já os aços inoxidáveis austeníticos são conhecidos pela alta tenacidade e resistência a altas temperaturas, os aços inoxidáveis martensíticos apresentam elevada dureza e certa fragilidade devido a alta concentração de carbono (C). (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006)

Por meio desses tipos desenvolveram-se os aços inoxidáveis duplex e endurecíveis por precipitação (ou PH). Os aços inoxidáveis PH são caracterizados pela presença de pequenos precipitados de, por exemplo, titânio (Ti), alumínio (Al) ou nióbio (Nb) dispersos numa matriz martensítica ou austenítica e possuem a função de elevar a resistência do material. Os aços inoxidáveis duplex são considerados como um intermédio entre os ferríticos e os austeníticos. (HE; SANDSTRÖM, 2019; PRAMANIK; BASAK, 2015)

A propriedade de destaque dos aços inoxidáveis é claramente a resistência à corrosão e a combinação com a resistência mecânica é o ponto chave destes aços. Os tipos de aços inoxidáveis também podem ser diferenciados pela resposta a diferentes tipos de corrosão. Os aços inoxidáveis austeníticos, por exemplo, apresentam excelente resistência à corrosão intergranular, porém não são efetivos onde há grande susceptibilidade à corrosão por pites e

por frestas. (FÉRON; EUROPEAN FEDERATION OF CORROSION, 2001) A Figura 1 ilustra resumidamente a classificação dos aços inoxidáveis e suas propriedades.



Fonte: (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006; DEMERI, 2013; GUNN, 1997; MITHIEUX *et al.*, 2011; STEIGERWALD *et al.*, 1977; WASHKO; AGGEN, 1990)

4.1.2 Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex são definidos como ligas Fe-Cr-Ni-Mo com possíveis adições de outros elementos como o manganês (Mn) e o nitrogênio (N). Convencionalmente são subclassificados de acordo com sua resistência à corrosão por pites através do cálculo de PREN (*Pitting Resistance Equivalent Number*), apresentado a partir da equação 1. (INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION, 2012) A subclassificação dos aços inoxidáveis duplex de acordo com o PREN estão apresentados no Quadro 1.

Quadro 1: Classificação dos aços inoxidáveis duplex de acordo com o grau de PREN.

Tipo	PREN
Lean-Duplex	< 35
Duplex	35 – 40
Super-Duplex	40 – 45
Hiper-Duplex	≥ 45

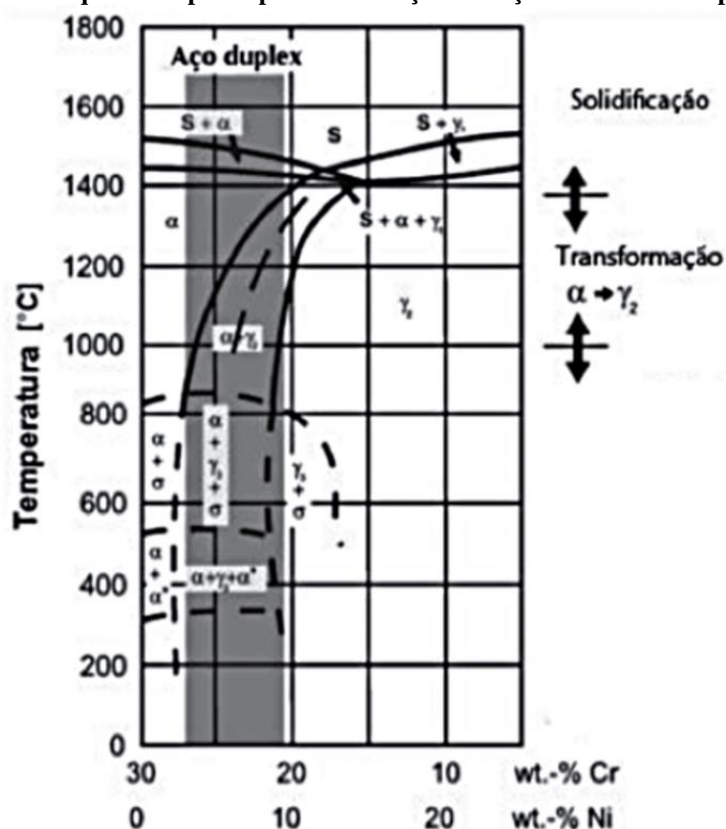
Fonte: (INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION, 2012)

$$\text{PREN} = \% \text{Cr} + 3,3(\% \text{Mo} + 0,5\% \text{W}) + 16\% \text{N}$$

1

Sua microestrutura baseia-se no equilíbrio entre as fases ferrita (δ) e austenita (γ) com proporções aproximadamente iguais. A ferrita inicia a sua formação antes da austenita, sendo esta última formada a partir da ferrita, como pode ser observado na Figura 2. Isso se dá devido à composição adequada de elementos estabilizadores dessas fases, como o Cr e Mo, estabilizadores da estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), e Ni, Mn, Cu, C e N, estabilizadores da estrutura cúbica de faces centradas (CFC). Devido a isso, certas propriedades mecânicas desse aço sejam resultantes da combinação de seus microconstituintes.

Figura 2: Diagrama de fases pseudobinário de Fe-Cr-Ni, com destaque para a faixa de composição de cromo e níquel susceptível para a formação dos aços inoxidáveis duplex.

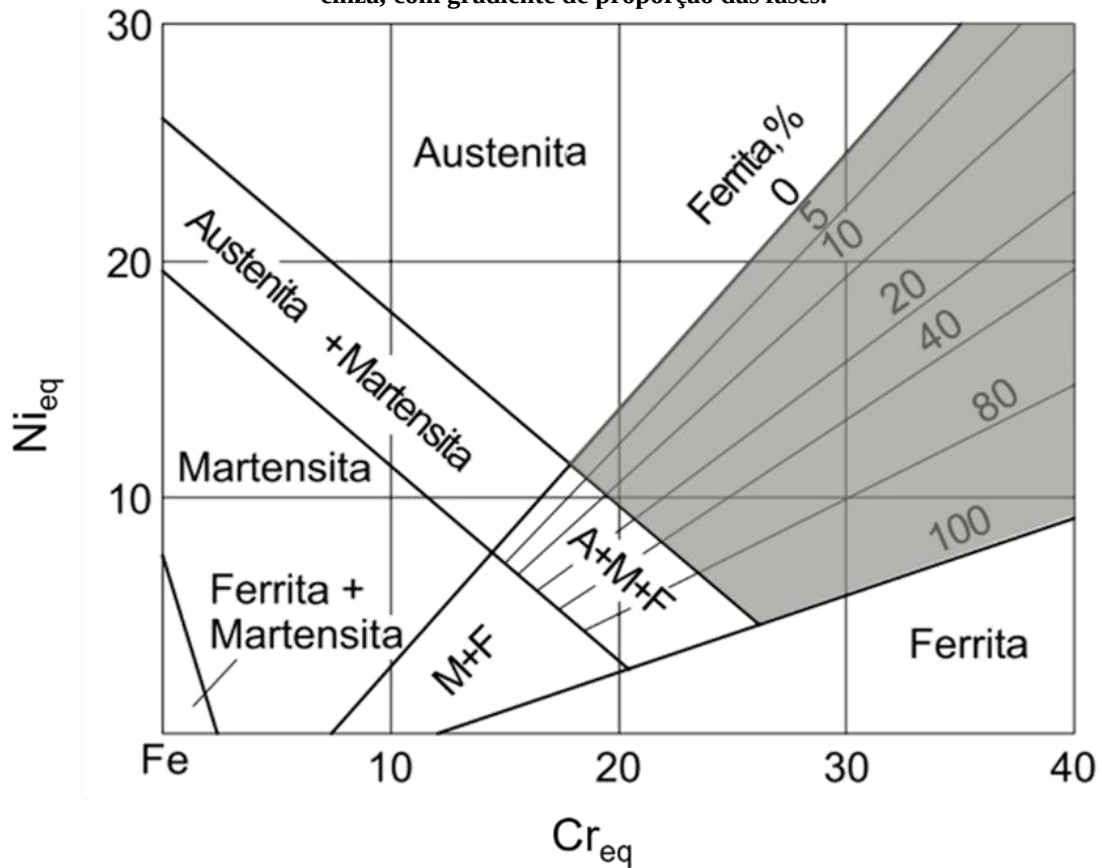


Fonte: (OLIVEIRA, Ida Paula Gusmão de; LUZ, 2013)

De forma empírica, foram calculados valores para a influência dos elementos ferritizantes e austenitizantes na microestrutura, denominados de cromo equivalente (Cr_{Eq}) e níquel equivalente (Ni_{Eq}), respectivamente. (INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION, 2012) Esses valores determinam, principalmente, a capacidade do aço em desenvolver as fases ferrita e austenita na microestrutura, podendo ser identificada por meio

do diagrama de Schaeffler (Figura 3). (SCHAEFFLER, 1948) Embora este diagrama tenha por objetivo a identificação da microestrutura resultante em processos de soldagem, seu exame é útil para pressupor as fases que possam estar presentes no aço inoxidável com base em sua composição química. (GUIRALDENQ; HARDOUIN DUPARC, 2017) As equações 2 e 3 apresentam os cálculos para a determinação de Cr_{Eq} e Ni_{Eq} , segundo a INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION (2012).

Figura 3: Diagrama de Schaeffler, com destaque para a região de microestrutura ferrítica-austenítica em cinza, com gradiente de proporção das fases.



Fonte: (RAGHAVAN, 2009)

$$Cr_{Eq} = \%Cr + 1,73\%Si + 0,88\%Mo$$

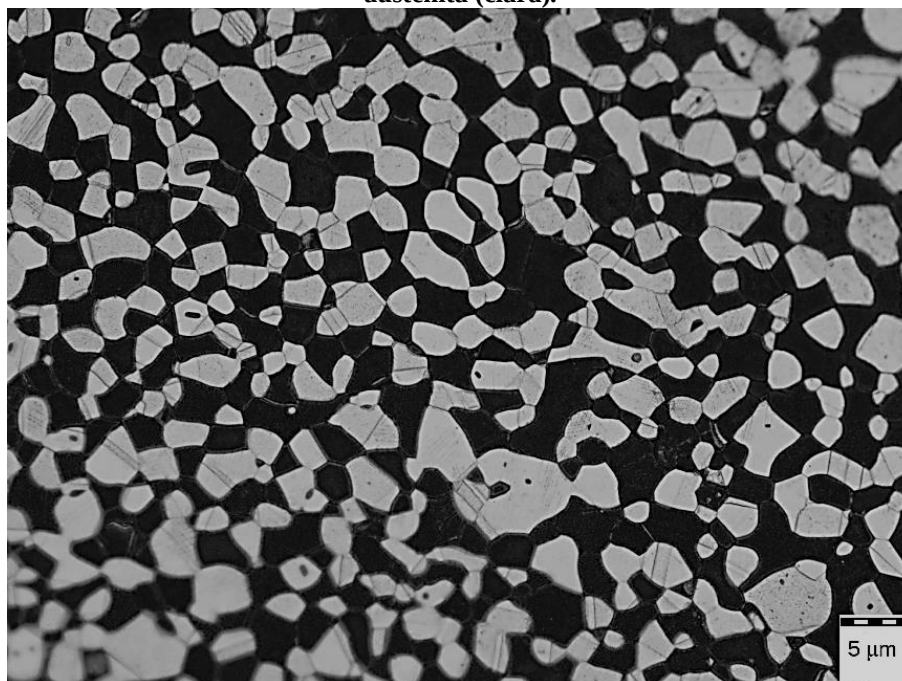
2

$$Ni_{Eq} = \%Ni + 24,55\%C + 21,75\%N + 0,4\%Cu$$

3

A Figura 4 apresenta uma microestrutura típica de um aço inoxidável duplex. A fração volumétrica das fases δ e γ definida para esse tipo de aço inoxidável varia entre 40 e 60 %. (ALVAREZ-ARMAS; DEGALLAIX-MOREUIL, 2009; NILSSON, J.-O., 1992).

Figura 4: Micrografia de um aço inoxidável duplex UNS S31803, indicando as fases ferrita (escura) e austenita (clara).



Fonte: (BAÍA *et al.*, 2018)

A resistência à corrosão por pites e por frestas, à corrosão intergranular e à corrosão sob tensão são os principais diferenciais do aço inoxidável duplex. Além disso, as propriedades mecânicas incluem elevados limites de resistência e limite de escoamento e considerável tenacidade. A combinação entre resistência mecânica e corrosão os tornam apropriados para diversas aplicações, como observado no Quadro 2. (FARGAS; ANGLADA; MATEO, 2009)

Quadro 2: Algumas aplicações dos Aços Inoxidáveis Duplex

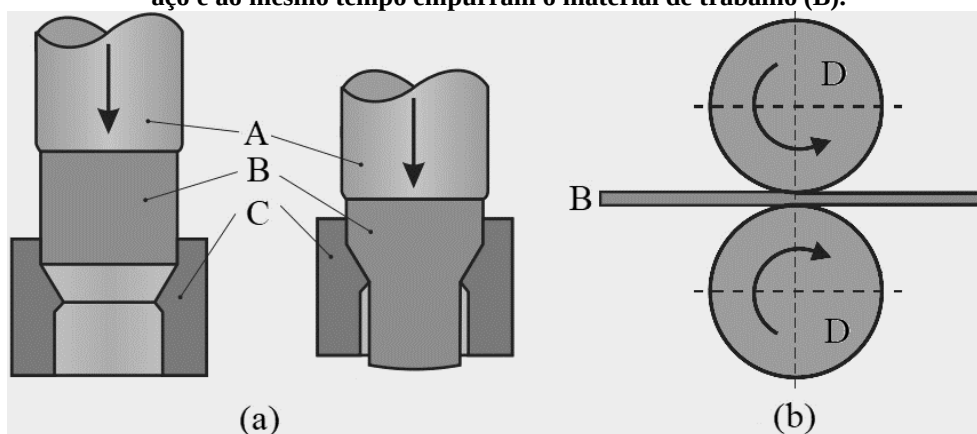
Setor	Aplicação	Variantes
Óleo e Gás	Tubulação e Umbilicais	Duplex, Super-Duplex
	Paredes de Velas de Ignição	Lean-Duplex
Papel e Celulose	Digestores; Evaporadores	Lean-Duplex, Duplex
	Branqueadores; Rolos de Sucção	Duplex
Dessalinização	Câmara de Filtragem	Lean-Duplex, Duplex
	Sistema de Ventilação	Duplex, Super-Duplex
	Bombas de Alta Pressão	Duplex

Fonte: (ALVAREZ-ARMAS; DEGALLAIX-MOREUIL, 2009)

O processamento dos aços inoxidáveis duplex varia de acordo com sua finalidade. O aço pode ser submetido somente ao processo de fundição ou sofrer outros processos termomecânicos após o refino como laminação, extrusão, trefilação e forjamento. Procedimentos posteriores como usinagem e soldagem podem ser impostos a esses aços seguindo as orientações adequadas. Normalmente, para aplicações estruturais, esses aços são conformados a quente por laminação ou extrusão, como apresentado na Figura 5, e finalizado a frio, concluindo o processo com tratamento térmico de normalização. (GUNN, 1997; INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION, 2012)

O processo de conformação a quente alonga os grãos de ferrita e austenita, resultando em uma microestrutura com longas trilhas de ferrita e austenita no plano de laminação quando o processo é finalizado. (ALVAREZ-ARMAS; DEGALLAIX-MOREUIL, 2009)

Figura 5: Processos termomecânicos de Extrusão (a) e Laminação (b). Na extrusão, a punção (A) empurra o material de trabalho (B) sobre a abertura do molde (C). Na Laminação, os cilindros (D) conformam o aço e ao mesmo tempo empurram o material de trabalho (B).



Fonte: (SCHULER GMBH, 1998)

Por outro lado, a combinação de elementos como Cr, Mo e W promovem no material a formação de fases intermetálicas que o influencia, tanto nas propriedades mecânicas quanto na resistência à corrosão. (MAGNABOSCO, 2009; MOURA *et al.*, 2008) Os tipos de precipitados que se formam são subdivididos pelas faixas de temperatura nas quais se desenvolvem, denominados de precipitados em alta temperatura (600 a 1000 °C) e baixa temperatura (450 a 550 °C). As fases ‘sigma’ (σ), ‘chi’ (χ) e os nitretos de cromo são os precipitados mais comuns, podendo haver também outros tipos de precipitados dependendo da composição química do aço. (CHARLES, 2008) Foi apresentado por meio do Quadro 3 os precipitados mais recorrentes nesses aços.

Os nitretos de cromo precipitam-se em temperaturas elevadas e ocorrem com mais frequência em altas taxas de resfriamento devido a saturação de nitrogênio (N) na matriz,

formando-se nos contornos dos grãos de δ e γ . Dois tipos de nitretos podem formar-se: o CrN, de estrutura cúbica, e o Cr_2N , de estrutura hexagonal. (NILSSON, J.-O., 1992)

A fase χ precipita-se e pequenas proporções quando o aço é exposto a uma faixa de temperatura de 700 a 900°C. Rico em molibdênio (Mo), pressupõe-se que causa ao material a mesma influência que a fase σ . Ambas as fases se formam em conjunto, todavia, a fase χ geralmente é tida como precursora da fase σ por ser um catalisador para a sua nucleação, e normalmente é absorvida pela mesma durante o crescimento. (ESCRIBA *et al.*, 2009)

A austenita secundária (γ_2), precipita-se normalmente como um subproduto da formação de uma outra fase, podendo surgir por meio de três processos distintos: em conjunto com a martensita induzida mecanicamente; por precipitação de Windmanstätten quando o material é exposto a temperaturas intermediárias; e por reação eutetoide juntamente com a fase σ , sendo este último o fenômeno mais comum. (NILSSON, J.-O., 1992)

A fase σ é a principal fase intermetálica a precipitar nos aços inoxidáveis duplex. Sua formação ocorre na faixa de 600 a 1000 °C e sua composição varia dependendo da presença de certos elementos de liga. Sua morfologia varia em função da temperatura de exposição, que pode variar entre estruturas na forma de lamelas (em companhia de γ_2) ou em corais em menores temperaturas a grãos mais grosseiros e compactos em maiores temperaturas. Rica em Cr, esta fase é não-magnética, altamente compacta e frágil. (HALL; ALGIE, 1966)

Quadro 3: Informações gerais sobre os precipitados de alta temperatura mais comuns nos aços inoxidáveis duplex.

Precipitados	Fase σ	Fase χ	Fase γ_2	Nitretos de Cromo
Fórmula	$\text{Fe}_x\text{Cr}_y\text{Mo}_z$	$\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$	$\text{Fe}_{\gamma'}$	Cr_2N ; CrN
Temperatura	600 – 1000°C	700 – 850°C	650 – 900°C	700 – 1000°C
Estrutura	Tetragonal ($\text{P4}_2\text{mm}$)	CCC ($\text{I}\bar{4}3\text{m}$)	CFC	Hexagonal, Cúbica

Fonte: (GUNN, 1997)

4.2 Transformações de Fase

Nas transformações de fases uma matriz composta por uma fase inicial fora do estado de equilíbrio é, por meio de algum impulso energético, transformada totalmente ou parcialmente numa nova fase com composição e/ou estrutura diferentes numa condição energeticamente mais estável que a anterior. As transformações de fases são comumente

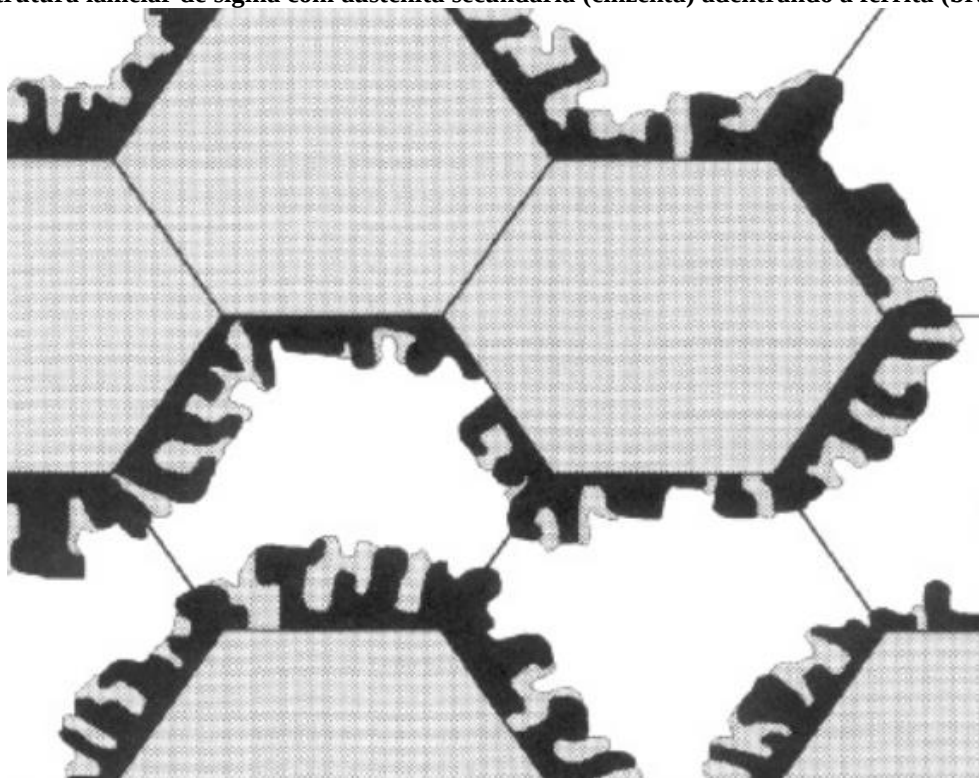
classificadas pelos seus mecanismos de transformação, sendo a mais comum a nucleação e crescimento, subdivididos em dois processos homônimos. (CHRISTIAN, 2002)

4.2.1 Nucleação e Crescimento

Existem dois tipos de nucleação: homogênea e heterogênea. Na nucleação homogênea os núcleos formam-se aleatoriamente sobre a matriz enquanto na nucleação heterogênea os núcleos tendem a formar-se em regiões de maior densidade energética que favorecem a sua precipitação, como em defeitos cristalinos. (CANTOR, 1997; LANGE; ENOMOTO; AARONSON, 1989)

Na precipitação das fases σ e χ e de nitretos de cromo, esse fenômeno ocorre preferencialmente nas regiões de alta energia relacionadas com a fase δ , apontando a heterogeneidade na nucleação desses precipitados. Estudos apontam que essa preferência se deve a maiores concentrações de Cr e Mo nessa fase em relação a fase γ . As interfaces de δ e seus contornos de subgrão e/ou heterogeneidades de composição são as principais regiões de nucleação dessas fases, um exemplo da nucleação e crescimento da fase σ está ilustrada na Figura 6. (DOS SANTOS; MAGNABOSCO, 2016; FONSECA, Gláucio Soares *et al.*, 2017; MAGNABOSCO, 2009)

Figura 6: Esquematisação da precipitação da fase sigma (escura) nos contornos de grão δ - γ evidenciando a estrutura lamelar de sigma com austenita secundária (cinzenta) adentrando a ferrita (branca).



Fonte: (PIMENTA; REICK; PADILHA, 2000)

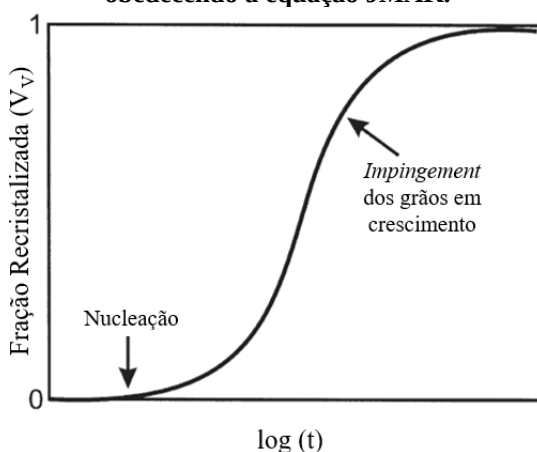
Após a formação do núcleo energeticamente estável, passa a ocorrer o crescimento por meio da migração de sua interface em direção a matriz. Este efeito está relacionado a uma força motriz, intrinsecamente controlada pela difusão atômica, que impulsiona o movimento da interface. Certas transformações de fase ocorrem devido à concentração de determinado soluto na matriz, formando uma nova fase rica nesse composto, como ocorre no crescimento de precipitados e, também na formação de estruturas lamelares por meio de reações eutetoides, formando na microestrutura uma fase rica em um composto ou elemento de liga e outra de baixa concentração do mesmo. (CHRISTIAN, 2002; LIFSHITZ; SLYOZOV, 1961)

No caso da fase σ , após ocorrer uma saturação de núcleos nos contornos de grão, essa passa a crescer através de reação eutetoide, estendendo-se na forma de placas ou lamelas para o interior de δ por meio da difusão de Cr e Mo, empobrecendo a fase que está sendo consumida. A diminuição desses elementos em comparação aos elementos austenitizantes como Ni faz com que a fase δ remanescente entre em colapso, transformando-se em γ_2 . Durante o crescimento da fase σ , a fase χ também aparenta ser consumida no processo. (DOS SANTOS; MAGNABOSCO, 2016)

4.2.2 Cinética Formal

No campo das transformações de fase no estado sólido, estudos reportaram o comportamento de nucleação e crescimento de uma fase como curva sigmoideal em função do tempo de transformação, como ilustrado na Figura 7. (WEINBERG; BIRNIE; SHNEIDMAN, 1997) A teoria, desenvolvida pelos estudos de AVRAMI (1939, 1940, 1941), JOHNSON e MEHL (1939) e KOLMOGOROV (1937) e descrito na equação 4, é denominado de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, ou na forma abreviada de JMAK.

Figura 7: Curva esquemática ilustrando o comportamento do crescimento de uma fase transformada obedecendo a equação JMAK.



Fonte: Adaptado de (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)

$$V_V(t) = 1 - e^{-kt^n} \quad 4$$

O coeficiente k e o expoente n parâmetros intimamente ligados aos fenômenos de nucleação e crescimento da nova fase e, conseqüentemente, os fatores que os influenciam.

É possível determinar esses parâmetros analiticamente em condições particulares envolvendo as taxas de nucleação ($\dot{N}$) e crescimento (G) e a quantidade inicial de núcleos (N_0) da matriz, (KOLMOGOROV, 1937; JOHNSON; MEHL, 1939) sendo as mais conhecidas:

- Saturação de sítios com taxa de crescimento constante:
 $N_g = N_0$; $\dot{N} = 0$; $G \equiv \text{constante}$, (equação 5).
- Taxa de nucleação e taxa de crescimento constante:
 $\dot{N} \equiv \text{constante}$; $G \equiv \text{constante}$, ilustrado na (equação 6).

$$V_V = 1 - e^{-\frac{4\pi}{3}N_0G^3t^3} \quad 5$$

$$V_V = 1 - e^{-\frac{\pi}{3}\dot{N}G^3t^4} \quad 6$$

A condição experimental mais utilizada para determinar os parâmetros da equação JMAK é realizando uma regressão linear na equação 4 linearizada. Além disso, também é possível por meio das equações citadas perceber uma relação entre a taxa de nucleação e o controle de difusão predominante com parâmetro n da equação JMAK. O Quadro 4 apresenta essa relação com base em transformações de fase com precipitação descontínua e reações eutetoides. (CHRISTIAN, 2002)

Quadro 4: Valores do parâmetro n da equação JMAK em transformações de fase com precipitação descontínua e reações eutetoide e com crescimento controlado por difusão.

Condição de Crescimento	Precipitação Descontínua & Reação Eutetoide	Controlado por Difusão
Taxa de nucleação crescente	$n > 4$	$n > 2,5$
Taxa de nucleação constante	$n = 4$	$n = 2,5$
Taxa de nucleação decrescente	$3 < n < 4$	$1,5 < n < 2,5$
Saturação de Sítios	$n = 3$	$n = 1,5$

Fonte: (CHRISTIAN, 2002)

4.2.3 Estereologia

Em Ciência dos Materiais, o ramo da Estereologia é de fundamental importância para o estudo e compreensão de uma microestrutura. WEIBEL e ELIAS (1967) a definem como um método matemático de análise de imagens que estuda as características de um corpo com parâmetros tridimensionais numa seção bidimensional.

A estereologia é usada extensivamente na determinação da nucleação e crescimento de uma fase. Com o auxílio desse método é possível obter diversas informações a respeito do volume, superfície e morfologia dos grãos presentes na microestrutura e também a proporção das fases presentes. Dentre esses aspectos, destacam-se a fração volumétrica (V_V), área superficial por unidade de volume (S_V), intercepto linear médio ($\bar{\lambda}$) ou tamanho de grão (TG) e contiguidade (Ct); todos calculados pelas equações 7, 8, 9 e 10, respectivamente. (RUSS; DEHOFF, 2013)

$$(V_V)_i = (A_A)_i = (P_P)_i = \frac{P_i}{P_T} \quad 7$$

$$(S_V)_{ij} = \frac{\pi}{4} (L_A)_{ij} = 2P_L \quad 8$$

$$(TG)_i = (\bar{\lambda})_i = L \frac{(V_V)_i}{(N_L)_i} = \frac{(N_A)_i}{A_T} (V_V)_i \quad 9$$

$$(Ct)_i = \frac{2(S_V)_{ii}}{2(S_V)_{ii} + \sum_{j=1}^n (S_V)_{ij}} \quad 10$$

A taxa de nucleação da nova fase pode ser facilmente detectada na microestrutura por meio da contagem de núcleos na microestrutura em função do tempo da transformação (equação 11). (RIOS; PADILHA, 2007) Já a taxa de crescimento necessita de métodos mais sofisticados, como o sugerido por CAHN e HAGEL (1963), que determina o cálculo da velocidade de crescimento de uma fase em função de sua interface (S_V) e da derivada da fração volumétrica transformada em relação ao tempo de transformação, observado na equação 12. Estes métodos possibilitam determinar experimentalmente e de forma confiável a taxa de crescimento da fase transformada.

$$\dot{N} = \frac{dN}{dt} \quad 11$$

$$G_{CH_i} = \frac{1}{S_{V_i}} \left(\frac{dV_{V_i}}{dt} \right) \quad 12$$

Também pode-se confirmar o tipo da microestrutura de um material através de parâmetros estereológicos como os parâmetros duplex (Δ) e de dispersão (θ), apontados nas equações 13 e 14. (BROCK *et al.*, 1976)

$$\Delta = \frac{(S_V)_{ii}}{(S_V)_{jj}} \quad 13$$

$$\theta = \frac{(S_V)_{ij}}{(S_V)_{ii}} \quad 14$$

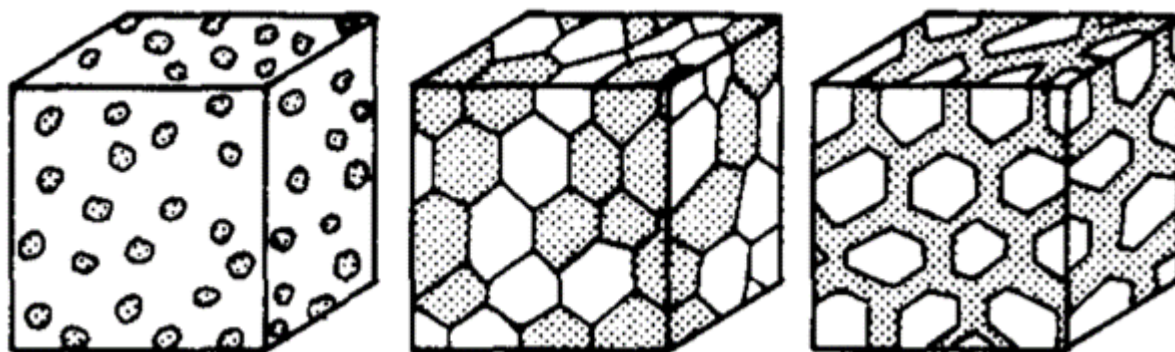
Certos critérios foram estabelecidos para a classificação de uma microestrutura baseados nesses parâmetros estereológicos. O Quadro 5 descreve os valores dos parâmetros para alguns tipos de microestruturas duplex, esqueleto e de dispersão e a Figura 8 apresenta graficamente essas microestruturas.

Quadro 5: Valores dos parâmetros estereológicos para os tipos de microestrutura ideal apresentadas.

Parâmetros Estereológicos	Dispersão	Duplex	Esqueleto
Fração Volumétrica das fases	$0 < (V_V)_j < 1$	$(V_V)_i = (V_V)_j = 0,5$	$0 < (V_V)_j < 1$
Parâmetro Duplex	$\Delta = 0$	$\Delta = 1$	$\Delta \cong \infty$
Parâmetro de Dispersão	$\theta > 0$	$\theta = 2$	$\theta \cong \infty$
Razão das Contiguidades	$\frac{(Ct)_i}{(Ct)_j} \cong \infty$	$\frac{(Ct)_i}{(Ct)_j} = 1$	$\frac{(Ct)_i}{(Ct)_j} \cong 0$

Fonte: (GURLAND, 1958)

Figura 8: Tipos de Microestruturas. Dispersão, a esquerda, duplex, ao centro, e esqueleto, a direita.



Fonte: (HORNBOGEN, 1984)

Uma maneira de quantificar a morfologia de um grão é a aplicação do fator de forma (equação 15). Este parâmetro identifica a morfologia do grão em função de sua área e perímetro, apresentando valor que varia de 0, para morfologia em forma de agulhas ou placas, a 1, para grãos idealmente esféricos. Sabe-se que a morfologia dos grãos de fase σ afeta drasticamente o comportamento do aço. (POHL; STORZ; GLOGOWSKI, 2007)

$$f = 4\pi \frac{A}{p^2} \quad 15$$

Onde: $A \equiv$ área da seção bidimensional do grão;
 $p \equiv$ perímetro do grão.

4.3 Previsão de Propriedades Mecânicas

4.3.1 Regra das Misturas

No contexto geral, a regra das misturas define que certas propriedades de qualquer material dependem diretamente da proporção dos constituintes que o compõem. Normalmente esse conceito é usado em materiais compósitos, mas há estudos onde ele é usado com sucesso em aços e cerâmicas com mais de um microconstituente. (ALIBEYKI *et al.*, 2017; CHAWLA, 1974; GHESQUIERE; BAUWENS, 1976; LI *et al.*, 1999)

Os mais conhecidos modelos de regra das misturas são os modelos de VOIGT (1889) e REUSS (1929) que desenvolveram métodos de cálculo para previsão da elasticidade dos materiais. Ambos desenvolveram seus modelos baseando-se num material com dois componentes, um compondo a matriz e outro como precipitados em formato de fibras posicionadas numa direção preferencial. (KAFKA, 2001)

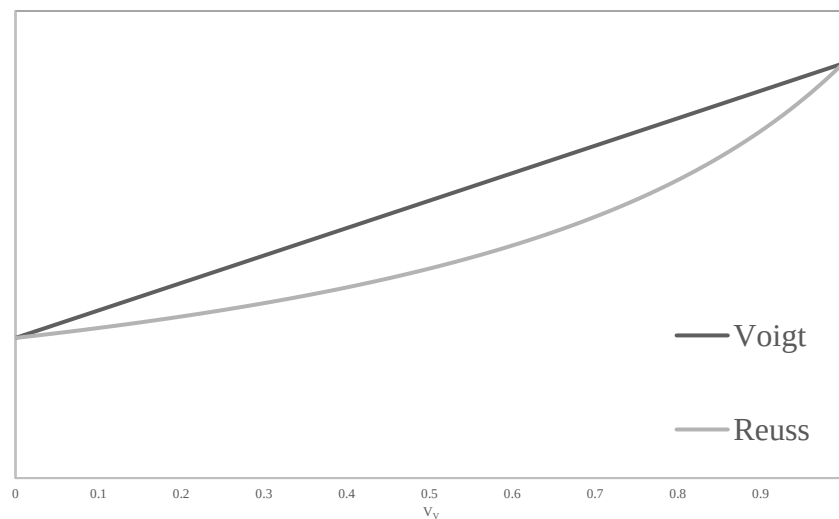
VOIGT (1889) desenvolveu um modelo onde assume que a deformação dos microconstituintes é uniforme e igual em todo o material, ou seja, $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon_T$. Logo, com a deformação constante, a força total aplicada sobre o material é distribuída aos microconstituintes em função de suas proporções, tendo o modelo final como a média ponderada das propriedades de cada microconstituente. Já REUSS (1929) assumiu que a força aplicada sobre o material é uniforme, ou seja, $F_1 = F_2 = F_T$. Dessa forma, a deformação agora é diferente para cada microconstituente e a deformação total do material é definida em função das proporções desses. O modelo de Voigt é descrito pela equação 16 e o modelo de Reuss é denotado pela equação 17, sendo c a propriedade calculada.

$$c_{TV} = \sum_{i=1}^n c_i V_{Vi} \quad 16$$

$$c_{TR} = \sum_{i=1}^n \frac{V_{Vi}}{c_i} \quad 17$$

Estes mesmos modelos podem ser usados para a previsão de propriedades elásticas como módulo de elasticidade (E), módulo de cisalhamento, módulo volumétrico, entre outros. (HULL; CLYNE, 2003) Pode-se assumir que esses modelos podem ser definidos como uma faixa de probabilidade para as condições experimentais, sendo Voigt o limite superior e Reuss o limite inferior, como observado na Figura 9. (HILL, 1952)

Figura 9: Esquematização gráfica dos modelos de Voigt e Reuss para materiais bifásicos.



Fonte: (BOUHFID *et al.*, 2019)

As propriedades relacionadas a plasticidade, como limite de resistência à tração (LR) e limite de escoamento (LE), também podem ser calculadas por meio da regra das misturas, utilizando a fração das fases e suas respectivas propriedades na forma de uma média ponderada, semelhante a equação 17. (RIOS, P.R.; GUIMARÃES; CHAWLA, 1981)

4.3.2 Relação entre Dureza e Outras Propriedades Mecânicas

Diversos trabalhos buscaram encontrar relações entre as propriedades dos materiais, inclusive as propriedades relacionadas a resistência mecânica. Dentre estes trabalhos, destaca-se a relação entre a dureza e as propriedades de resistência mecânica obtidas em ensaios de tração uniaxial. TAYLOR (1942), por exemplo, procurou estimar o limite de resistência à tração (LR) dos metais com base nas medições de dureza com penetradores piramidais e esféricos. Observou-se que ambas as unidades de dureza apresentam um comportamento linear em função do limite de resistência à tração. Outros trabalhos também constataram este mesmo comportamento tanto no limite de resistência à tração (LR) quanto no limite de escoamento (LE). (KEIST; PALMER, 2017; PAVLINA; VAN TYNE, 2008; TIAN *et al.*, 2021)

Contudo, CAHOON; BROUGHTON e KUTZAK (1971) formularam uma equação que define o limite de escoamento à tração do metal em função da dureza Vickers (equação 19) e, posteriormente, CAHOON (1972) formulou outra equação para determinação do limite de resistência (equação 20). Ambas possuem como base o comportamento plástico dos metais durante a deformação uniaxial, assumindo que a deformação do material seja definida pela equação de Hollomon. (HOLLOMON, 1945; TABOR, 1951a, b).

$$LR = \frac{9,807}{2,9} HV \left(\frac{n_{\varepsilon}}{0,217} \right)^{n_{\varepsilon}} \quad 18$$

$$LE_{0.2\%} = \frac{9.807}{3} HV(0,1)^{m_{\varepsilon}-2} \quad 19$$

Onde: $n_{\varepsilon} \equiv$ Expoente de Encruamento

$m_{\varepsilon} \equiv$ Coeficiente de Encruamento de Meyer, $m_{\varepsilon} = n_{\varepsilon} + 2$

4.4 Modelamento Computacional

Segundo KELTON; SADOWSKI e ZUPICK (2015), o modelamento computacional visa usar métodos matemáticos e lógicos para imitar um fenômeno contemplado na realidade por meio de computação com um *software* adequado. Essa ferramenta tornou-se essencial em diversos campos da sociedade, incluindo nas áreas científicas e de engenharia, que tem sido usada amplamente para simular e prever diversos comportamentos físicos e químicos. Na Ciência e Engenharia dos Materiais, diversos estudos são apresentados simulando processos, propriedades e fenômenos dessa área. (ALVES; ASSIS; RIOS, 2017; FONSECA, Guilherme Dias da *et al.*, 2019; NURCHESHMEH; GREEN, 2011; RIOS, Paulo R.; VILLA, 2011; VENTURA *et al.*, 2020)

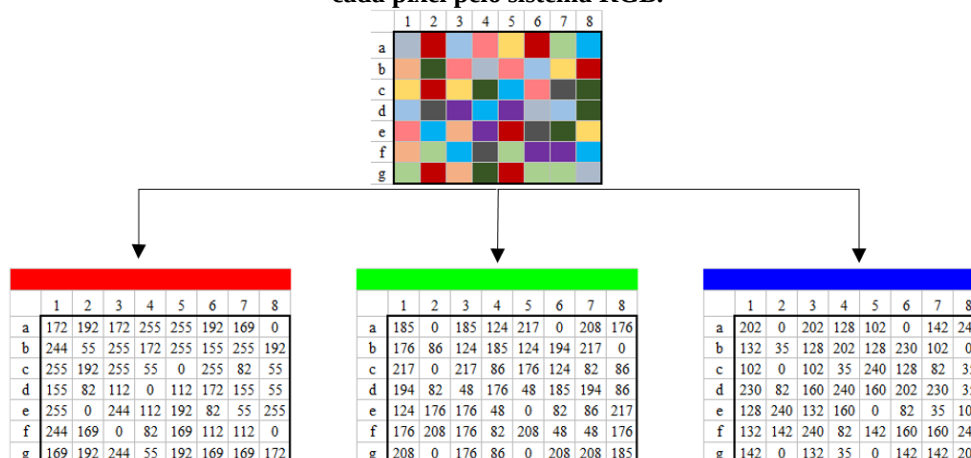
Para validação de um modelo computacional, é necessário combiná-lo com procedimentos experimentais e/ou analíticos. Como o trabalho de OLIVEIRA *et al.* (2013) que combinou os experimentos de MAGNUSSON; JUUL JENSEN e HUTCHINSSON (2001) para validação de seu modelo. No desenvolvimento do programa são usados cálculos matemáticos como métodos numéricos e estatística, além de procedimentos lógicos que aprimoram a simulação. (KELTON; SADOWSKI; ZUPICK, 2015)

4.4.1 Visão Computacional

A visão computacional pode ser entendida como um modelo para identificação de objetos, formas ou qualquer geometria real por meio de uma máquina. O objetivo da visão computacional é fazer com que um *software* consiga identificar, por meios qualitativos e quantitativos, algum objeto através de um receptor visual. Essa ferramenta é útil para diversas finalidades, desde monitoramento de segurança a exames médicos de imagem. (ACHARYA; RAY, 2005)

Diferente do olho humano, o computador interpreta uma imagem de maneira menos sofisticada. Quando uma imagem ou vídeo é transmitido a um programa, este interpreta-os como um conjunto de números distribuídos num grupo de matrizes, o valor numérico em cada posição representa um aspecto de cor. Esse valor pode ser inteiro ou real e está associado a cada pixel da imagem, como exemplificado na Figura 10.

Figura 10: Exemplo esquemático de uma visão computacional. Nesse caso, o programa difere as cores de cada pixel pelo sistema RGB.



Fonte: (BRADSKI; KAEHLER, 2011)

O programa pode ser apto a trabalhar com diversas escalas de coloração, deste RGB (como na Figura 10) ou HSV a outras escalas mais complexas, como o CMYK. No caso do espaço RGB, por exemplo, cada matriz representa a tonalidade das cores vermelha (R), verde (G) e azul (B) de cada pixel, variando de 0 (cor nula, ou “preta”) a 255 (tonalidade máxima, ou “branca”). (BRADSKI; KAEHLER, 2011)

Recentemente, essa ferramenta vem sendo usada para técnicas de caracterização microestrutural. CONCEIÇÃO DOS SANTOS *et al.* (2021), por exemplo, utilizaram técnicas de visão e simulação computacional para a evolução da fase σ em uma microestrutura ferrítico-austenítica, além da previsão do limite de resistência no material em função da evolução dessa fase. Já RUSANOVSKY; BEERI *et al.* OREN (2022) desenvolveram um código envolvendo visão computacional e inteligência artificial para análises de metalografia quantitativa como tamanho de grão, inclusões e detecção de falhas.

4.4.1.1 Segmentação de Imagens

No processamento de imagens por meio de procedimentos computacionais existe uma forma de identificação de objetos ou regiões associadas dentro de uma imagem, denominado segmentação. Os métodos correlacionados a esse procedimento envolvem a detecção de regiões por duas propriedades distintas: Descontinuidade, que consiste na distinção de regiões de uma imagem por meio de mudanças abruptas de intensidade, como no caso de bordas ou arestas; e Similaridade, que se caracteriza por distinguir os objetos por meio da homogeneidade da intensidade mediante critérios pré-definidos. (GONZALEZ; WOODS, 2018; SONKA; HLAVAC; BOYLE, 2015)

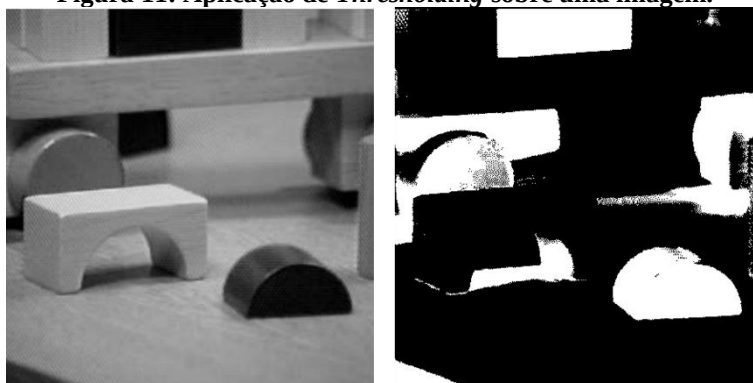
Um princípio fundamental para segmentação de imagens é a separação da imagem X em pequenos grupos X_i . Esses grupos devem possuir critérios pré-definidos e não deve haver interseção entre eles ($X_i \cap X_j = \emptyset$). Um objeto ou região pode ser identificada por intermédio da união de uma ou mais regiões segmentadas, como mostrado na equação 20.

$$X_S = \bigcup_{i=1}^n X_i \quad 20$$

Uma maneira simples e geralmente eficiente de subdividir a imagem em pequenos segmentos seria empregar um método de similaridade. Nele, usa-se um histograma de coloração, cada segmentação é a união de pixels com a mesma intensidade de cor. Esse método, denominado *Thresholding* ou limiarização, promove uma binarização da imagem por meio de critérios estabelecidos pelo observador. Normalmente, a constante de critério (C_L) pode depender exclusivamente do usuário ou ser determinada por métodos numéricos iterativos. No último caso, o método é denominado de *Global Thresholding*, ou Limiarização Global. (SONKA; HLAVAC; BOYLE, 2015)

Um exemplo de aplicação desse método utilizando a equação 20 está demonstrado na Figura 11.

Figura 11: Aplicação de *Thresholding* sobre uma imagem.

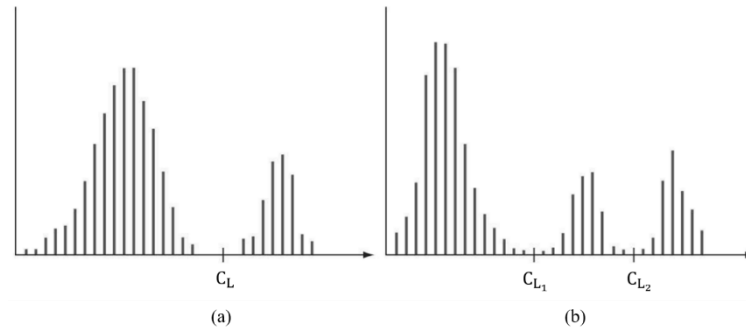


Fonte: (SHAPIRO; STOCKMAN, 2001)

Para que esse procedimento seja eficiente, deve-se haver uma boa partição no histograma da imagem estudada (como mostrado na Figura 12). Também é possível realizar um pré-processamento de imagens, como ajustes de nitidez e contraste, para melhor evidênciação dessa partição. Além disso, a limiarização não se limita a apenas duas partições, podendo dividir a imagem em três ou mais regiões, dependendo da situação do histograma.

Um modelo de limiarização para duas e três regiões é mostrado nas equações 21 e 22, respectivamente. (GONZALEZ; WOODS, 2018)

Figura 12: Representação de histogramas com repartições bem definidas para (a) duas regiões de (b) três regiões



Fonte: Adaptado de (GONZALEZ; WOODS, 2018)

$$g(x,y) = \begin{cases} 255 & \text{se } f(x,y) > C_L \\ 0 & \text{se } f(x,y) \leq C_L \end{cases} \quad 21$$

$$g(x,y) = \begin{cases} a & \text{se } f(x,y) > C_{L2} \\ b & \text{se } C_{L1} < f(x,y) \leq C_{L2} \\ c & \text{se } f(x,y) \leq C_{L1} \end{cases} \quad 22$$

A segmentação e processamento de imagens são extremamente úteis para diversas áreas, sendo usados para a obtenção de dados quantitativos em pesquisas médicas e biológicas, e pode ser usado na Ciência e Engenharia de Materiais para detecção e diferenciação de microconstituintes. (ACHARYA; RAY, 2005; SHAPIRO; STOCKMAN, 2001)

5 MATERIAIS E METODOLOGIA

5.1 Material

O material selecionado para as análises experimentais foi o aço inoxidável super-duplex UNS S32550 fornecido pela Villares Metals S.A em forma de barras cilíndricas com 25,4 mm de diâmetro e trabalhado por extrusão a quente seguido de normalização a 1080°C por 3 horas (condição como recebida). Sua composição química está indicada no Quadro 6.

Quadro 6: Composição química do aço inoxidável super-duplex UNS S32550.

Elemento	Composição (%)
Cr	24,92
Ni	6,41
Mo	3,67
Mn	1,06
Cu	2,16
N	0,213
C	0,024
Fe	<i>bal.</i>

Fonte: Villares Metals S. A.

Os valores de PREN e os valores de Cr_{Eq} e Ni_{Eq} foram calculados com auxílio das equações 1, 2 e 3.

5.2 Metodologia

5.2.1 Procedimentos Experimentais

5.2.1.1 ThermoCalc

O *software* ThermoCalc®, com banco de dados para aços e ligas ferrosas (TCFE9), foi utilizado a fim de:

- Obter o diagrama de fases estáveis em função da temperatura;
- Determinar a composição química das fases δ , γ , e σ ;

- Estabelecer a temperatura do tratamento térmico de envelhecimento para garantir a formação da fase σ .

5.2.1.2 Tratamento Térmico

Para a análise da evolução microestrutural da fase σ e das propriedades mecânicas do aço inoxidável super-duplex UNS S32550, foi realizado o tratamento térmico de envelhecimento a 750 °C com intervalo de tempo de 15, 30, 40, 50, 60, 120, 240, 360, 720 e 1440 min para as amostras de caracterização microestrutural e dureza, sendo imediatamente resfriadas em água a temperatura ambiente.

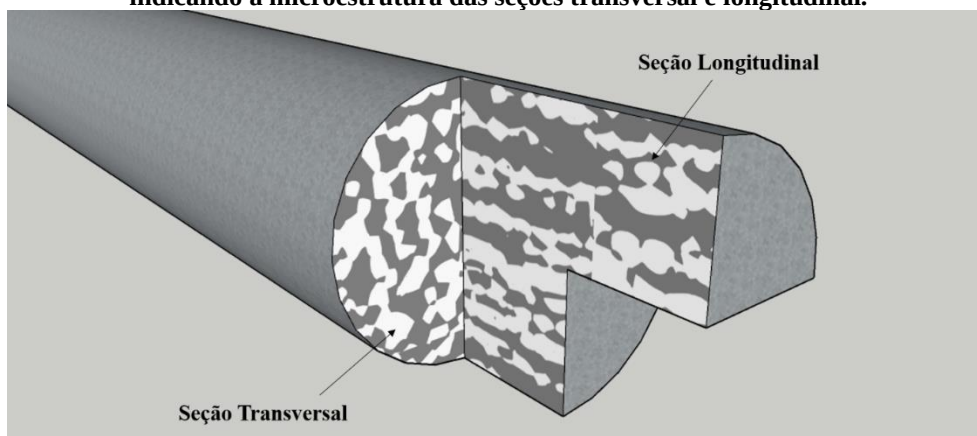
Além dessas amostras, também foram tratados corpos-de-prova (CP's) para ensaios de tração, os intervalos escolhidos foram de 15, 30, 50, 60, 120, e 360 min. Antes da confecção dos CP's, foi realizado tratamento térmico de normalização a 1080 °C para melhorar a usinabilidade do aço e, após a usinagem, foi realizado o tratamento térmico de envelhecimento. Os CP's foram resfriados ao ar forçado para diminuir a formação de trincas durante o resfriamento. Ademais, é importante ressaltar que foi considerado um tempo de encharque de 15 minutos.

Os tratamentos térmicos foram realizados no Laboratório de Tratamento Térmico (LTT), localizado na EEIMVR. Foi utilizado um forno mufla, com temperatura máxima de 1300 °C, modelo K 250 N2, Brasimet.

5.2.1.3 Confecção das Amostras

Para a análise metalográfica e ensaio de dureza, as amostras foram cortadas para verificação das secções transversal e longitudinal, no formato com 1/4 da barra, de acordo com a Figura 13.

Figura 13: Esquematização gráfica da barra cilíndrica do aço inoxidável super-duplex UNS S32550, indicando a microestrutura das secções transversal e longitudinal.



Fonte: Autor.

Com relação aos CP's para o ensaio de tração, as barras cilíndricas foram cortadas com aproximadamente 160 mm de comprimento e usinadas de acordo com a norma ASTM E8 (2016a). A usinagem dos CP's foi realizada na Tornearia Imperial Usinagem, em Barra Mansa.

5.2.1.4 Preparação Metalográfica

A preparação metalográfica das amostras, foi efetuado o embutimento em baquelite e , posteriormente, lixadas com lixas de carbeto de silício (SiC) seguindo a sequência de granas de P600 a P2000. O polimento inicial foi realizado com pasta de diamante de 0,25 μm durante 30 min e, na segunda etapa, com uma solução de sílica coloidal de 0,05 μm em proporção 5:1 por 20 min. O procedimento foi realizado em uma politriz automática da marca *Buehler* modelo Ecomet 250 aplicando força compressiva de 25 N. Por fim, as amostras foram limpas por meio de ultrassom com acetona em imersão por 30 min.

Para visualização da microestrutura em microscopia óptica (MO), as amostras foram submetidas ao ataque eletrolítico com um reagente variante do Murakami indicado na norma ASTM E407 (2015), ataque n° 98. O ataque eletrolítico foi realizado com a solução fresca, as amostras foram posicionadas em imersão e o ataque foi efetivado por uma fonte reguladora de tensão da marca *Instrutherm*, um catodo de aço inoxidável austenítico 316 e um fio de cobre para conexão das amostras à fonte. Foi utilizado uma tensão de 5V por 3s a 10s em temperatura ambiente, diminuindo o tempo de ataque em função da fração de fase σ espera, ou seja, do tempo de tratamento térmico.

Para a análise por difração de elétrons espalhados (EBSD) foi necessária uma terceira etapa de polimento. Para isso, foi utilizada a politriz vibratória VibroMet2, da marca Buehler, com solução de sílica coloidal na proporção de 2: 1. O tempo de preparação foi de cerca de 24h a 72h.

Todo o procedimento de preparação metalográfica foi realizado nos laboratórios LCMicro e LMPA, situados na EEIMVR.

5.2.1.5 Caracterização Microestrutural

Para a caracterização microestrutural, empregaram-se as técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Na primeira, obteve-se um total de 300 micrografias por intervalo de tratamento térmico, empregando um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M. A aplicação da segunda teve como objetivo, além da melhor análise qualitativa das microestruturas, também a determinação da composição

química das fases presentes. O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico da marca Zeiss, modelo EVO MA10, equipado com um filamento de hexaboreto de lantânio (LaB_6), operando com uma aceleração de feixe de elétrons de 20 kV. Para a obtenção das micrografias foi utilizada a incidência mista de elétrons secundários (SE) e retroespalhados (BSE) para melhor diferenciação das fases e microconstituintes. Para a determinação da composição química foi usada a técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS – *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*), por meio do sistema de detecção EDAX, acoplado ao MEV, com auxílio do *software* EDAX Genesis.

5.2.1.5.1 EBSD

Para estudo da proporção das fases intermetálicas presentes no material (em especial as fases σ e χ) foi empregado a técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD – *Electron Backscatter Diffraction*) por meio do sistema EDAX, mencionado na seção 5.2.1.5. O ensaio foi realizado com passo de varredura de 0,5 μm e um aumento de 3000X em campos determinados aleatoriamente.

Os dados de mapeamento coletados pelo *software* TSL OIM Data Collection 7 foram analisados com auxílio do *software* TSL OIM Analysis 7.

5.2.1.6 Estereologia

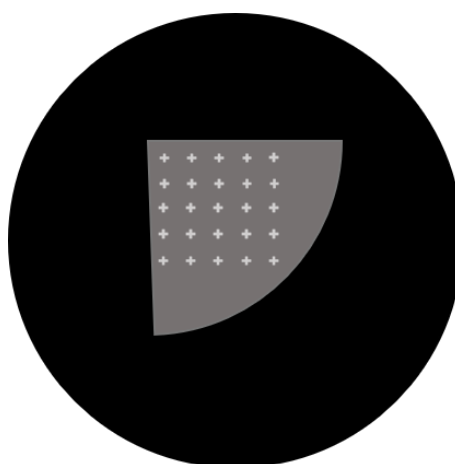
Todas as micrografias obtidas via MO foram utilizadas para o cálculo da fração volumétrica das fases presentes na microestrutura por meio da contagem de frações de área (A_A) com auxílio do *software* ImageJ, seguindo o princípio da equação 7 e da norma ASTM E1245 (2016b). Algumas micrografias armazenadas foram escolhidas para a realizar a medição dos demais parâmetros estereológicos descritos nas Equações 8 a 15, também com uso do ImageJ. Foram calculados o tamanho de grão (TG) da fase σ a partir de 40 min de tratamento térmico (momento em que se tornou possível a observação nítida de um grão) e o número de núcleos por unidade de área (N_A) em todas as amostras. Do mesmo modo, foi calculado o fator de forma da fase σ para estudar sua morfologia, o TG foi definido pelo método de Jeffries descrito na norma ASTM E112 (2013). Já os parâmetros microestruturais foram calculados para as microestruturas na condição como recebida (CR) e após 1440 min de envelhecimento para efeito de comparação. Ademais, foi calculado o TG e o fator de forma das fases δ e γ nessas mesmas condições.

5.2.1.7 Dureza

5.2.1.7.1 Ensaio de Microdureza

Para determinar a evolução da dureza em função da presença de fase σ no aço, foi realizado o ensaio de microdureza Vickers (HV). Foram obtidas 25 impressões em cada amostra da seção transversal do material, em posições padronizadas com 2 mm de espaçamento entre eles, formando uma matriz 5x5, como mostra a Figura 14. Os parâmetros de carga e tempo de amaciamento empregados no ensaio foram de 0,5 kgf e 20 s, respectivamente. O ensaio foi realizado utilizando um microdurômetro da marca Shimadzu, modelo HMV – 2, como penetrador piramidal de diamante. Todo o procedimento foi executado no LCMicro.

Figura 14: Esquematização das microimpressões nas amostras no ensaio de microdureza.



Fonte: Autor.

5.2.1.7.2 Ensaio de Ultra-microdureza

Além da microdureza, foram realizadas medições de ultra-microdureza nas condições CR, 30, 40, 50, 60, 120, 240 e 360 min para determinar a dureza e módulo de elasticidade das fases δ , γ e das fases intermetálicas. Diferente dos ensaios de dureza e microdureza convencionais, o ensaio de ultra-microdureza calcula os valores de dureza e módulo de elasticidade por meio de um modelo de ensaio desenvolvido por OLIVER e PHARR (1992). Nele, se constrói uma curva baseada no carregamento e descarregamento do penetrador, traçada a partir da carga aplicada (Q) em função da profundidade de penetração (h). (ANTUNES *et al.*, 2002) Através da seção de descarregamento da curva são obtidas as propriedades de dureza (H) e módulo de penetração (E_a), ambos em GPa, por meio das equações 23 e 24.

$$H = \frac{Q_{\text{máx}}}{A_C} \quad 23$$

$$E_a = (1 - \nu_a^2) \left[\frac{2}{\alpha} \sqrt{\frac{A_C}{\pi}} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \right]^{-1} \quad 24$$

Onde: $A_C \equiv$ Área de Seção Reta do penetrador, em μm^2 ;

$\alpha \equiv$ Inclinação da Curva de Descarregamento $\left(\frac{dP}{dh}\right)$, em $\left[\frac{\text{mN}}{\mu\text{m}}\right]$;

$\nu_a \equiv$ Coeficiente de Poisson da amostra;

$\nu_i \equiv$ Coeficiente de Poisson do penetrador;

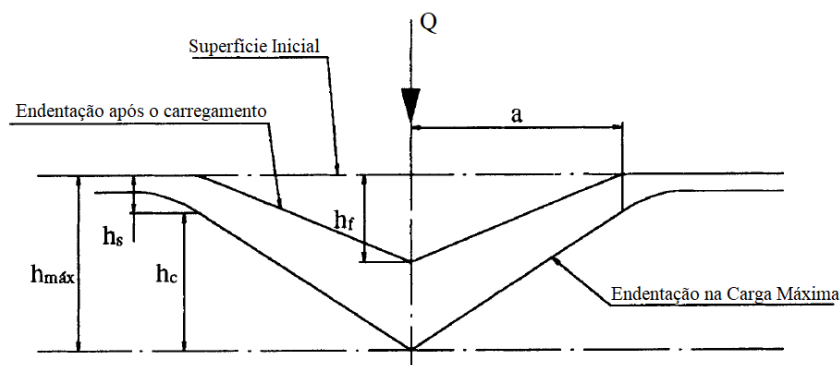
$E_i \equiv$ Módulo de Elasticidade do penetrador, em GPa.

A área A_C refere-se a área de seção reta da impressão após o ensaio, calculada pela relação $A_C = 23,96h_C^2$. A constante definida na relação é adequada ao penetrador piramidal de Berkovich e h_C é a profundidade da impressão após o descarregamento e a consequente acomodação elástica do material (Figura 15) e calculado pela equação 25. (SOUZA, 2019) Por fim, a dureza Vickers é calculada pela conversão de H .

$$h_C = h_{\text{máx}} - h_s = h_{\text{máx}} - \frac{\epsilon}{S} Q_{\text{máx}} \quad 25$$

Onde: $\epsilon \cong 0,72$ para penetradores piramidais. (OLIVER; PHARR, 1992)

Figura 15: Desenho esquemático da geometria da impressão do ensaio de ultra-microdureza.



Fonte: (ANTUNES *et al.*, 2002; SOUZA, 2019)

Os valores de E e ν do penetrador de diamante são expressos no Quadro 7 e assumiu-se o coeficiente de Poisson das fases como $\nu = 0,3$, com base no valor do material. (DAVIS; ASM INTERNATIONAL, 1994; GRAY, 1992)

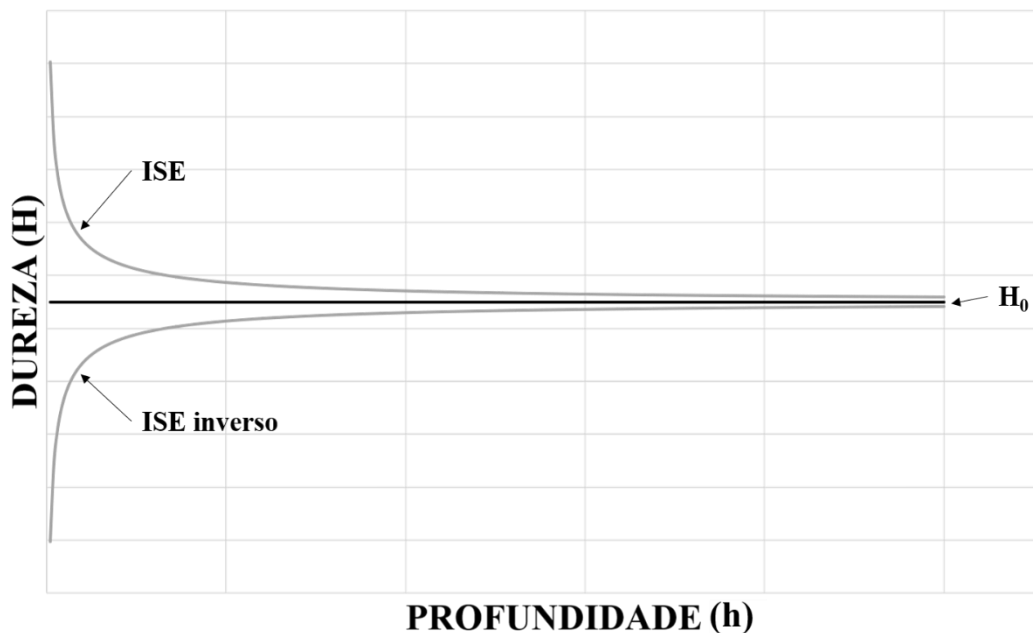
Quadro 7: Valores de módulo de elasticidade e coeficiente de Poisson do penetrador de diamante.

E_i	$(1180 \pm 6) \text{ GPa}$
ν_i	$0,148 \pm 0,006$

Fonte: (GRAY, 1992)

Alguns estudos relataram que os valores medidos de dureza podem variar em função da profundidade de impressão e, conseqüentemente, da área de contato do penetrador, ou seja, quanto menor o penetrador e sua área de contato resultante no ensaio de dureza, mais elevado será o valor da dureza aparente. Esse fenômeno é denominado de Efeito do Tamanho de Impressão, traduzido do original *Indentation Size Effect*, ou ISE. (PHARR; HERBERT; GAO, 2010) Também há relatos de ocorrer o efeito contrário em alguns materiais, onde a dureza é menor quando diminui-se a área de trabalho do ensaio. Nesse caso, o fenômeno é chamado de ISE inverso. (SANGWAL, 2000) Uma ilustração do fenômeno de ISE e ISE inverso é apresentada na Figura 16.

Figura 16: Gráfico do fenômeno de ISE e ISE inverso, sendo H_0 a dureza convencional observada em macroescala.



Fonte: (PHARR; HERBERT; GAO, 2010)

Logo, para a correção dos valores adquiridos no ensaio de ultra-microdureza, foi utilizado o modelo proposto por NIX e GAO (1998) apresentado na (equação 26). O modelo supõe que a elevação da dureza ocorre devido a presença de discordâncias geometricamente necessárias, ou GND (*Geometrically Necessary Dislocations*), que se formam para acomodar o material deslocado pelo penetrador. Os valores de H_0 e h^* podem ser obtidos experimentalmente por meio de linearização da equação e regressão linear.

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad 26$$

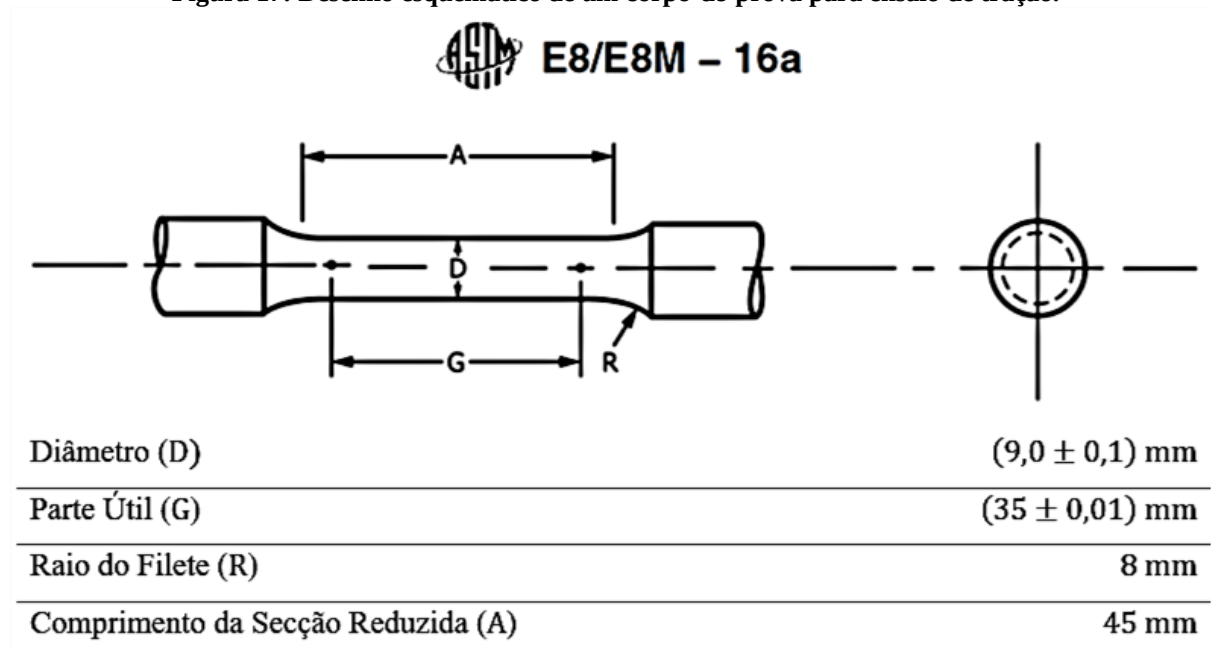
Onde: $h^* \equiv$ comprimento característico relacionado ao formato do penetrador.

O ensaio de ultra-microdureza foi realizado com auxílio de um ultra-microdurômetro da marca Shimadzu, modelo DUH – 211, instalado no LMCM, situado no ICEX – UFF.

5.2.1.8 Ensaio de Tração

Para o ensaio de tração foram confeccionados CP's com as dimensões descritas na Figura 17, respeitando a norma ASTM E8/E8M (2016).

Figura 17: Desenho esquemático de um corpo-de-prova para ensaio de tração.



Fonte: (ASTM INTERNATIONAL, 2016a)

Um CP foi submetido a cada tempo de tratamento térmico determinado, além da condição CR. O diâmetro real da parte útil e a área da seção reta transversal de cada CP e seus respectivos erros estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Diâmetro e Área da Seção Reta dos Corpos-de-Prova.

Corpo-de-Prova	Diâmetro (mm)	Área da Seção Reta (mm ²)
CR	8,95 ± 0,01	62,91 ± 0,14
15 min	9,21 ± 0,01	66,62 ± 0,14
30 min	9,15 ± 0,01	65,76 ± 0,14
50 min	9,27 ± 0,01	67,49 ± 0,15
60 min	9,10 ± 0,01	65,04 ± 0,14
120 min	9,11 ± 0,01	65,18 ± 0,14
360 min	9,07 ± 0,01	64,61 ± 0,14

Fonte: Autor.

O ensaio foi efetuado empregando uma taxa de deformação constante de $\dot{\varepsilon} = 1,20 \text{ s}^{-1}$. Após a obtenção da curva tensão-deformação, foram calculados os limites de resistência (LR), e escoamento (LE), alongamento total (Al) e redução de área (Z), sendo o LE definido pela deformação padrão de $\varepsilon = 0.2\%$. Outras propriedades como módulo de elasticidade (E), módulo de resiliência (U_R), módulo de tenacidade (U_T) e os coeficientes de resistência (K) e encruamento (n_ε) também foram definidas. Os coeficientes K e n_ε foram obtidos pela linearização da equação de Hollomon (equação 27), os valores de U_R e U_T foram obtidos pelas equações 29 e 30 e E foi calculado pela regressão da região elástica da curva, exemplificada pela equação 28.

$$\sigma = K\varepsilon_p^{n_\varepsilon} \quad 27$$

$$E = \frac{\varepsilon}{\sigma} \quad 28$$

$$U_R = \int_0^{\varepsilon_{LE}} E\varepsilon \, d\varepsilon \cong \frac{LE^2}{2E} \quad 29$$

$$U_T = U_R + \int_{\varepsilon_{LE}}^{\varepsilon_{LR}} K \varepsilon^{n_\varepsilon} d\varepsilon \quad 30$$

Onde: $\varepsilon_p \equiv$ deformação plástica; $\varepsilon_p = \varepsilon_{total} - \varepsilon_{elastica} = \varepsilon_{total} - \frac{\sigma}{E}$

Além disso, foi estudado o comportamento das propriedades obtidas pelo ensaio de tração em função da fração volumétrica das fases intermetálicas presentes. Foram comparados o comportamento linear (equação 31) e exponencial (equação 32) para determinar a conduta mais próxima de cada propriedade.

$$Y = aX + b \quad 31$$

$$Y = Y_0 e^{aX} \quad 32$$

Todo o ensaio foi realizado obedecendo a norma ASTM E8/E8M (2016). A máquina universal de ensaios mecânicos utilizada pertence a marca Instron, modelo 5585H com célula de carga de 300 kN. Um vídeoextensômetro avançado foi acoplado à máquina durante o ensaio para auxiliar a coleta de dados. O procedimento foi realizado no laboratório de ensaios mecânicos do Centro de Pesquisas da CSN, em Volta Redonda.

Após o ensaio, foi investigado o aspecto da fratura dos CP's e a microestrutura do material após a deformação por meio de MO e MEV.

5.2.2 Programação

Neste trabalho, foram desenvolvidos dois códigos distintos. O primeiro teve como objetivo calcular a fração volumétrica das fases presentes o aço inoxidável super-duplex UNS S325550 pelo método de visão computacional por meio de micrografias reais. O segundo destinou-se à previsão das propriedades mecânicas por meio de cálculos analíticos.

Os códigos foram desenvolvidos no NMM por meio da linguagem de programação Python. Utilizou-se a plataforma Anaconda que conta em sua coleção com o ambiente de desenvolvimento Spyder, que foi usado para a construção dos códigos. Além disso, bibliotecas importantes foram utilizadas para melhor organização e desenvolvimento dos dados como: Numpy, para cálculos algébricos e matriciais; Matplotlib, para criação de gráficos; Pandas, para organização de dados; Statsmodels e Scipy, para realização de cálculos numéricos; e, principalmente, OpenCV, para realização da visão computacional.

5.2.2.1 Visão Computacional

Para a realização da visão computacional foi definido o método de segmentação de imagens por similaridade, que identifica o objeto por meio de sua escala de cor e/ou saturação dentro de uma imagem. A principal ferramenta utilizada nesse método é o histograma de coloração, que identifica o padrão de cor do objeto desejado.

A escolha do critério de separação é definida pelo método de limiarização global. Primeiramente, o usuário entra com os parâmetros iniciais do cálculo que são:

- Quantidade de fases presentes;
- Identificação das fases;
- Tempo de tratamento térmico;
- Posição amostral (transversal ou longitudinal).

Além de definir a condição da amostra, os dois últimos parâmetros também definem a localização do diretório das imagens. O código desenvolvido possui a capacidade de diferenciar e contabilizar a fração volumétrica de duas a três fases, sendo a última condição possível somente para ataques coloridos.

Após a identificação, uma imagem é escolhida aleatoriamente pelo código e mostrada na tela e, em seguida, o usuário deve identificar as fases presentes. A identificação do usuário entrega a coordenada espacial e de cor da fase (em RGB) e determina a condição inicial para identificar o critério de separação das fases. Assim, as imagens são transformadas em escala de cinza através da equação 33 e em seguida é aplicado o método numérico.

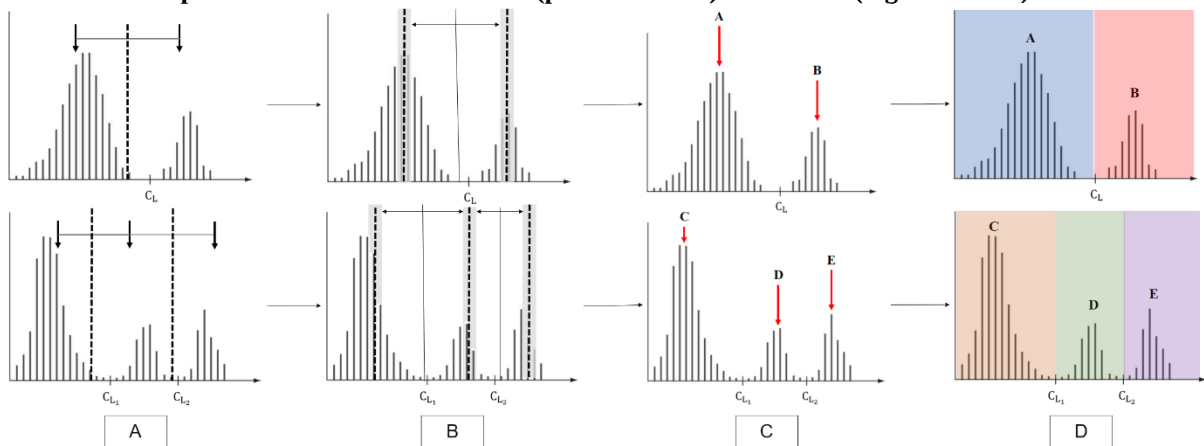
$$C_{\text{gray}} = \frac{R + G + B}{3} \quad 33$$

A coordenada de cor das fases determinada pelo usuário servirá de condição inicial para a determinação das fases. O procedimento, ilustrado na Figura 18 é feito na seguinte ordem:

- Figura 18 A: Estabelecida a condição inicial, realiza-se uma iteração para aperfeiçoar, com base estatística, a faixa de cinza de cada fase. Os pontos médios entre as coordenadas de cor são definidos e, em seguida, selecionados aleatoriamente 0,2 % de pontos na micrografia e classificados de acordo com sua posição do histograma de cor. Esses pixels serão utilizados como a quantidade amostral de cada fase.

- Figura 18 B: A média e desvio-padrão de cada grupo de pontos são calculados, estabelecendo uma condição inicial com base estatística. Consequentemente, novos pontos médios são determinados.
- Figura 18 C: Os pontos médios recém-definidos dividem o histograma em duas ou três regiões, dependendo da microestrutura. Assim, o código identifica o ponto máximo de cada uma das regiões.
- Figura 18 D: Por fim, é encontrado o ponto mínimo entre os pontos máximos encontrados. O ponto mínimo identificado é, então, determinado como o ponto de divisão das fases (C_L), separando-as com maior precisão. No caso do histograma de microestrutura trifásica, pode ocorrer de uma das fases nas extremidades do histograma não possuir um pico observável. Logo, o ponto de divisão das fases será o desvio-padrão superior encontrado na Figura 18 B.

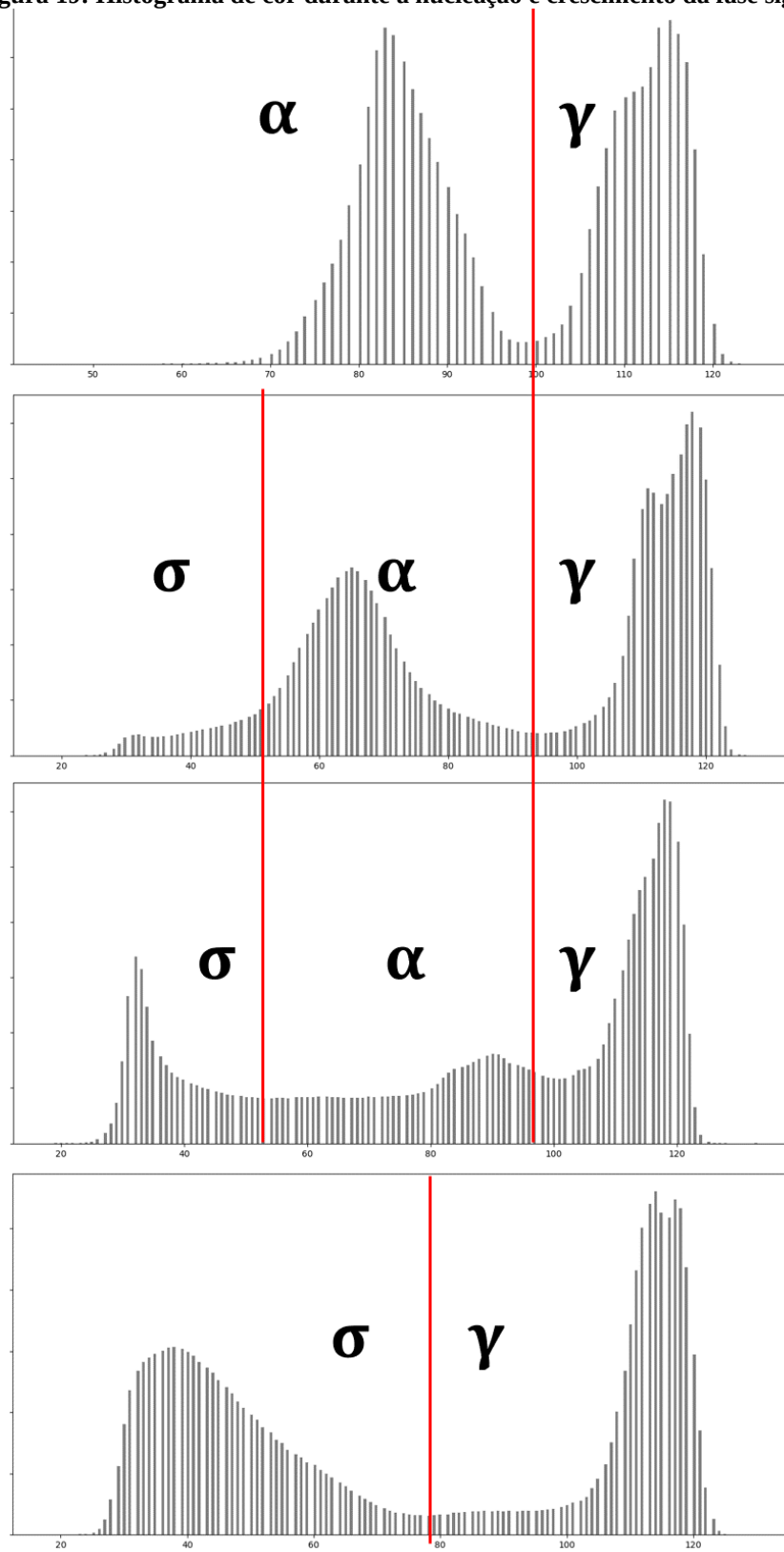
Figura 18: Ilustração esquemática do método de identificação das fases por meio de histograma de cor para microestruturas bifásicas (primeira linha) e trifásicas (segunda linha).



Fonte: Autor.

Por fim, a fração volumétrica de uma fase qualquer é computada pela razão entre a quantidade de pixels classificada de acordo com o usuário com a quantidade total de pixels na imagem. Quase a totalidade das micrografias utilizadas para os cálculos estereológicos foram utilizadas para a computação do código, excetuando aquelas cuja resolução impossibilitou o seu processamento. O fluxograma do código de visão computacional para o cálculo da fração volumétrica das fases pode ser visto no Apêndice I. Uma esquematização do histograma de cor da microestrutura do aço em estudo está na Figura 19. Ela indica o padrão do histograma em relação ao fenômeno de transformação de fase, onde a fase δ é consumida pela σ durante a sua nucleação e crescimento, mantendo a fase γ .

Figura 19: Histograma de cor durante a nucleação e crescimento da fase sigma.



Fonte: Autor.

Para determinar a quantidade de micrografias necessárias para a obtenção de resultados seguros foram realizadas simulações com quantidades amostrais diferentes de $N = 5, 10, 15, 25, 50, 75$ e 100 micrografias.

5.2.2.2 Propriedades Mecânicas

Para a previsão das propriedades mecânicas do material com base na regra das misturas foi utilizado modelos analíticos com base na observação experimental dos ensaios de dureza e tração realizados.

5.2.2.2.1 Modelos Analíticos para obtenção de LR e LE

Com o intuito de obter as propriedades de limite de resistência (LR) e limite de escoamento (LE) à tração das fases δ , γ e σ foram utilizados dois modelos de aproximação com base nos dados experimentais de ultra-microdureza.

O primeiro consiste num modelo linear (equação 31)) apresentado com eficácia em diversos trabalhos como TAYLOR (1942) e TIAN *et al.* (2021). O segundo modelo baseia-se nas aproximações sugeridas por CAHOON (1972), para limite de resistência, e CAHOON; BROUGHTON e KUTZAK (1971), para limite de escoamento, descritos nas equações 18 e 19. Por fim, os modelos foram comparados de acordo com o coeficiente de determinação (R^2) das curvas. O ajuste dos modelos foi realizado utilizando o método dos mínimos quadrados.

5.2.2.2.2 Regra das Misturas

Para a previsão global das propriedades de HV, LR, LE foi utilizado o modelo de regra das misturas apresentado na equação 34, sendo C_i o valor da propriedade na fase i e C a propriedade global do material.

$$C = \sum_i^n C_i V_{V_i} \quad 34$$

Este modelo foi comparado com os resultados experimentais e computacionais utilizando o comportamento da cinética de nucleação e crescimento da fase σ e da cinética de decomposição da fase δ . A fração volumétrica da fase γ foi calculada pela diferença das demais, (equações 35, 36 e 37), respectivamente. Uma constante de correção (c) foi utilizada para determinar a condição inicial da fase δ e a condição final da fase σ . Na fase δ foi utilizada sua fração volumétrica na condição CR, enquanto a fase σ foi utilizada a maior fração observada desse microconstituente.

$$V_{V_\sigma} = c_\sigma(1 - e^{-k_\sigma t^{n_\sigma}}) \quad 35$$

$$V_{V_\delta} = c_\delta(1 - e^{-k_\delta t^{n_\delta}}) \quad 36$$

$$V_{V_Y} = 1 - (V_{V_\delta} + V_{V_\sigma}) \quad 37$$

Obtidas as propriedades mecânicas, uma micrografia de cada amostra foi escolhida aleatoriamente e foi processado um relatório preliminar com duas imagens da microestrutura original e editada, a fração volumétrica das fases presentes e as propriedades de LR, LE e dureza. O fluxograma do código e os relatórios estão apresentados no Apêndice II.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Primeiramente, para a apresentação dos resultados e sua discussão, iniciou-se os procedimentos experimentais, debatendo as características do material como recebido, com observações calculadas pelo ThermoCalc e a composição química do material. Em seguida, é discutido a cinética de precipitação das fases intermetálicas juntamente com a decomposição da fase δ e. Além disso, são abordadas as propriedades mecânicas do aço e suas alterações em função do surgimento das fases deletérias.

Por fim, discutiu-se o procedimento computacional, inicialmente avaliando o modelo de visão computacional desenvolvido, comparando-o com os procedimentos experimentais e, posteriormente, percorrido o código de previsão das propriedades mecânicas.

6.1 Procedimentos Experimentais

6.1.1 Composição Química

Com base na composição química do aço foram calculados os valores de PREN, Cr_{eq} e Ni_{eq} , apresentados na Tabela 2.

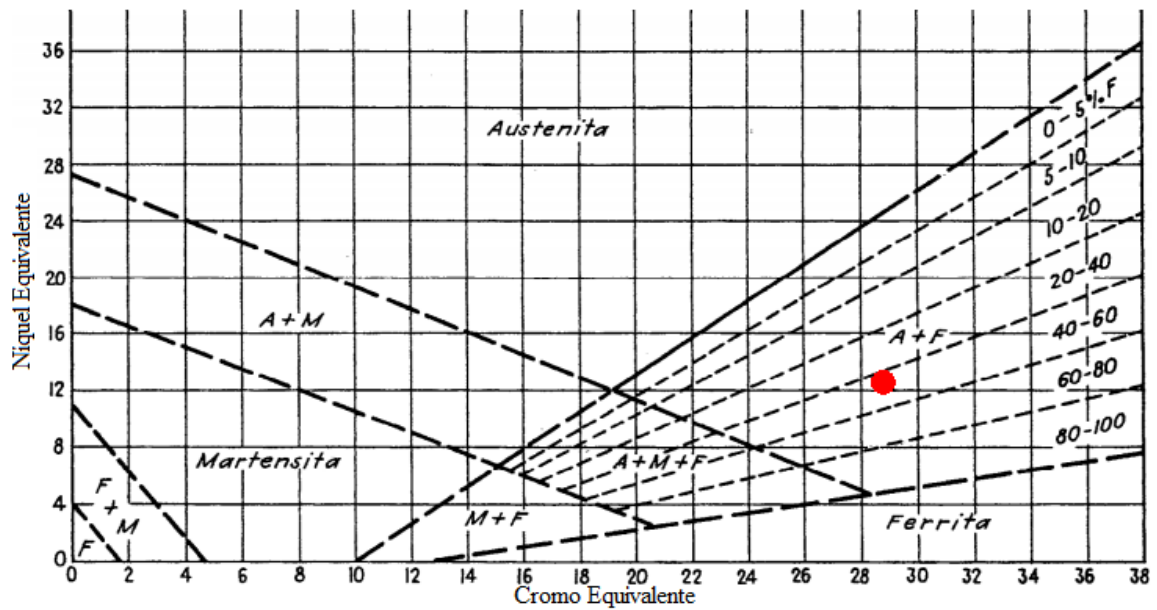
Tabela 2: Valores de PREN, cromo equivalente e níquel equivalente do aço inoxidável super-duplex UNS S32550.

PREN	40,67
Cr_{eq}	28,82 %
Ni_{eq}	12,50 %

Fonte: Autor.

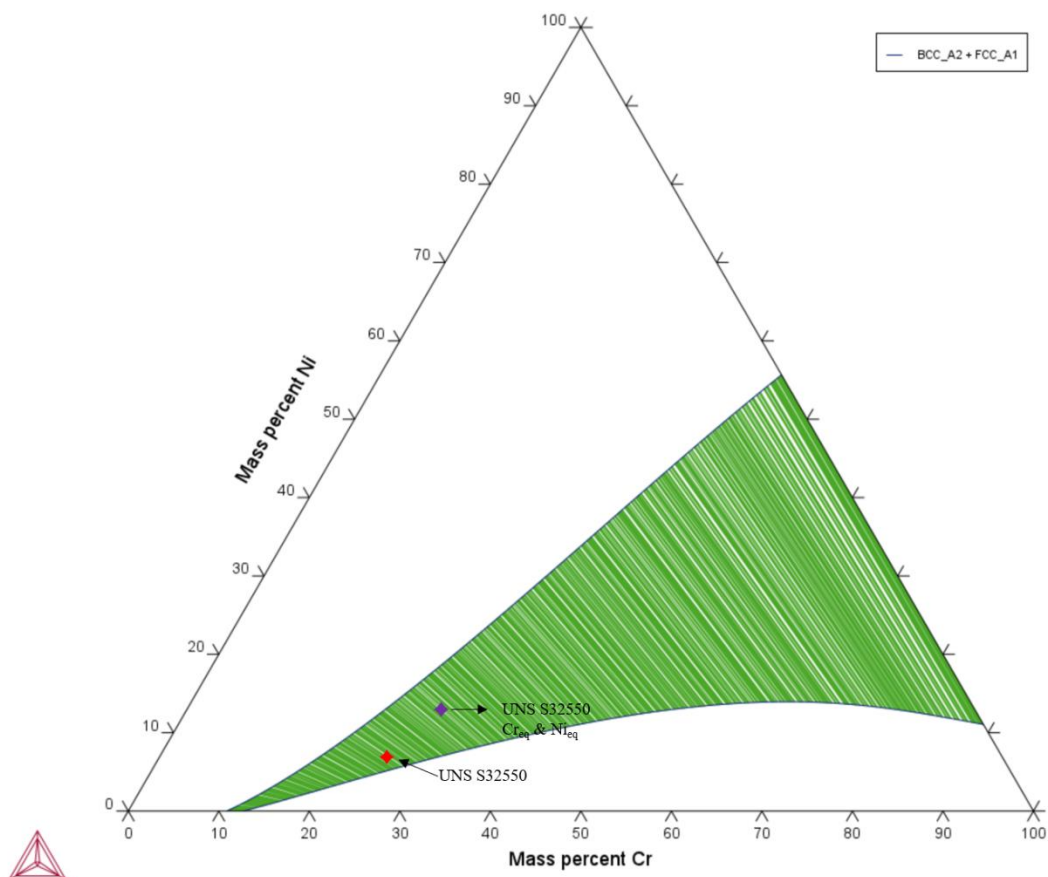
O valor de PREN confirma a classificação do material como um aço inoxidável super-duplex e os valores de Cr_{eq} e Ni_{eq} , combinados com a respectiva posição no diagrama de Schaeffler (Figura 20), indicam uma microestrutura tipicamente duplex com as fases δ e γ . Em concordância, o diagrama de fases ternário Fe – Cr – Ni a temperatura de 1080 °C (Figura 21) obtido pelo ThermoCalc indica uma microestrutura ferrítico-austenítica, tanto na composição real de Cr e Ni quanto para a composição de Cr_{eq} e Ni_{eq} , supondo que o material após o resfriamento mantém a mesma microestrutura na forma metaestável.

Figura 20: Diagrama de Schaeffler evidenciando o ponto dos valores de cromo e níquel equivalente do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 em vermelho.



Fonte: Adaptado de (SCHAEFFLER, 1948)

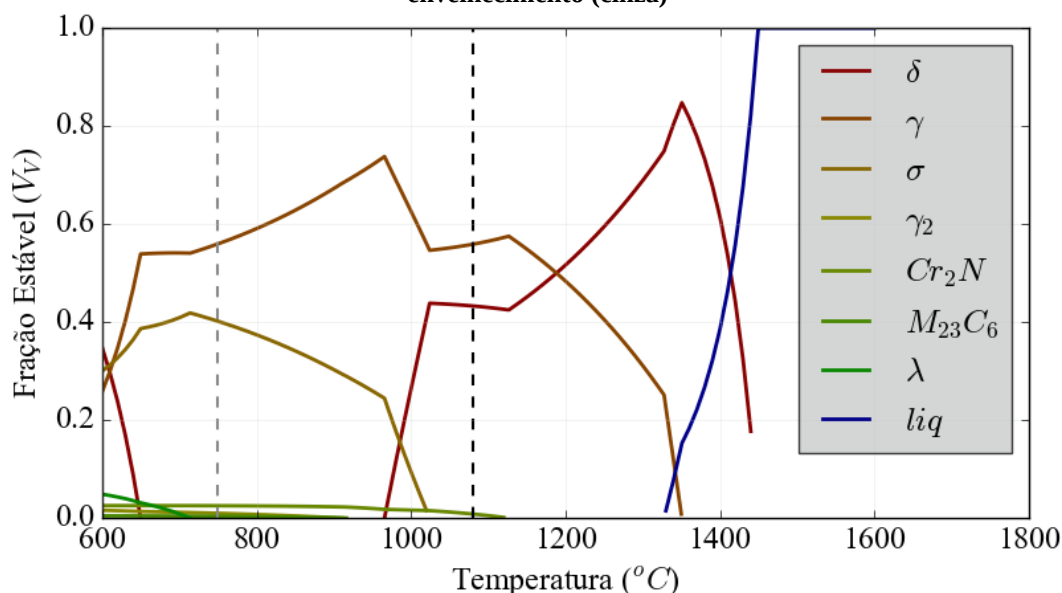
Figura 21: Diagrama de Fases Ternário Fe-Cr-Ni a 1080 °C com foco na posição do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 nas composições reais de Cr e Ni (vermelho) e na composição calculada de Cr_{eq} e Ni_{eq} (roxo).



Fonte: ThermoCalc.

Outro fator que coincide com os resultados anteriores é a relação de fase estável em função da temperatura apresentada na Figura 22, o gráfico indica as fases presentes na condição de equilíbrio. À temperatura de normalização, é observada uma pequena fração de nitretos de cromo juntamente com as fases ferrita (δ) e austenita (γ). A fração volumétrica de cada fase nas temperaturas de normalização e envelhecimento segundo os cálculos do ThermoCalc está detalhada na Tabela 3.

Figura 22: Gráfico de proporção de fase estável em função da temperatura de exposição do aço inoxidável UNS S32550. As linhas verticais representam os tratamentos térmicos de normalização (preto) e envelhecimento (cinza)



Fonte: ThermoCalc

Tabela 3: Fração volumétrica das fases presentes nas temperaturas de normalização (1080 °C) e envelhecimento (750°C) na condição de equilíbrio.

T (°C)	Fases (%)					
	δ	γ	σ	γ_2	Cr_2N	$M_{23}C_6$
750	—	55,97	40,16	0,98	2,52	0,37
1080	43,29	55,89	—	—	0,82	—

Fonte: ThermoCalc.

LLORCA-ISERN *et al.* (2016) observaram a presença de nitretos nos contornos de grão e no interior dos grãos de δ e γ do aço inoxidável DSS 2205 quando exposto à temperatura de 1080 °C por mais de 3 min. Considerando que há uma maior concentração de nitrogênio no aço em estudo, além de maiores teores de elementos de liga, a existência de nitretos após a normalização do UNS S32550 é plausível. Segundo NILSSON e WILSON

(1993), os precipitados de nitretos de cromo ocorrem quando a alta taxa de resfriamento impossibilita a acomodação do nitrogênio na matriz. Logo, o resfriamento do aço por meio de têmpera também pode ocasionar a presença desses precipitados no material.

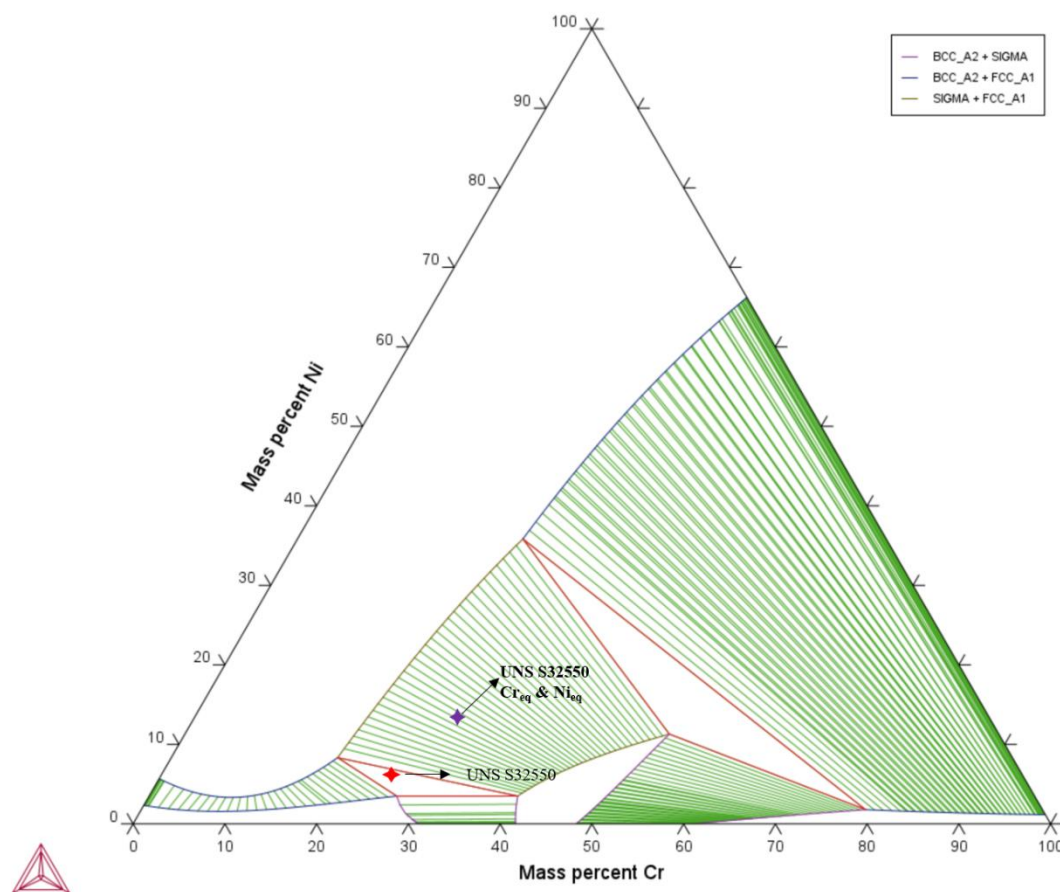
À temperatura de envelhecimento, nas condições de equilíbrio, é notada a ausência de ferrita e a presença de σ e γ , assim como pequenas frações de γ_2 , nitretos e carbonetos. A inexistência de ferrita na faixa entre 650 e 965 °C sugere que a fase se encontra termodinamicamente instável nesse tipo de aço e faixa de temperatura. Com base nisso, pode-se supor que quando o material é exposto a temperatura de envelhecimento (750 °C) a fase δ é decomposta rapidamente, ocasionando a formação das fases σ e γ_2 , principalmente.

Além disso, a fração volumétrica das fases δ e γ são iguais numa faixa de temperatura entre 1180 °C e 1190 °C e é observado que a solidificação do material ocorre pela transformação liquidus $\rightarrow \delta$, indicando que a ferrita presente na microestrutura é, por nomenclatura, ferrita delta. Antes da solidificação completa, a fase γ surge possivelmente pelas transformações liq $\rightarrow \delta + \gamma$ e $\delta \rightarrow \gamma$. No caso da fase σ , ela se torna estável e pode surgir a partir de 1020 °C, alcançando seu pico de proporção estável a, aproximadamente, 713 °C. Por fim, é notada a presença da fase de laves (λ) a partir de 710 °C e tanto essa quanto nitretos, carbonetos e austenita secundária se apresentam em pequenas proporções na faixa de temperatura observada. Também é visto que a fase χ não se apresenta na condição de equilíbrio em nenhuma faixa de temperatura.

No entanto, observa-se que no diagrama ternário Fe – Cr – Ni na temperatura de envelhecimento (Figura 23) as fases δ , γ e σ coexistem na microestrutura do UNS S32550. Porém, além de Cr e Ni, outros elementos de liga como Mo, Mn, N e Cu estão presentes de forma significativa no aço em questão. Logo, a composição do aço em relação ao Cr_{eq} e Ni_{eq} posiciona-o dentro do campo $\gamma + \sigma$, reforçando a instabilidade da fase δ nesse aço quando exposto a temperatura de envelhecimento.

Vale ressaltar que os resultados obtidos no ThermoCalc foram calculados de acordo com as condições de equilíbrio, desta maneira, o material tende a alcançar essas condições quando submetido ao tratamento térmico de envelhecimento.

Figura 23: Diagrama de Fases Ternário Fe-Cr-Ni a 750 °C com foco na posição do aço inoxidável superduplex UNS S32550 nas composições reais de Cr e Ni (vermelho) e na composição calculada de Cr_{eq} e Ni_{eq} (roxo).



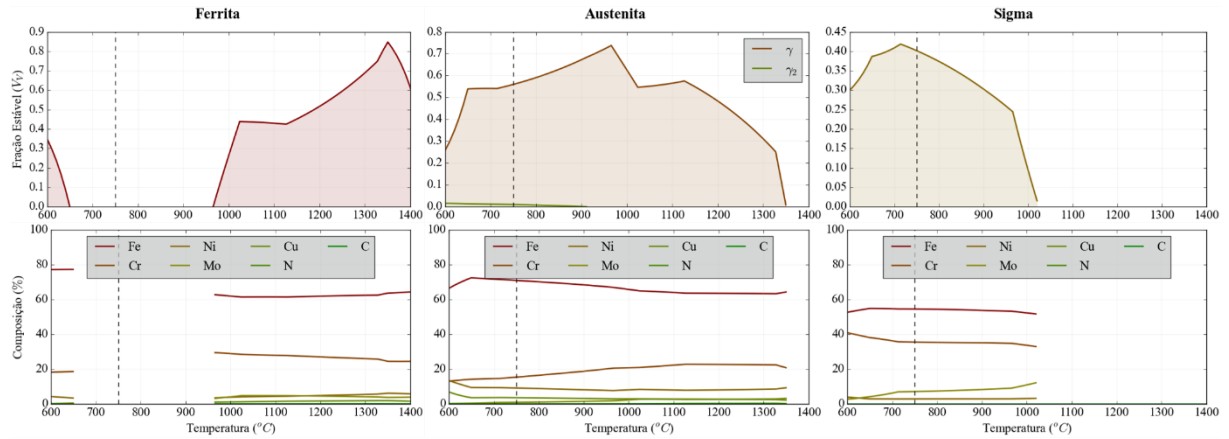
Fonte: ThermoCalc.

Além da proporção das fases presentes, tem-se a composição química de cada fase em função da temperatura apresentada na Figura 24. Com base no gráfico, observa-se um padrão na composição de cada fase. A fase δ apresenta um teor mais expressivo de Cr em relação a fase γ e os teores de Ni e Mo apresentam proporções aproximadamente iguais. A fase γ , por sua vez, mostra teores de Fe e Ni superiores aos das demais fases e o Mo mostra teores inferiores em comparação ao mesmo elemento na fase δ , próximos aos do Cu. Já a fase σ contém teor de Cr muito mais elevado que as fases δ e γ e detém concentração maior de Mo do que de Ni, diferente das demais fases.

A composição química das fases δ , γ e σ nas temperaturas de normalização e envelhecimento presente é apresentada na Tabela 4. A composição nessas temperaturas pode apontar a evolução química das fases durante o tratamento térmico de envelhecimento. Um fator interessante é a proporção muito mais elevada de N na fase γ em relação a fase δ , esse

fator pode ser justificado pela menor distorção da rede ao posicionar elementos intersticiais na microestrutura.

Figura 24: Fase estável (primeira linha) e composição química (segunda linha) das fases ferrita, a esquerda, austenita e austenita secundária, ao centro, e fase sigma, a direita, em função da temperatura de exposição nas condições de equilíbrio. A linha vertical tracejada representa a temperatura de envelhecimento.



Fonte: ThermoCalc.

Tabela 4: Composição Química das fases ferrita, austenita, e sigma nas temperaturas de normalização (1080 °C) e envelhecimento (750 °C).

		Composição Química (%)						
Fase	T (°C)	Fe	Cr	Ni	Mo	Cu	N	C
δ	1080	61,40	28,05	4,29	4,79	1,41	0,05	0,01
	750	70,78	15,40	9,15	0,97	3,58	0,01	—
	1080	64,23	21,88	8,11	2,76	2,76	0,23	0,03
σ	750	54,49	35,48	2,90	7,13	—	—	—

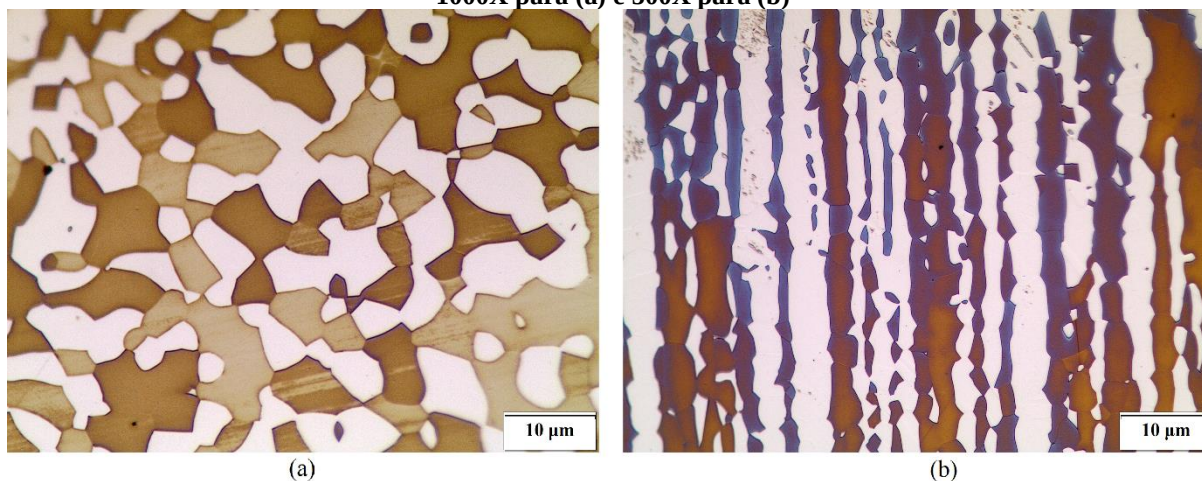
Fonte: ThermoCalc.

6.1.2 Caracterização Microestrutural

6.1.2.1 Microscopia Óptica

A Figura 25 apresenta a microestrutura do aço inoxidável super-duplex na condição como recebida. É possível observar uma matriz ferrítico-austenítica e uma microestrutura caracterizada por “listras” alternadas de fase δ e γ (Figura 25 b).

Figura 25: Micrografias do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 na condição como recebida nas secções (a) transversal e (b) longitudinal, destacando as fases ferrita (escura) e austenita (clara). Aumento: 1000X para (a) e 500X para (b)



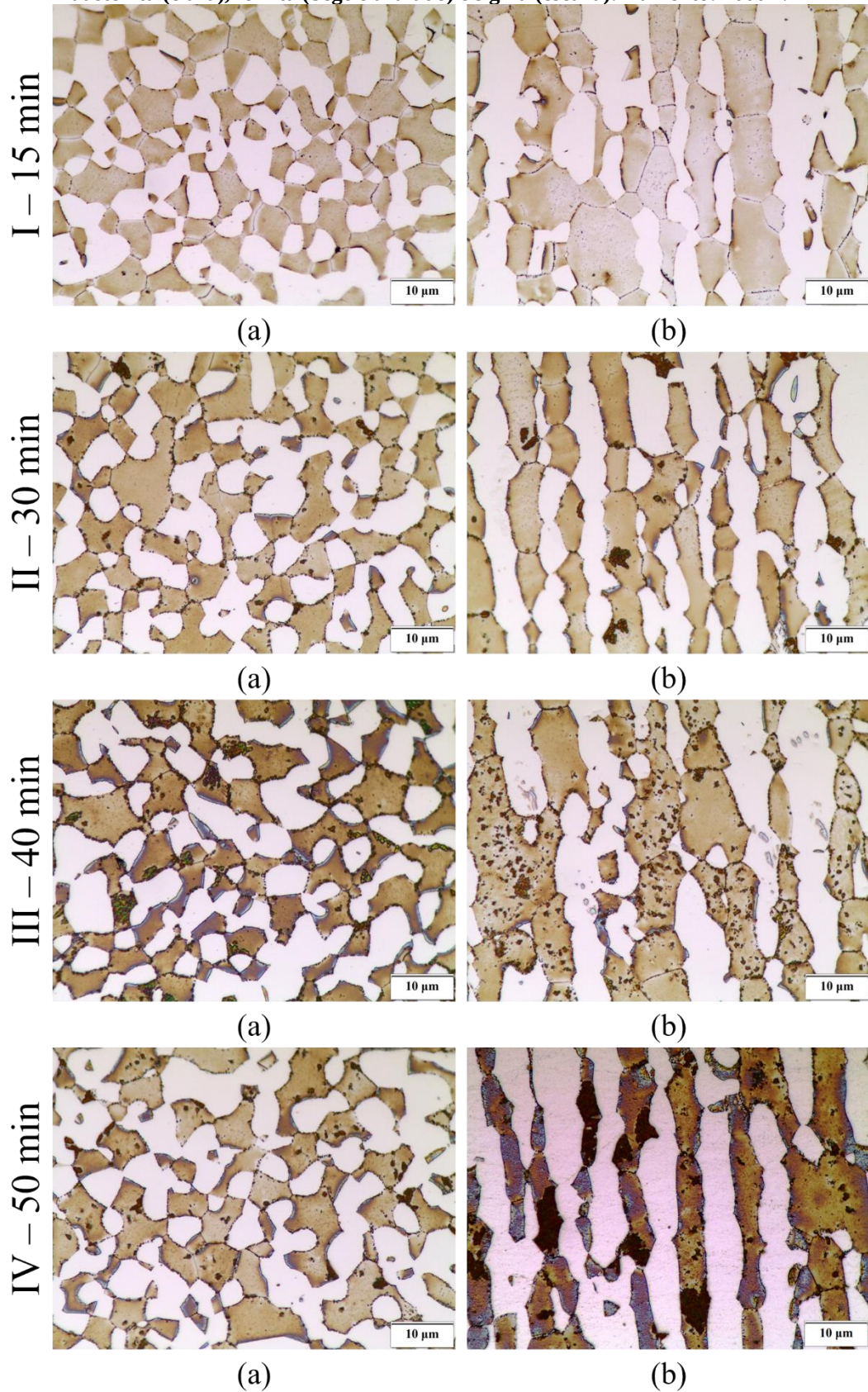
Fonte: Autor.

As microestruturas do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 após o tratamento térmico de envelhecimento a 750 °C nos tempos de 15, 30, 40, 50, 60, 120, 240, 360, 720 e 1440 min são mostradas na Figura 26, Figura 27 e Figura 28. A principal observação é a evolução da fase σ em função do tempo de exposição à temperatura de realização do tratamento térmico.

Observa-se que a fase σ e/ou outras fases intermetálicas nuclearam nos contornos de grão $\delta - \gamma$ e $\delta - \delta$ e no interior dos grãos de δ nos primeiros 15 min de tratamento térmico. (Figura 26 I) A partir de 30 min de envelhecimento (Figura 26 II), notou-se que a nucleação de fases intermetálicas ocorreu predominantemente no interior dos grãos de δ e, também, nas regiões de maior energia, como contornos de grãos e pontos triplos $\delta - \gamma - \delta$ e $\delta - \delta - \delta$.

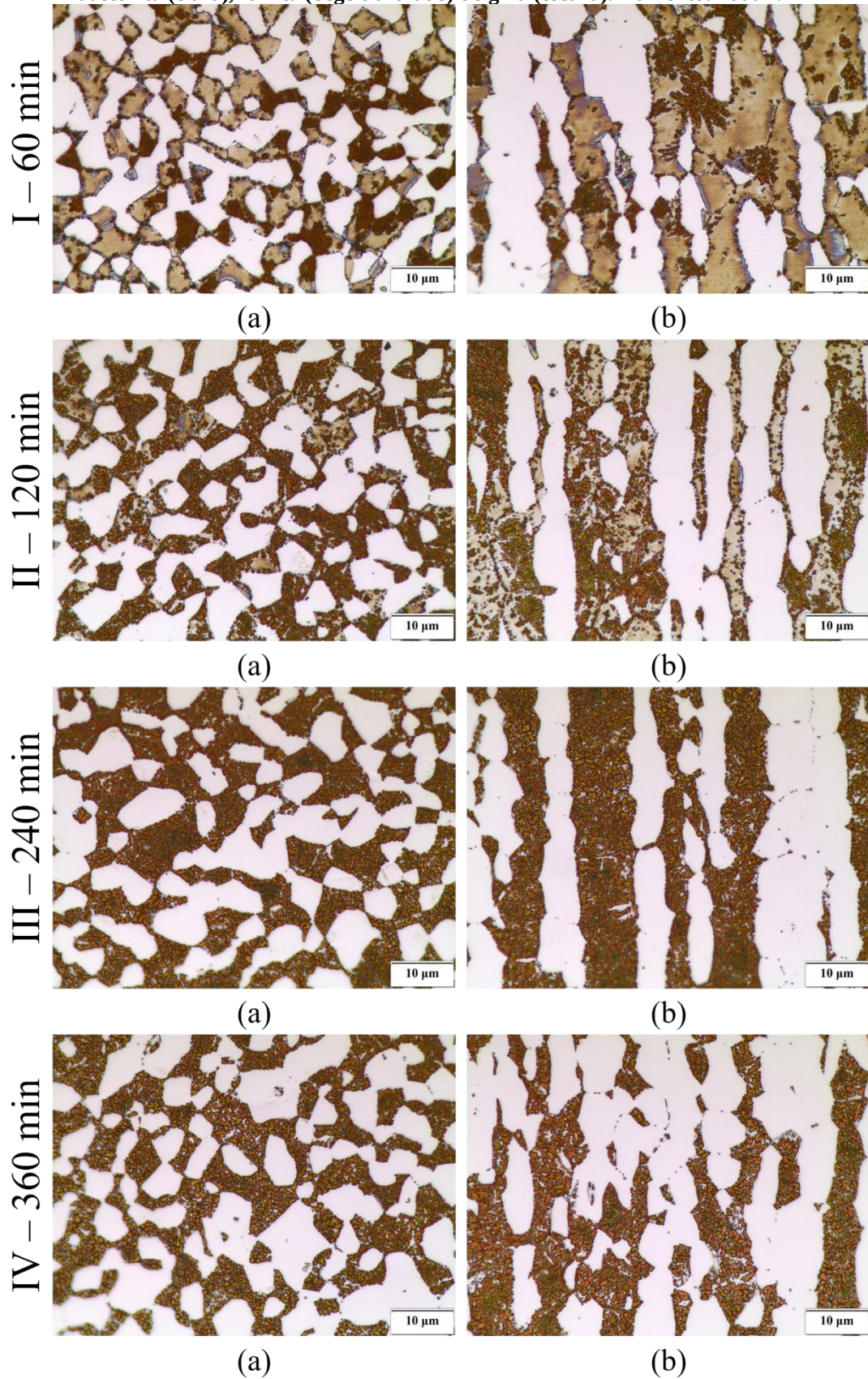
Após 40 min de tratamento (Figura 26 III) nota-se um possível aumento na quantidade dos núcleos de fases intermetálicas, assim como a nucleação isolada no interior dos grãos de δ , principalmente. Entre os tempos de 60 min e 120 min (Figura 27 I e II) aconteceu um aumento acentuado da quantidade de fases intermetálicas a partir dos contornos em direção ao interior dos grãos de δ . Já entre 240 e 1440 min (Figura 27 III e IV e Figura 28) não se observa mais a presença da fase δ que, aparentemente, foi consumida pelas fases intermetálicas. Fases estas que passaram a nuclear também nas interfaces $\gamma - \gamma$.

Figura 26: Micrografias do aço inoxidável super-duplex submetidos a tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de 15 a 50 min nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, indicando as fases austenita (clara), ferrita (bege e azulado) e sigma (escura). Aumento: 1000X.



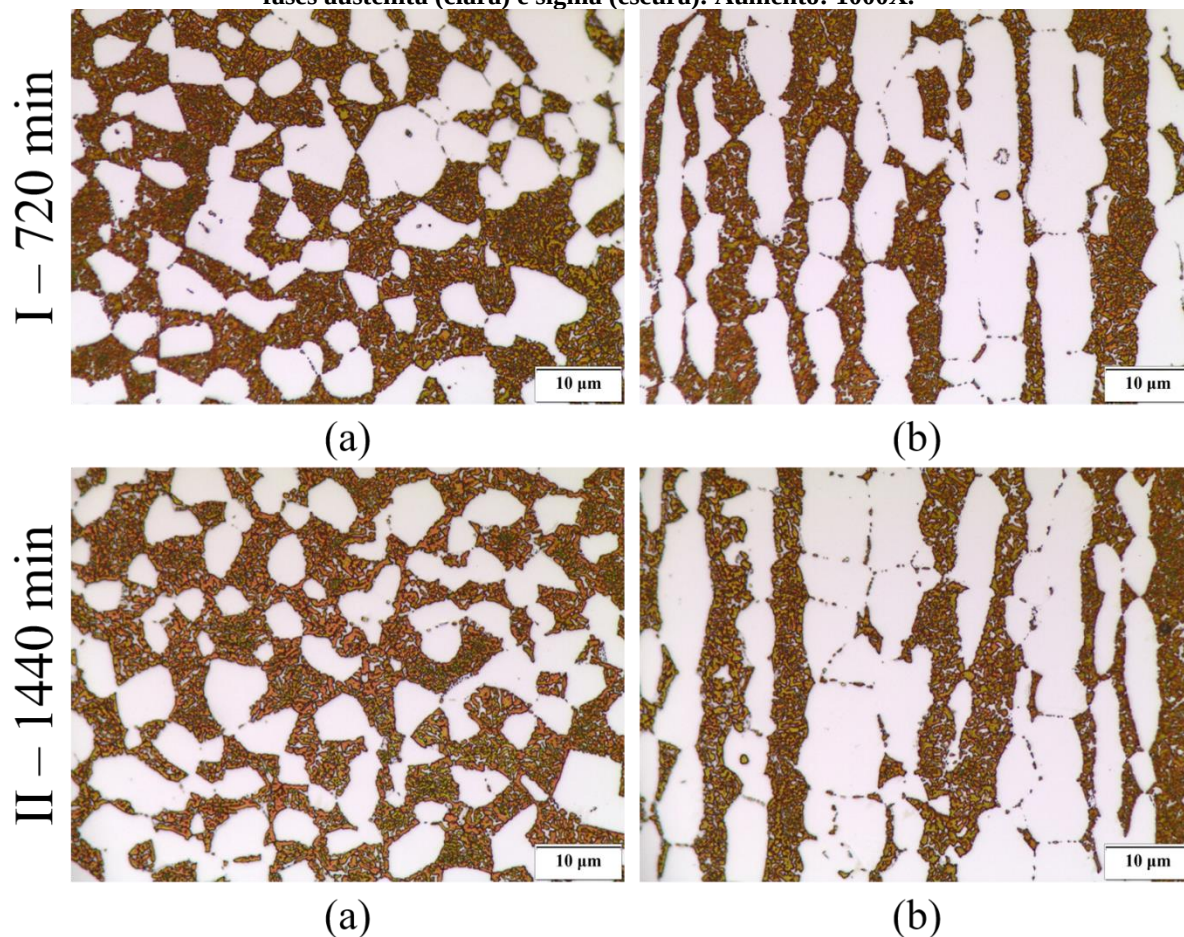
Fonte: Autor.

Figura 27: Micrografias do aço inoxidável super-duplex submetidos a tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de 60 a 360 min nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, indicando as fases austenita (clara), ferrita (bege e azulado) e sigma (escura). Aumento: 1000X.



Fonte: Autor.

Figura 28: Micrografias do aço inoxidável super-duplex submetidos a tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de 720 e 1440 min nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, indicando as fases austenita (clara) e sigma (escura). Aumento: 1000X.



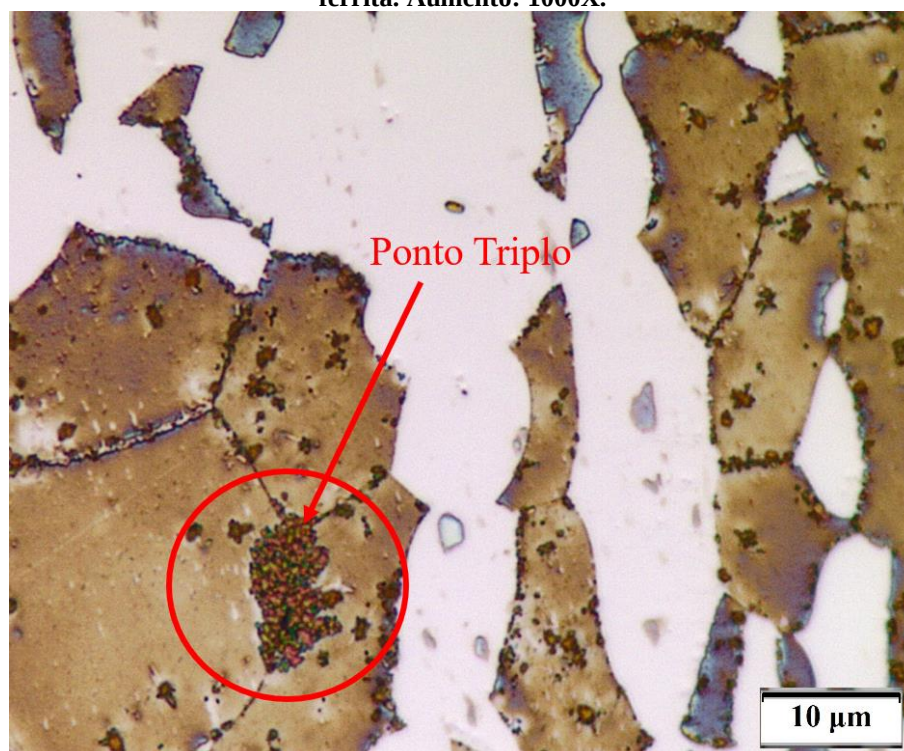
Fonte: Autor.

Pode-se constatar que as fases intermetálicas nuclearam em locais de alta energia na microestrutura, porém é possível identificar núcleos ou grupo de núcleos presentes no interior dos grãos de ferrita. Uma justificativa para esse fato pode ser a presença de subgrãos nos grãos de fase δ devido à maior propensão dessa fase sofrer recuperação ao invés de recristalização durante o trabalho a quente do aço. (ALVAREZ-ARMAS; DEGALLAIX-MOREUIL, 2009) A nucleação de fase σ e χ no interior dos grãos de ferrita já foi reportada por MAGNABOSCO (2010).

Um fator anômalo na evolução das fases intermetálicas é a presença de uma alta densidade de grãos em regiões específicas na microestrutura a partir dos 30 min de tratamento térmico, categorizando um comportamento de *cluster*. Nota-se também que os *clusters* localizam-se próximos de pontos triplos que contenham pelo menos um grão de fase δ , um exemplo desses *clusters* está apresentado na Figura 29. Esse comportamento apresenta-se na microestrutura até os 60 min de tratamento térmico. Nesse período os núcleos já existentes de fases deletérias crescem enquanto novos núcleos surgem, principalmente ao

redor dos *clusters* já existentes, iniciando a formação de uma microestrutura de corais. A alta densidade de nucleação ocorrida em regiões específicas na matriz pode indicar, supostamente, que a distribuição dos elementos de liga na fase δ não está uniforme, apontando uma segregação de elementos de liga como Cr e Mo na fase em locais próximos dos vértices e arestas dos grãos.

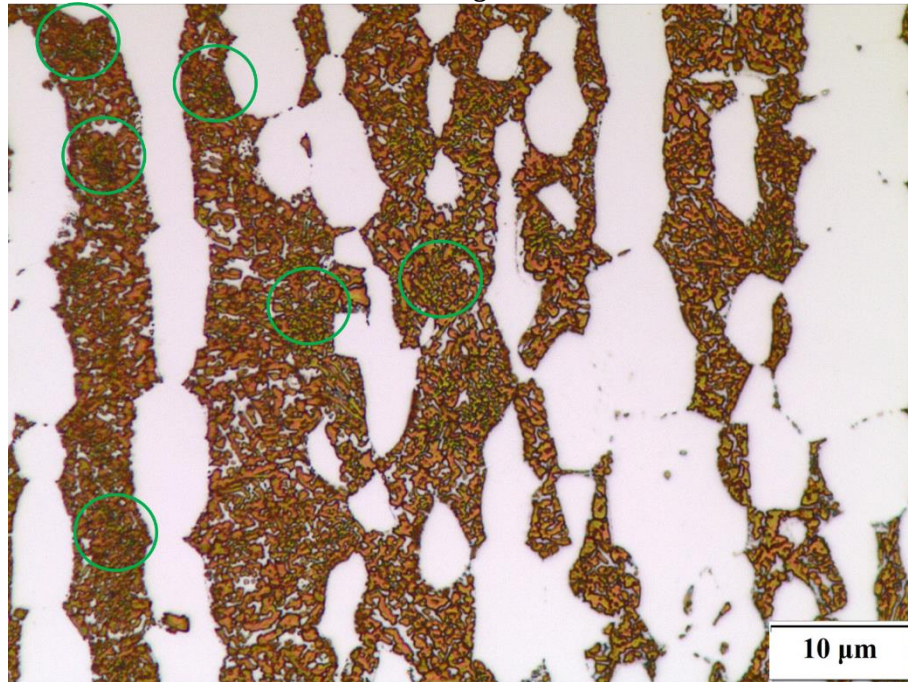
Figura 29: Micrografia da amostra de seção longitudinal submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 40 minutos com evidência para a região de *cluster* situado no ponto triplo dos grãos de ferrita. Aumento: 1000X.



Fonte: Autor.

Também é possível observar nos últimos tempos de tratamento térmico (Figura 28) uma heterogeneidade no tamanho de grão das fases intermetálicas, sugerindo que os locais com alto refinamento dos grãos dessas fases foram anteriormente núcleos formados em *clusters* que, devido ao *impingement* intra-*cluster*, mantiveram tamanho inferior aos demais núcleos formados fora dos *clusters* ou na extremidade. A heterogeneidade no tamanho de grão nas fases intermetálicas é apontada na Figura 30. FERNANDES IGNÁCIO *et al.* (2021) simularam o processo de nucleação e crescimento de uma nova fase na forma de *clusters* previsto pelo modelo de JMAK e comparado pelo modelo de transformações simultâneas e sequenciais de RIOS e VILLA (2011). A simulação apresentou comportamentos satisfatórios e as microestruturas bidimensionais geradas apresentaram heterogeneidade semelhante à observada nas fases intermetálicas.

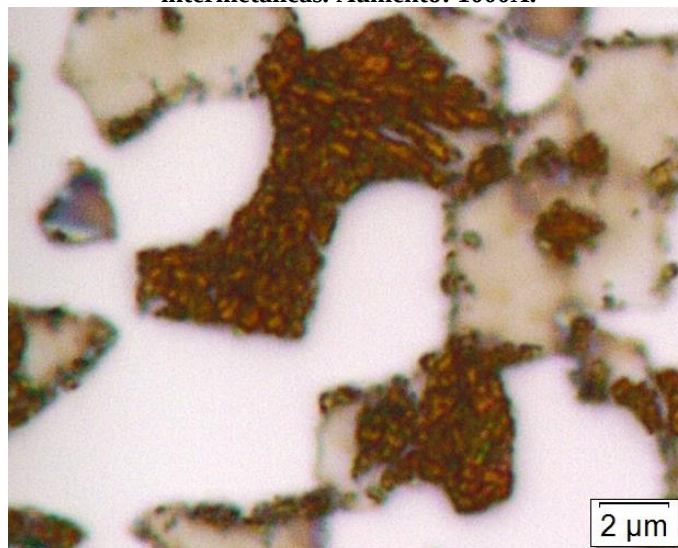
Figura 30: Micrografia da amostra 360 minutos na secção longitudinal, indicando a possível formação inicial de *clusters* devido ao alto refinamento dos grãos das fases intermetálicas no círculo verde.



Fonte: Autor.

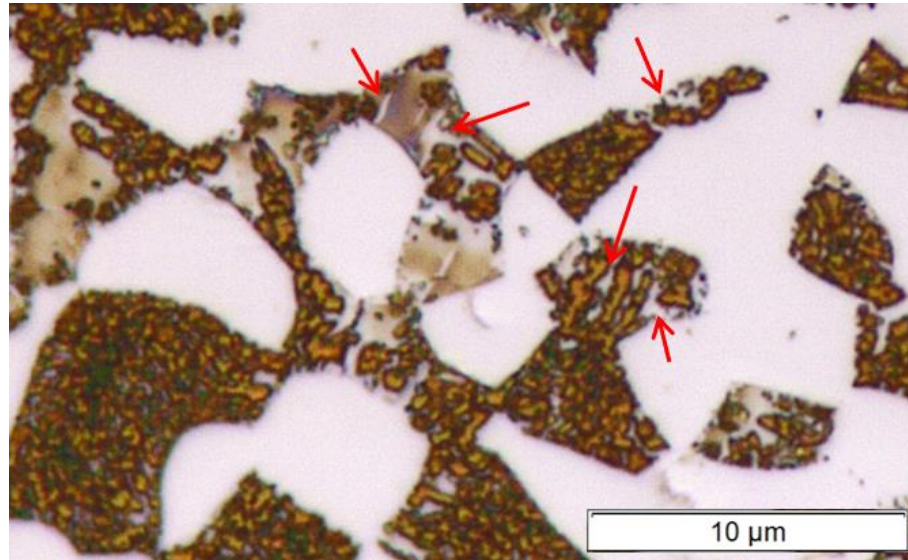
Entre 60 min e 120 min de envelhecimento alguns dos *clusters* formados aparentam ter consumido grãos completos de fase δ (Figura 31) e também é percebido em alguns locais o possível colapso da fase δ para a fase γ_2 (Figura 32), indicado pela falha de coloração da fase ferrítica nessas regiões. Constata-se também o crescimento dessas fases pelo maior tamanho de grão observado fora dos *clusters*, tendo uma morfologia variando entre circular e lamelar.

Figura 31: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 60 minutos. Nota-se o consumo quase completo do grão de ferrita por grãos de fases intermetálicas. Aumento: 1000X.



Fonte: Autor.

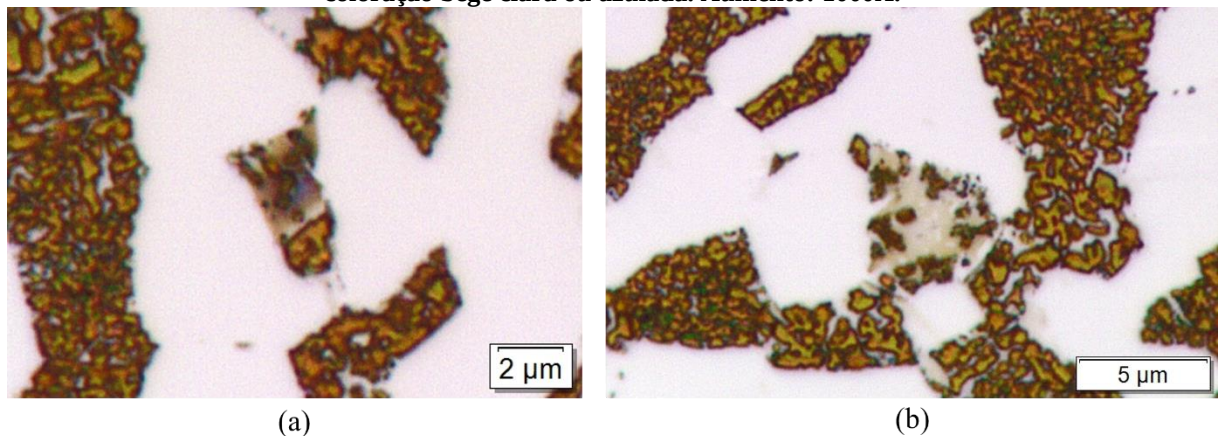
Figura 32: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 120 minutos. As setas em vermelho indicam locais de provável colapso da ferrita transformando-se em austenita secundária. Aumento: 1000X.



Fonte: Autor.

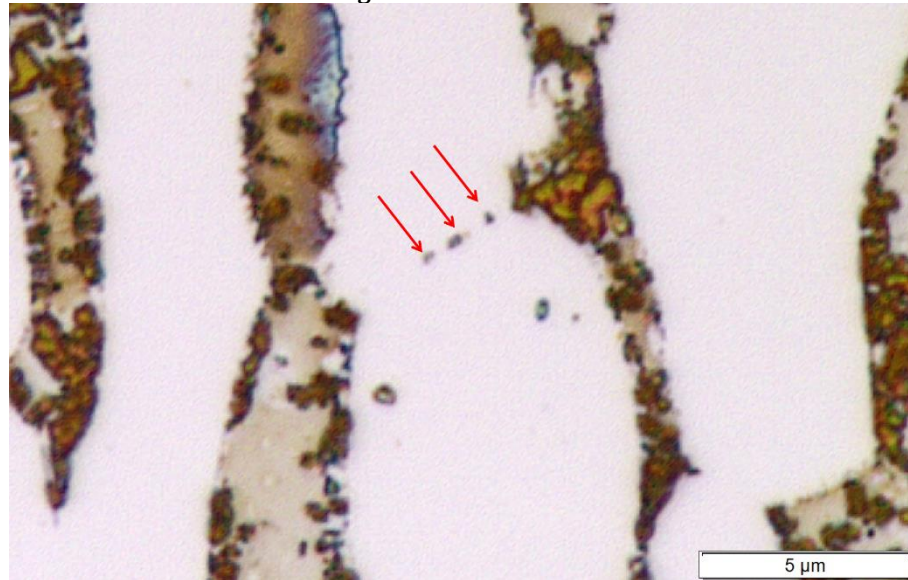
A partir de 240 min de envelhecimento não é mais possível observar a presença contínua de fase δ na microestrutura. Pode-se encontrar alguns resquícios em regiões muito dispersas na microestrutura (Figura 33). Além do aparente consumo quase total de ferrita, as fases deletérias começam a nuclear nos contornos de grão de austenita. Já era possível captar uma nucleação discreta nessas regiões com 120 min de tratamento térmico (Figura 34), porém a partir de 240 min os núcleos tornaram-se mais frequentes e cresceram conforme o tempo de exposição.

Figura 33: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 240 minutos. Os resquícios de ferrita na microestrutura podem ser observados com coloração bege clara ou azulada. Aumento: 1000X.



Fonte: Autor.

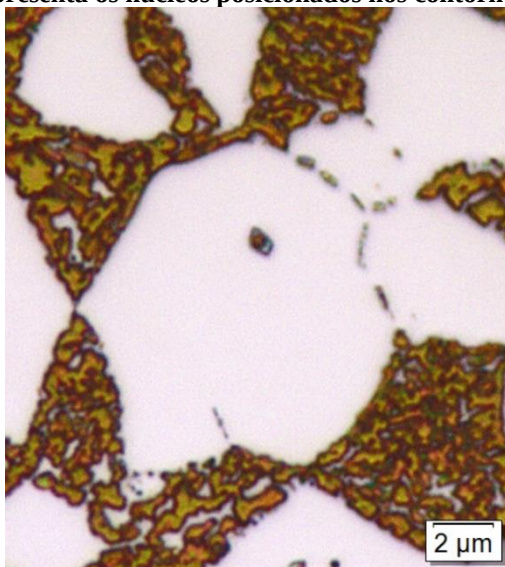
Figura 34: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 120 minutos. As setas vermelhas indicam o início da nucleação de fases intermetálicas nos contornos de grão de austenita. Aumento: 1000X.



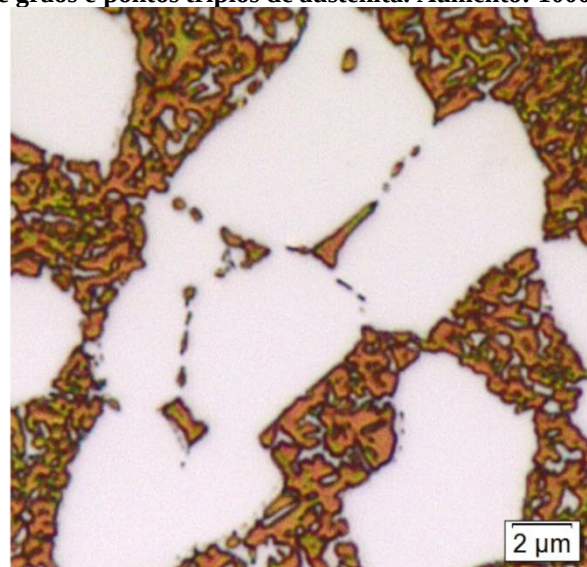
Fonte: Autor.

Entre 240 min e 1440 min de tratamento térmico não houve mudanças significativas na microestrutura do material, novos núcleos de fases deletérias se formam nos contornos de fase γ e, em casos mais escassos, nucleação no interior dos grãos de γ (Figura 35a). Vale ressaltar que os pontos triplos de fase austenítica são pontos preferenciais de nucleação nesse estágio de precipitação (Figura 35b).

Figura 35: Micrografia de seção transversal da amostra envelhecida por (a) 720 minutos e (b) 1440 minutos, a esquerda indica o núcleo de um precipitado no interior do grão de austenita e a direita apresenta os núcleos posicionados nos contornos de grãos e pontos triplos de austenita. Aumento: 1000X.



(a)

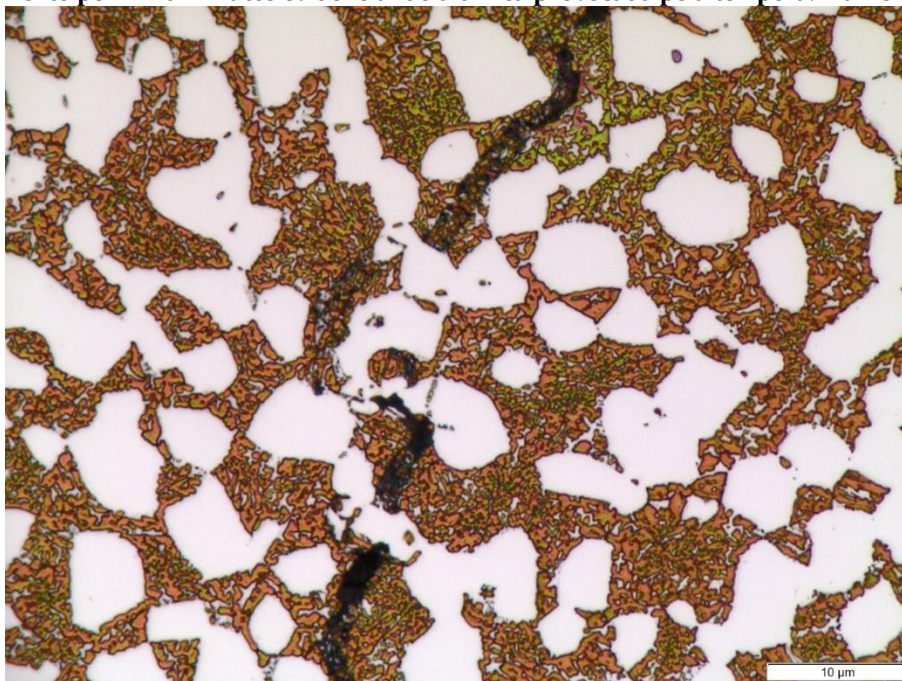


(b)

Fonte: Autor.

Por fim, vale enfatizar que as amostras submetidas a partir de 240 min de tratamento térmico sofreram trincas durante a têmpera e nota-se, pela Figura 36, que a propagação da trinca se dá entre os grãos de fases intermetálicas. Possivelmente, a rigidez e dureza desses precipitados não resistiu a tensão causada pela contração do material durante o resfriamento.

Figura 36: Micrografia de seção transversal da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 1440 minutos evidenciando a trinca provocada pela têmpera. Aumento: 1000X.



Fonte: Autor.

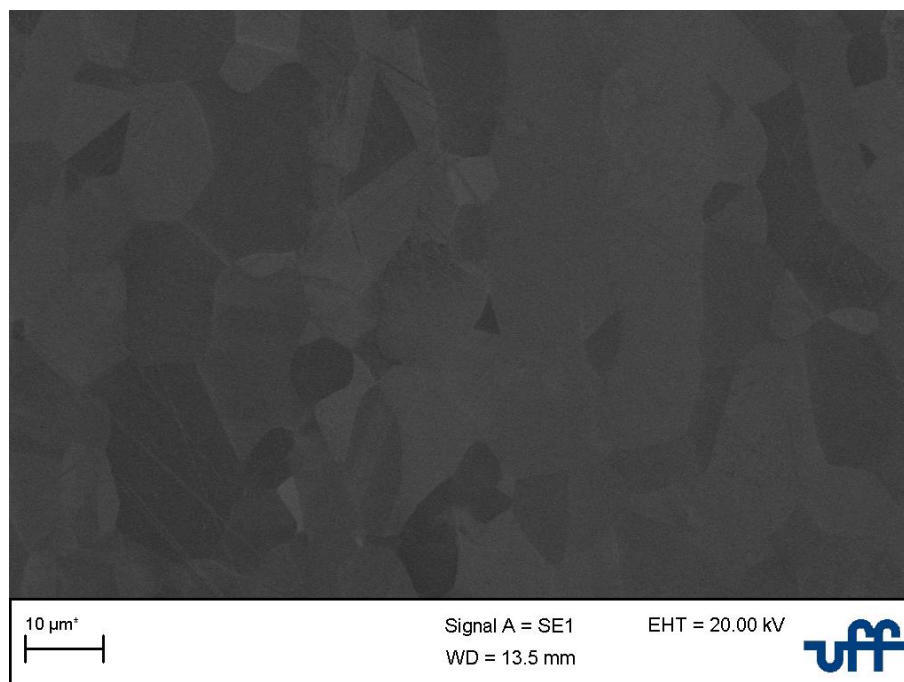
6.1.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi empregada para auxiliar na identificação das fases presentes na microestrutura do aço antes e após o tratamento térmico.

A Figura 37 mostra a micrografia do aço na condição como recebida onde se observa uma microestrutura composta por grãos de fase δ e γ , evidenciando a característica duplex. O uso da técnica de elétrons retroespalhados não detectou a presença de Cr_2N nesta condição, contradizendo os cálculos feitos pelo ThermoCalc.

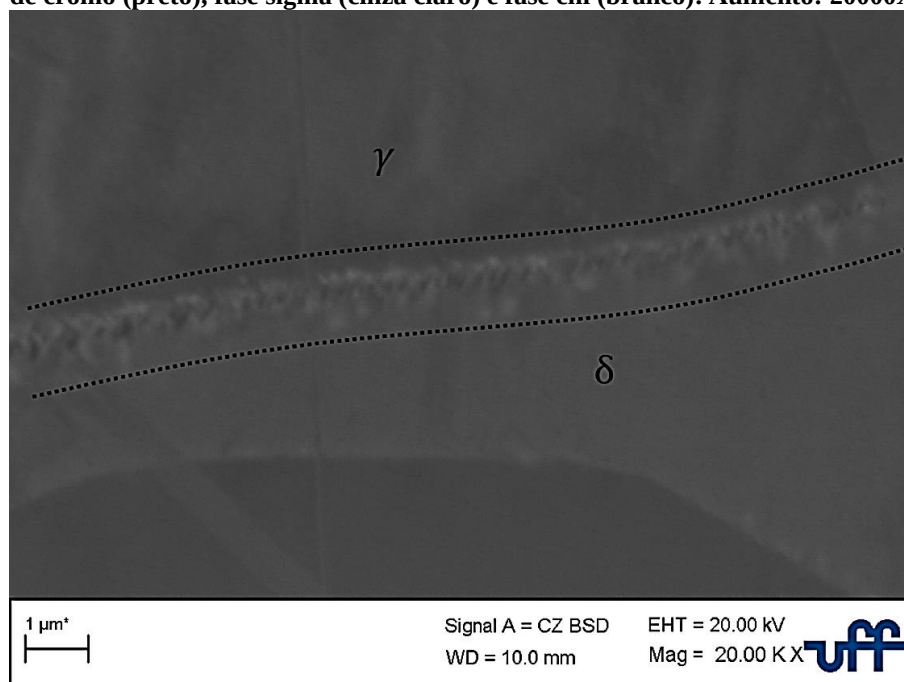
A Figura 38 apresenta os precipitados formados entre os contornos de grão $\delta - \gamma$ no material exposto a 15 min de tratamento térmico. É possível observar três diferentes fases na região, possivelmente trata-se das fases σ , χ e Cr_2N , como já observadas em trabalhos anteriores. (FONSECA *et al.*, 2017; MAGNABOSCO, 2009; NILSSON, J.-O., 1992) Nota-se a grande quantidade de núcleos formados nessa região, vista anteriormente na MO como uma linha escura contínua.

Figura 37: Micrografia via MEV-BSE do aço inoxidável em estudo na condição como recebida, apresentando a matriz ferrítico-austenítica. Aumento: 2000X



Fonte: Autor.

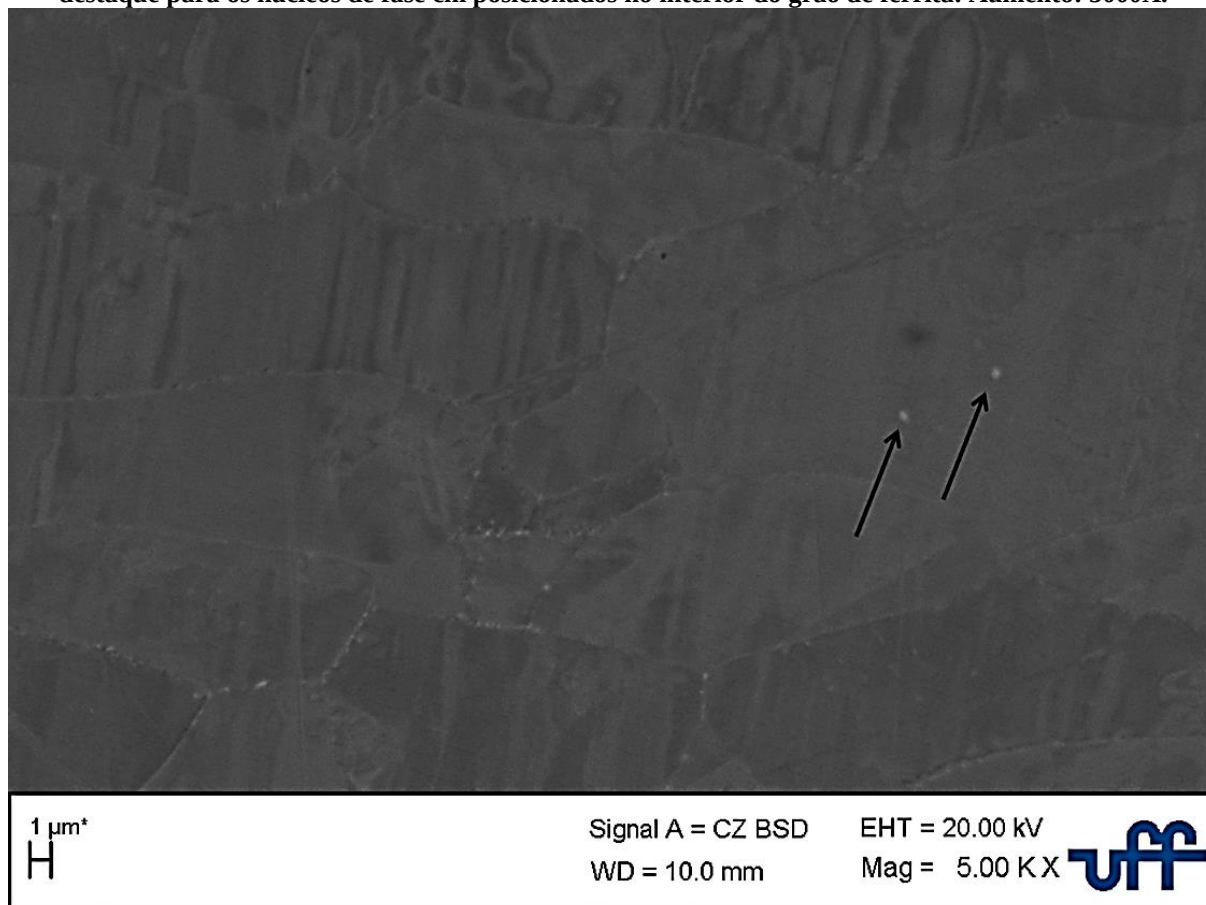
Figura 38: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida a tratamento térmico por 15 minutos com destaque do contorno de grão entre ferrita e austenita com possível presença de precipitados de nitretos de cromo (preto), fase sigma (cinza claro) e fase chi (branco). Aumento: 20000X



Fonte: Autor.

Além disso, podem ser vistos na Figura 39 os precipitados formados no interior dos grãos ferríticos. A coloração clara resultante do peso atômico dos núcleos sugere que o microconstituente que se forma no interior dos grãos de fase δ é a fase χ .

Figura 39: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida a tratamento térmico por 15 minutos com destaque para os núcleos de fase χ posicionados no interior do grão de ferrita. Aumento: 5000X.

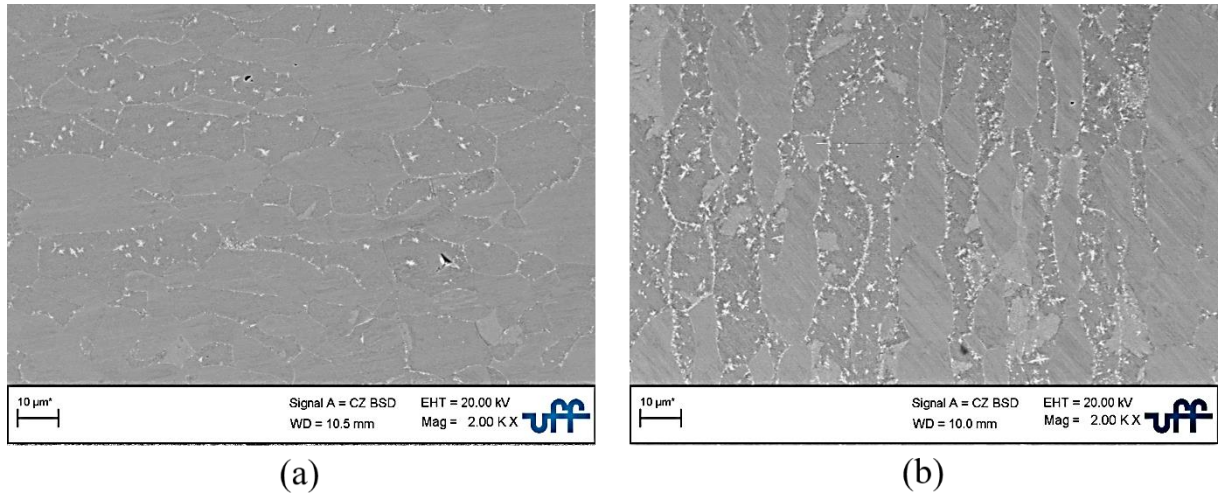


Fonte: Autor.

MIN *et al.* (2021) estudaram o mecanismo de precipitação da fase χ no aço inoxidável super-duplex UNS S32750 em diferentes temperaturas. Os resultados obtidos pelo MEV – BSE indicaram a presença de fases σ , χ e Cr_2N , também observadas neste trabalho na Figura 40, Figura 41 e Figura 42. Também foi observado em seu trabalho que a fase χ nucleia no interior dos grãos de ferrita, corroborando com os resultados mostrados na Figura 39.

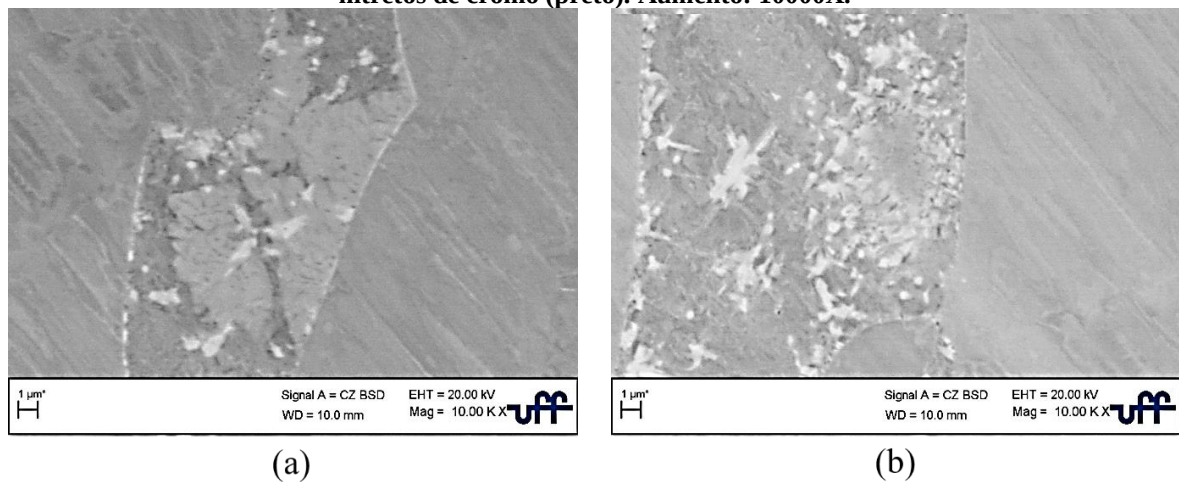
Ademais, detectou-se por meio do MEV resquícios de fase δ nas amostras após 240 min de tratamento térmico. Nota-se regiões de cinza escuro na Figura 42a entre os grãos de fase σ . A Figura 42b também apresenta uma região onde anteriormente era um ponto triplo de grãos de fase δ . Percebe-se uma concentração de fase χ e fase σ nos contornos de grão, além da presença de Cr_2N e vestígios de ferrita.

Figura 40: Micrografias via MEV-BSE das amostras submetidas aos tempos de (a) 40 minutos e (b) 60 minutos de tratamento térmico. Aumento: 2000X.



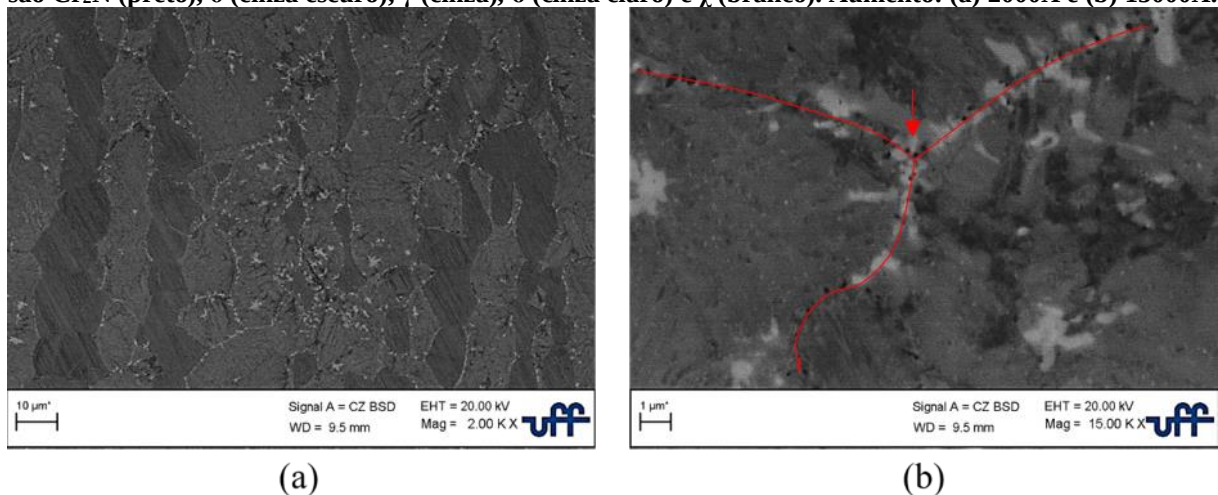
Fonte: Autor.

Figura 41: Micrografias via MEV-BSE da amostra submetida ao tempo de 60 minutos de tratamento térmico, indicando as fases chi (branco), sigma (cinza claro), austenita (cinza), ferrita (cinza escuro) e nitretos de cromo (preto). Aumento: 10000X.



Fonte: Autor.

Figura 42: Micrografia via MEV-BSE da amostra com tratamento térmico de 240 minutos, com (a) a microestrutura geral e (b) suposto vértice de grãos de δ , indicado pela seta vermelha. As fases presentes são Cr_2N (preto), δ (cinza escuro), γ (cinza), σ (cinza claro) e χ (branco). Aumento: (a) 2000X e (b) 15000X.

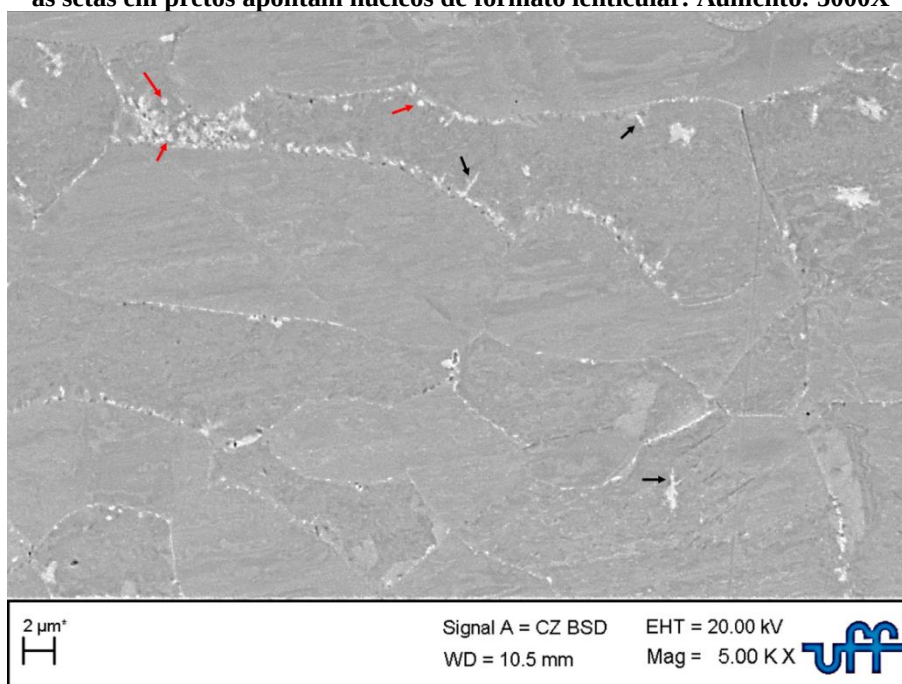


Fonte: Autor.

Como visto na Figura 40, foi constatado que a nucleação de fase χ ocorreu tanto no interior quanto nos contornos de grão de fase δ , enquanto núcleos de fase σ se formaram juntamente com a fase χ nos contornos de grão e, posteriormente, formou-se ao redor da fase χ . Também se notou que os *clusters* observados por MO não eram compostos por uma única fase, mas por uma combinação de fases σ , χ e nitretos. Pode-se supor, por meio da evolução microestrutural observada nas micrografias, que a fase σ passou a nuclear e crescer com maior ênfase após a nucleação de fase χ . Outro fator relevante é a morfologia da fase χ , que se apresentou tanto esférica quanto lenticular (Figura 43). Ainda foram identificados pequenos precipitados de Cr_2N nos contornos de grão de fase δ .

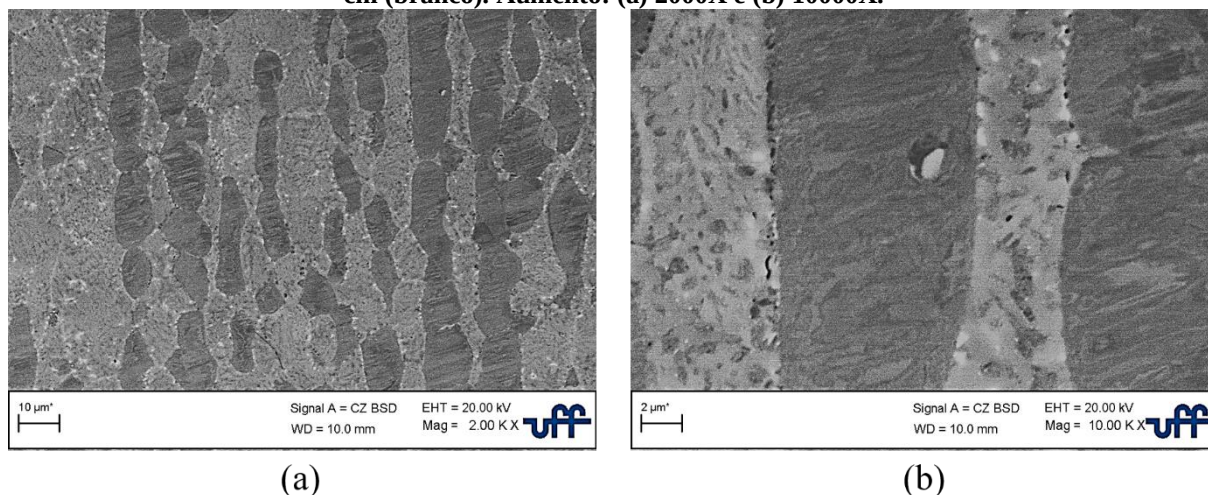
A partir de um intervalo entre 240 e 360 min de tratamento, a microestrutura se alterou com um crescimento mais lento da fase σ , aproximando-se da condição de estabilidade termodinâmica apresentada pelo ThermoCalc. As fases δ e χ foram absorvidas lentamente pela fase σ e também podem ser vistas regiões lamelares ou na forma de corais constituídos pelas fases σ e γ_2 , como também a presença de Cr_2N . As precipitações que ocorrem nos contornos de fase γ são identificadas como fase σ . Embora haja uma diminuição de proporção de fase χ com o tempo, essa fase ainda estava presente no último tempo de exposição observado (Figura 44).

Figura 43: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida a tratamento térmico de 40 minutos indicando a morfologia da fase χ . As setas em vermelho apontam núcleos de formato esférico enquanto as setas em pretos apontam núcleos de formato lenticular. Aumento: 5000X



Fonte: Autor.

Figura 44: Micrografia via MEV-BSE da amostra submetida ao tratamento térmico por 1440 minutos, indicando (a) a microestrutura geral e (b) uma região de maior ampliação, evidenciando a morfologia lamelar e na forma de corais de sigma e austenita secundária, com um núcleo de fase sigma no interior da austenita. As fases presentes são nitretos de cromo (preto), austenita (cinza escuro), sigma (cinza claro) e chi (branco). Aumento: (a) 2000X e (b) 10000X.



Fonte: Autor.

6.1.2.3 Parâmetros Microestruturais

Também foi realizada a comparação dos parâmetros estereológicos da microestrutura do material na condição como recebida e do último tempo de tratamento térmico estudado.

A Tabela 5 apresenta os valores de V_V , TG e f das fases δ e γ na condição CR. Há uma proximidade de fração volumétrica entre as fases, porém com fração de fase δ levemente superior, contradizendo os cálculos apresentados no ThermoCalc que manifesta um valor de V_V superior de fase γ . Já o tamanho de grão das fases mostra-se com valores aproximadamente iguais e o fator de forma aponta um alongamento mais acentuado da fase δ em relação a fase γ , manifestando uma provável tendência de recuperação da fase δ e recristalização da fase γ durante o trabalho a quente do aço.

Tabela 5: Parâmetros estereológicos de fração volumétrica (V_V), tamanho de grão (TG) e fator de forma (f) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 na condição como recebida.

Parâmetros	Fase δ	Fase γ
V_V (%)	$54,17 \pm 0,42$	$45,84 \pm 0,42$
TG (μm)	$5,82 \pm 0,01$	$5,38 \pm ,036$
f	$0,703 \pm 0,001$	$0,783 \pm 0,015$

Fonte: Autor.

A Tabela 6 mostra os valores de S_V , Ct e os parâmetros microestruturais Δ e θ das fases δ e γ na condição CR. A área interfacial calculada sugere que as interfaces $\delta - \gamma$ são predominantes na estrutura, com proporções mínimas de interface $\delta - \delta$ e $\gamma - \gamma$. Essa

condição pode ser explicada pelas trilhas de fases δ e γ na seção longitudinal que garantem a prevalência nas interfaces $\delta - \gamma$. Esse comportamento também é reforçado pelos valores de contiguidade calculados. Os parâmetros microestruturais apresentados apontam uma microestrutura tipicamente duplex, como proposto no Quadro 5 apresentado no tópico 4.2.3.

A Tabela 7 apresenta a V_V , TG e f das fases σ e γ da microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por 1440 min, sendo o tamanho de grão e o fator de forma aplicados somente a austenita, desprezando a fase γ_2 . Observa-se um leve aumento na quantidade da fase γ , possivelmente devido a formação de γ_2 , os valores de TG e f não apresentaram muita discrepância, indicando que não houve alterações microestruturais nessa fase. Aparentemente, a fase σ mantém-se altamente refinada em todo processo de tratamento térmico, notando-se visualmente um possível aumento no tamanho de grão aos 1440 min de tratamento térmico. A morfologia da fase σ apresentou-se de forma heterogênea, variando entre formato esféricos a lamelares. POHL; STORZ e GLOGOWSKI (2007) apontaram que a morfologia da fase σ pode alterar profundamente as propriedades do material devido a concentradores de tensão, no caso de morfologias mais lamelares.

Tabela 6: Área interfacial (S_V), contiguidade (Ct), parâmetro duplex (Δ), parâmetro de dispersão (θ) e razão de contiguidades do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 na condição como recebida.

Área Interfacial (μm^{-1})		Contiguidade		Par. Microestruturais	
$S_{V_{\delta\gamma}}$	$0,410 \pm 0,008$	Ct_{δ}	$0,23 \pm 0,01$	Δ	$1,20 \pm 0,09$
$S_{V_{\delta\delta}}$	$0,061 \pm 0,004$	Ct_{γ}	$0,21 \pm 0,01$	θ	$7,29 \pm 0,50$
$S_{V_{\gamma\gamma}}$	$0,054 \pm 0,003$			$\frac{Ct_{\delta}}{Ct_{\gamma}}$	$1,15 \pm 0,07$

Fonte: Autor.

Tabela 7: Parâmetros estereológicos de fração volumétrica (V_V), tamanho de grão (TG) e fator de forma (f) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 submetido ao tratamento térmico de envelhecimento por 1440 min. O valor V_V contabilizou tanto a austenita quanto a austenita secundária, enquanto os valores de TG e f contabilizaram somente a austenita.

Parâmetros	Fase γ	Fase σ
V_V (%)	$51,41 \pm 0,55$	$48,59 \pm 0,55$
TG (μm)	$6,67 \pm 0,01$	$1,237 \pm 0,003$
f	$0,8012 \pm 0,0003$	$0,6221 \pm 0,0009$

Fonte: Autor.

Na Tabela 8 são vistos os parâmetros microestruturais no último tempo de tratamento térmico estudado. Os valores indicam que a morfologia estrutural do material nessa condição aproxima-se de uma microestrutura do tipo esqueleto, na qual a fase precipitada circunda os grãos da matriz. Com base nas figuras apresentadas, é possível afirmar que a fase σ possui esse comportamento, tanto nos contornos de grão $\gamma - \gamma$ quanto nas regiões onde anteriormente havia fase δ , lembrando o fato de que a microestrutura no formato de ‘listras’ na seção longitudinal reforça a validação desse tipo microestrutural. Essa condição microestrutural pode indicar uma alta fragilidade mecânica do material, devido a fase deletéria se posicionar entre os grãos da matriz, agora, austenítica.

Tabela 8: Área interfacial, contiguidade e parâmetros microestruturais do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 submetido ao tratamento térmico de envelhecimento por 1440 minutos.

Área Interfacial (μm^{-1})		Contiguidade		Par. Microestruturais	
$S_{V_{\sigma\gamma}}$	$1,2943 \pm 0,0053$	Ct_{σ}	$0,4617 \pm 0,0024$	Δ	$18,9 \pm 0,2$
$S_{V_{\sigma\sigma}}$	$1,1601 \pm 0,0122$	Ct_{γ}	$0,0491 \pm 0,0004$	θ	$21,2 \pm 0,2$
$S_{V_{\gamma\gamma}}$	$0,0649 \pm 0,0004$			$\frac{Ct_{\sigma}}{Ct_{\gamma}}$	$0,109 \pm 0,001$

Fonte: Autor.

6.1.2.4 Cinética de Precipitação

A Tabela 9 apresenta a fração volumétrica das fases δ , γ e das fases intermetálicas em função do tempo de envelhecimento. Com na base proporção das fases intermetálicas observadas no MEV, as fases foram consideradas aqui como fase σ somente. Percebe-se que a fase σ cresceu de forma expressiva logo aos 30 min de tratamento térmico, chegando a dobrar a proporção da fase entre os tempos de 50 min e 60 min. Após 60 min, o crescimento da fase σ passou a desacelerar até estagnar a partir de 360 min.

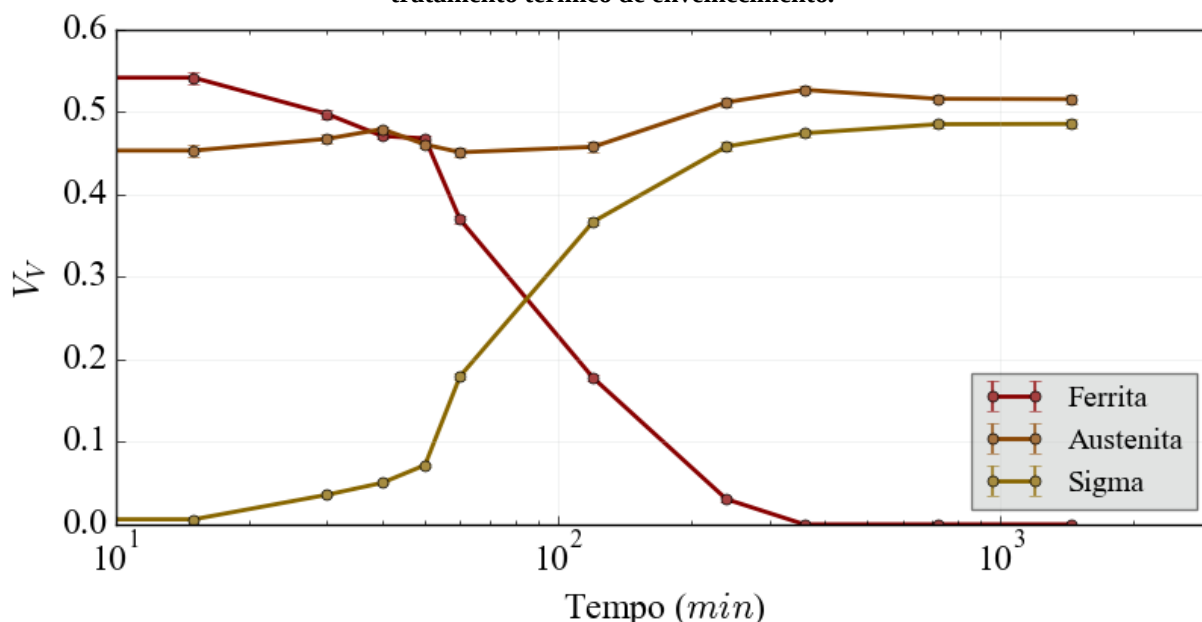
Em contrapartida, a fase δ decresceu devido a sua decomposição pela fase σ , pois é possível supor que a fração de ferrita diminuiu na mesma proporção do crescimento da fase σ . Nota-se também a ausência de ferrita a partir de 360 min de tratamento térmico, devido a impossibilidade de visualização via MO. A austenita se manteve virtualmente constante durante o envelhecimento, exceto a partir de 240 min onde a fração de fase γ apresentou uma leve alteração, possivelmente devido a formação de γ_2 e pela retenção de fase δ remanescente. Os valores descritos na Tabela 9 estão expressos graficamente pela Figura 45.

Tabela 9: Fração Volumétrica (V_V) de ferrita, austenita e fase sigma em função do tempo de exposição a temperatura de envelhecimento.

Tempo (min)	V_{V_δ} (%)	V_{V_γ} (%)	V_{V_σ} (%)
0	$54,17 \pm 0,42$	$45,84 \pm 0,42$	—
15	$54,02 \pm 0,73$	$45,35 \pm 0,73$	$0,63 \pm 0,02$
30	$49,74 \pm 0,58$	$46,66 \pm 0,58$	$3,60 \pm 0,12$
40	$47,06 \pm 0,42$	$47,91 \pm 0,41$	$5,06 \pm 0,13$
50	$46,69 \pm 0,44$	$46,12 \pm 0,48$	$7,19 \pm 0,17$
60	$37,11 \pm 0,53$	$44,89 \pm 0,58$	$18,00 \pm 0,30$
120	$17,76 \pm 0,45$	$45,60 \pm 0,61$	$36,63 \pm 0,46$
240	$3,11 \pm 0,28$	$51,11 \pm 0,56$	$45,78 \pm 0,59$
360	—	$52,67 \pm 0,45$	$47,32 \pm 0,45$
720	—	$51,54 \pm 0,51$	$48,46 \pm 0,51$
1440	—	$51,41 \pm 0,55$	$48,59 \pm 0,55$

Fonte: Autor.

Figura 45: Fração Volumétrica de ferrita, austenita e fase sigma em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento.



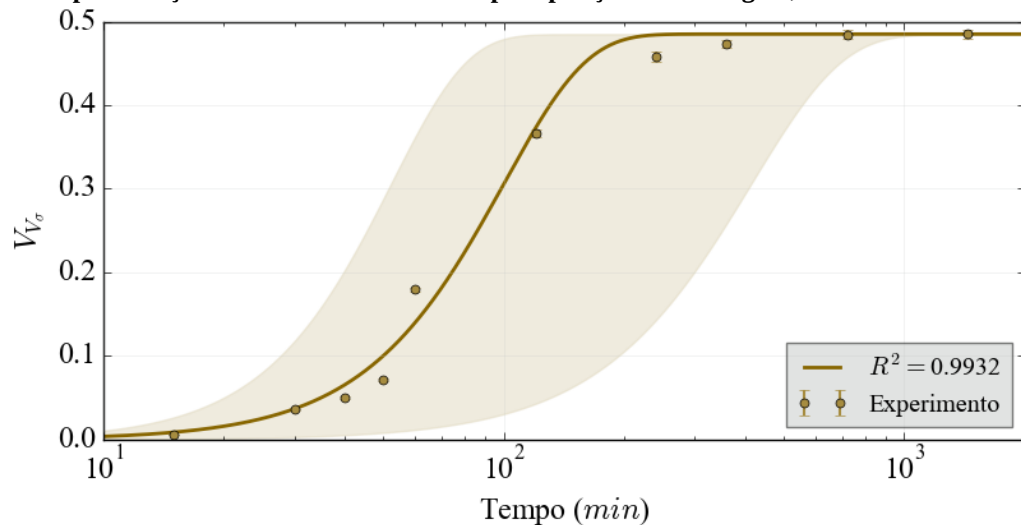
Fonte: Autor.

Nesse gráfico é possível observar o comportamento das fases durante o tratamento térmico de envelhecimento. Primeiramente, destaca-se o comportamento sigmoidal de crescimento da fase σ , possibilitando então o uso da equação JMAK para a previsão de sua evolução. Em contraponto com o crescimento da fase σ , a fase δ foi dissolvida seguindo o

mesmo comportamento sigmoidal. Já a fase γ apresentou-se constante até o tempo de 240 min de tratamento térmico. Após isso, houve um leve aumento da fase, provavelmente devido a formação da fase γ_2 .

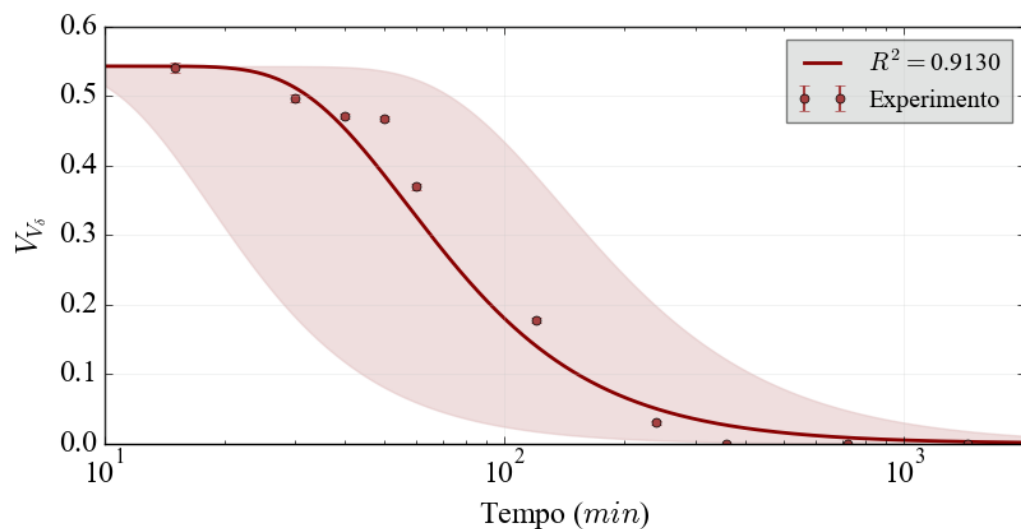
Com base na fórmula de JMAK descrita na equação 4, foi realizada a regressão linear da equação linearizada com base nos valores de fração volumétrica da fase σ e da fase δ em função do tempo para visualização de cinética de precipitação e da cinética de decomposição das fases, respectivamente. Também foram obtidos os valores de k e n das equações. O gráfico da Figura 46 apresenta a aproximação numérica da cinética da fase σ , e a Figura 47 mostra a cinética de decomposição da fase δ , com o erro aproximado. Os valores de k e n estão expressos na Tabela 10, juntamente com o coeficiente de determinação.

Figura 46: Aproximação numérica da cinética de precipitação da fase sigma, baseado no modelo JMAK.



Fonte: Autor.

Figura 47: Aproximação numérica da cinética de decomposição da ferrita, baseado no modelo JMAK.



Fonte: Autor.

Tabela 10: Parâmetros k e n da equação JMAK da cinética da fase sigma obtido pela regressão linear dos dados experimentais, juntamente com o coeficiente de determinação R^2 .

	Fase δ	Fase σ
k	$(722,00 \pm 531,86)$	$(6,15 \times 10^{-5} \pm 5,17 \times 10^{-5})$
n	$-(1,63 \pm 0,18)$	$(2,10 \pm 0,19)$
R^2	0,913	0,993

Fonte: Autor.

Com base no valor obtido para o expoente n , foi possível definir o mecanismo da evolução da fase σ . Segundo CHRISTIAN, (2002), valores de n entre 1,5 e 2,5 classificam a transformação de fase com taxa de nucleação decrescente e controlada por difusão, como apresentada no Quadro 4. Nessa situação, os núcleos de fase σ se formam de maneira muito mais acentuada nos primeiros tempos de exposição devido à alta difusão de elementos formadores dessa fase (Cr e Mo). Com isso, a taxa de nucleação diminui drasticamente, provavelmente devido à escassez dos elementos de liga geradores na região ferrítica. Assim, a evolução da fase sigma após a diminuição da nucleação ocorre principalmente pelo crescimento dos grãos já formados. Esse comportamento pode ser observado nos gráficos de cinética apresentados anteriormente, explicando a aceleração da fração volumétrica da fase σ no início da transformação e a desaceleração da mesma fase quando a fase δ é quase totalmente consumida. Já a alta faixa de erro nos gráficos se deve ao alto erro relativo coeficiente k , que está intimamente ligado às taxas de nucleação e crescimento da fase.

6.1.2.4.1 Taxas de Nucleação e Crescimento da Fase Sigma

A Tabela 11 apresenta os dados estereológicos de $N_{A\sigma}$ e $S_{V\sigma}$ para a avaliação das taxas de nucleação e crescimento.

O comportamento de N_A e $\dot{N}_A$ em função do tempo de envelhecimento são mostrados na Figura 48. A taxa de nucleação corrobora a suposição dada pelo expoente n da equação JMAK, os núcleos tendem a formar-se mais numerosa e rapidamente logo nos primeiros minutos de tratamento térmico, atingindo o pico aos 60 min de tratamento térmico. Em seguida, a taxa de nucleação desacelera rapidamente. Vale ressaltar que a partir desse tempo é notado um acentuado crescimento da fase σ , observando o quase completo consumo da fase δ aos 120 min. O gráfico também sinaliza uma queda de N_A nos últimos tempos de envelhecimento, apontando que os grãos de fase σ já crescem também por meio do consumo de grãos menores da mesma fase.

Agora, a taxa de crescimento ($\dot{G}$), exibida na Figura 49, calculada por meio da equação proposta por CAHN e HAGEL (1963), também demonstra um comportamento de desaceleração em função do tempo de tratamento térmico.

Uma das justificativas para esse comportamento pode ser a formação de *clusters* durante os fenômenos de nucleação e crescimento. Sua formação impede os grãos situados em seu interior de crescerem, ocorrendo o fenômeno *intra-cluster impingement*, como apresentado no trabalho de FERNANDES IGNÁCIO *et al.* (2021), que pode influenciar no crescimento efetivo da fase σ .

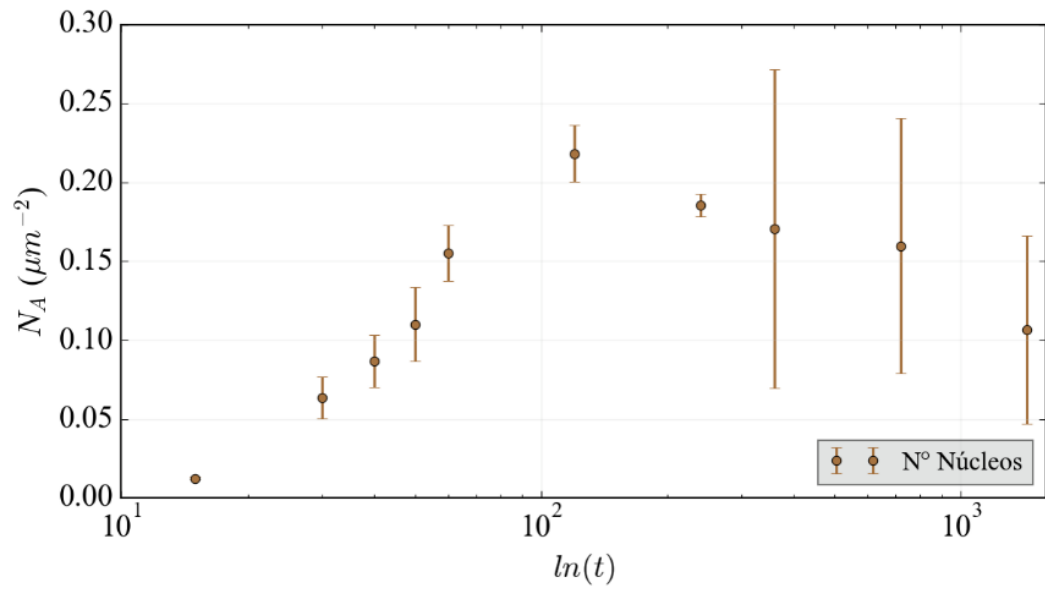
Também foi observado que tanto a taxa de nucleação quanto a taxa de crescimento estão próximas de zero no último tempo de tratamento térmico analisado, indicando que a transformação de fase pode estar perto da conclusão. A Figura 49 também apresenta a evolução da área interfacial dos grãos de fase σ em função do tempo, indicando que após 120 min de tratamento térmico a fase σ passar a apresentar uma dificuldade de crescimento, possivelmente devido ao *impingement*. Além disso, foi possível observar o caminho microestrutural da fase σ , apresentado na Figura 50.

Tabela 11: Número de núcleos por unidade de área (N_A) e área interfacial (S_V) da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico

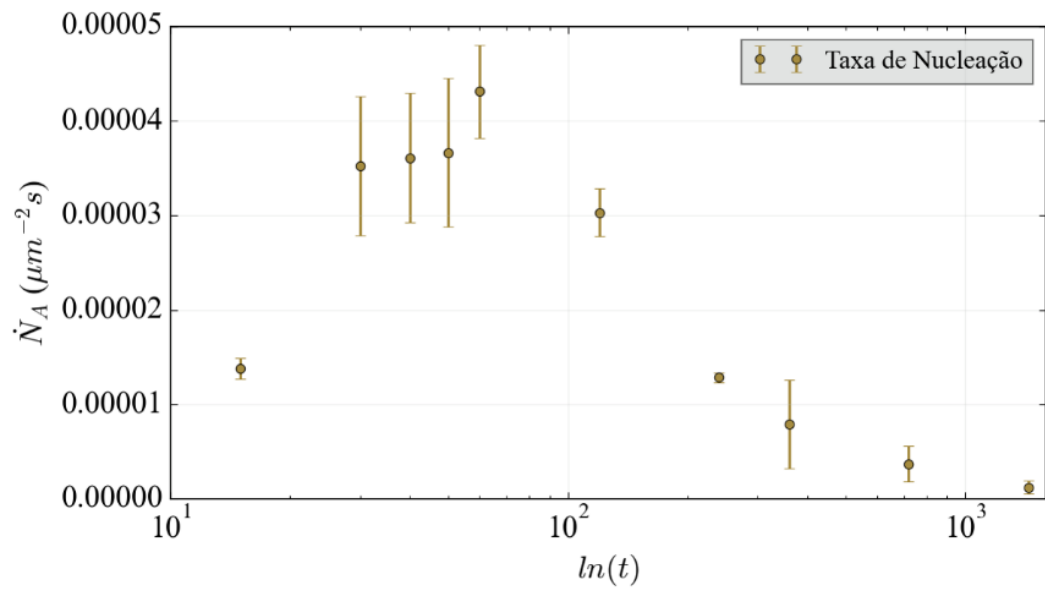
Tempo (min)	N_{A_σ} (μm^{-2})	S_{V_σ} (μm^{-1})
15	$0,123 \pm 0,010$	—
30	$0,627 \pm 0,131$	—
40	$0,855 \pm 0,162$	$0,967 \pm 0,120$
50	$1,086 \pm 0,232$	$1,267 \pm 0,166$
60	$1,532 \pm 0,174$	$2,131 \pm 0,169$
120	$2,153 \pm 0,178$	$3,231 \pm 0,212$
240	$1,831 \pm 0,072$	$3,163 \pm 0,247$
360	$1,683 \pm 0,999$	$2,607 \pm 0,386$
720	$1,577 \pm 0,801$	$2,778 \pm 0,347$
1440	$1,450 \pm 0,713$	$2,462 \pm 0,454$

Fonte: Autor.

Figura 48: Comportamento do (a) número de núcleos por unidade de área (N_A) e (b) a taxa de nucleação ($\dot{N}_A$) da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico.



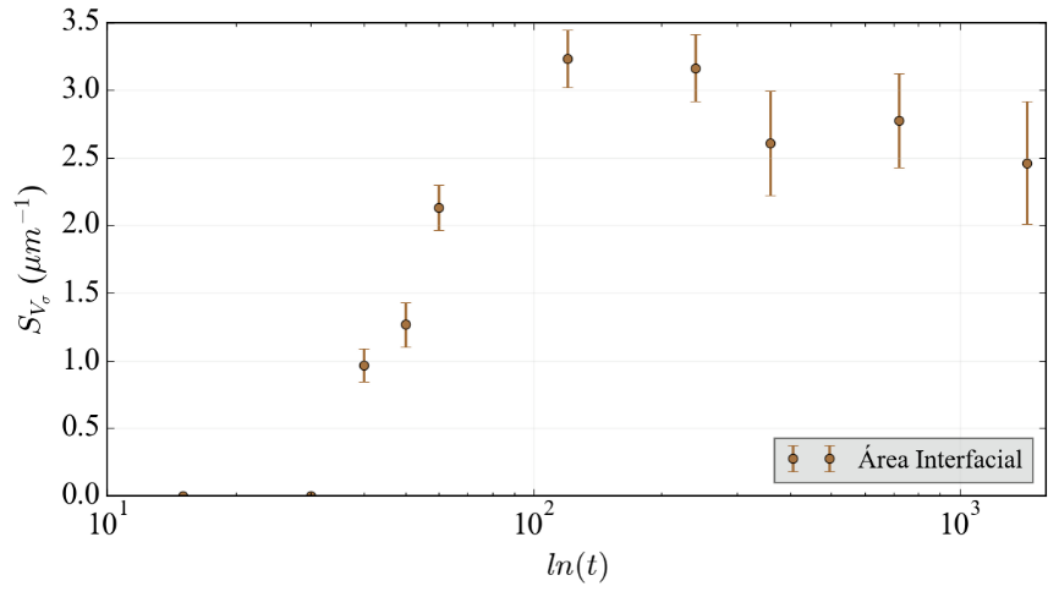
(a)



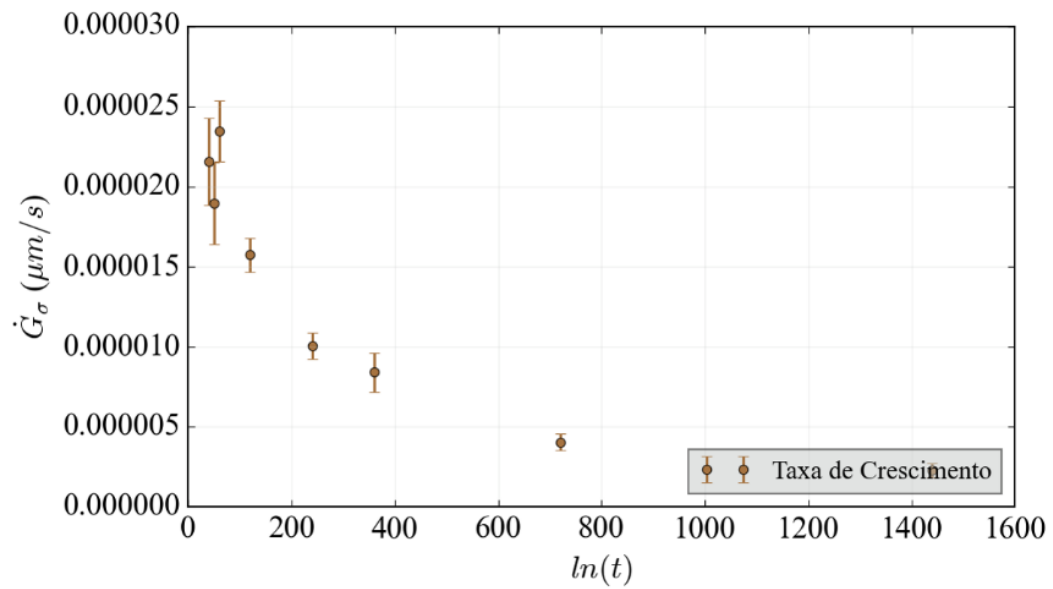
(b)

Fonte: Autor.

Figura 49: Comportamento da (a) Área Interfacial (S_V) e (b) da taxa de Crescimento ($\dot{G}$) da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico.



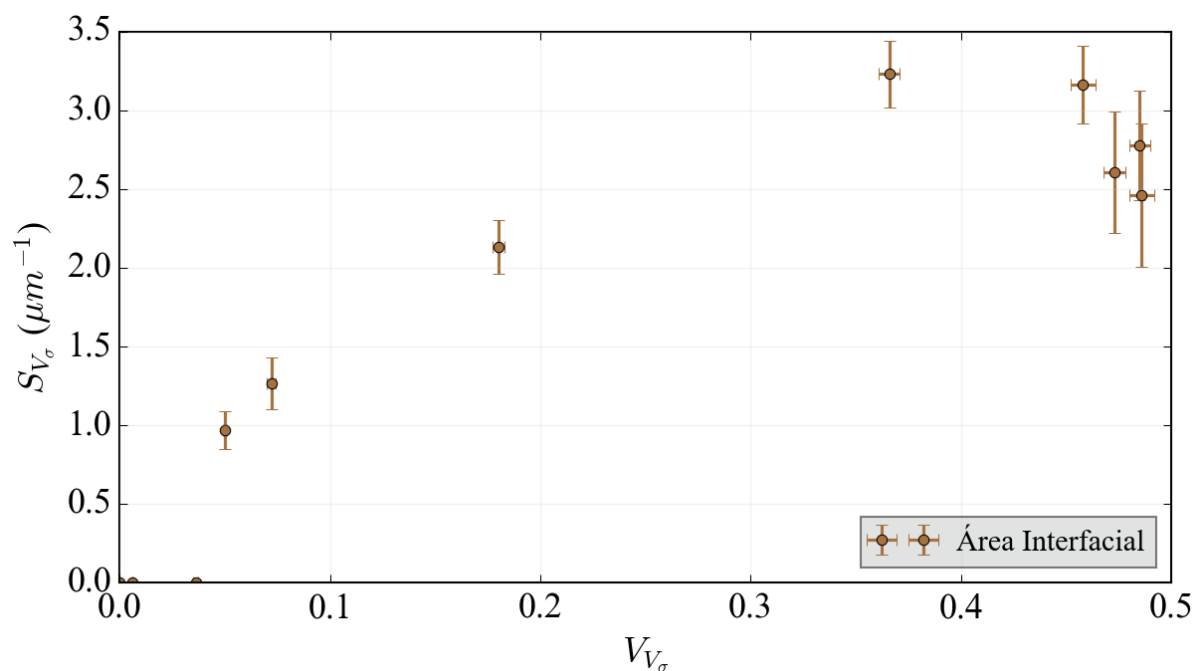
(a)



(b)

Fonte: Autor.

Figura 50: Caminho Microestrutural da fase sigma.



Fonte: Autor.

6.1.2.5 Composição Química via MEV-EDS

Na Tabela 12 é disposta a composição química das fases δ , γ e σ obtida via MEV – EDS em alguns dos tempos de tratamento térmico estudados. Com base nos resultados, foi possível visualizar certa tendência das fases em apresentar maior concentração de alguns elementos de liga específicos. A fase δ possuía maiores concentrações de Cr e Mo, possivelmente por serem elementos ferritizantes e, consequentemente, estabilizadores da fase. Da mesma maneira, a fase γ continha maiores proporções de Ni e Cu. Também se destacam as altas concentrações de Cr e Mo na fase σ , devido a condição da fase intermetálica. YAKEL (1983) estudou a distribuição atômica da fase σ de um aço austenítico e concluiu que a fase possuía sítios onde os elementos de Cr e Mo tendem a posicionar-se com maior probabilidade que átomos de Fe, Ni e Mn.

A Figura 51, Figura 52 e Figura 53 mostram os gráficos que comparam as concentrações de elementos de liga entre os valores obtidos pelo MEV – EDS e o calculado pelo ThermoCalc das fases δ , γ e σ , respectivamente. As fases δ e γ (Figura 51 e Figura 52) apresentam uma composição química virtualmente constante em função do tempo de tratamento térmico, próximas à composição química prevista pelo ThermoCalc quando comparado a temperatura de normalização.

Já a fase σ (Figura 53) mostra uma ligeira variação na sua composição no decorrer do tratamento térmico. Há uma leve diminuição na proporção de Cr e um leve aumento na

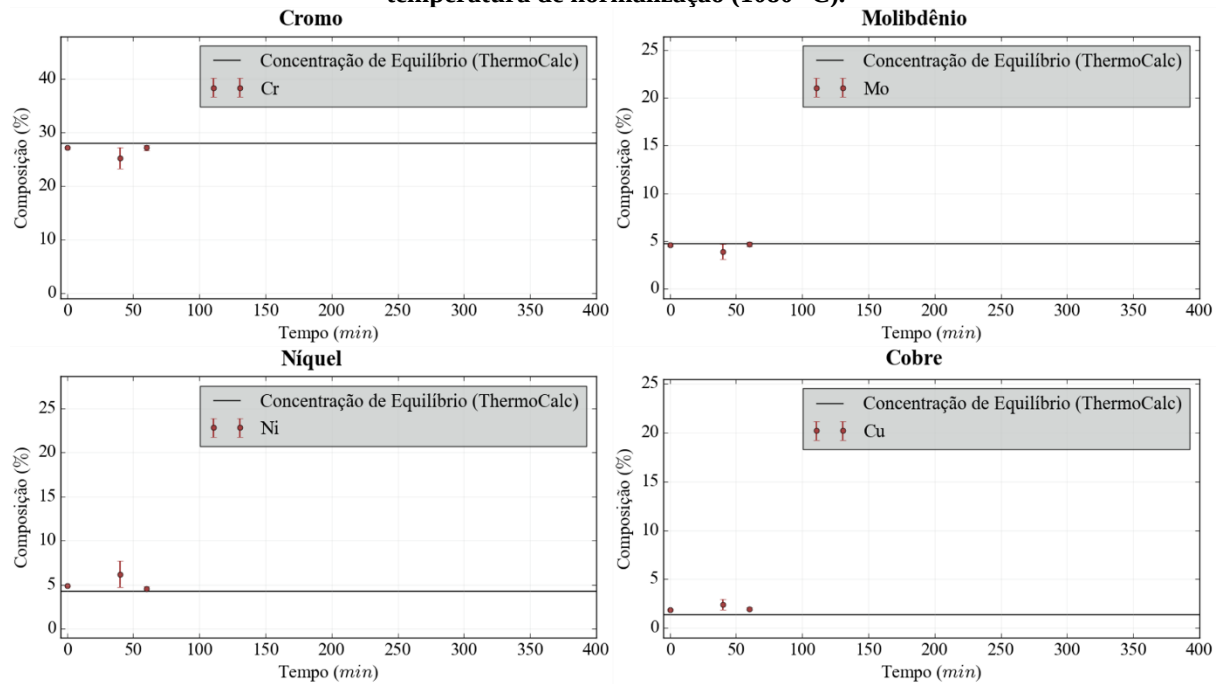
composição de Ni, o Mo apresenta uma diminuição mais acentuada, como também uma maior faixa de erro, provavelmente devido a presença de fase χ próxima a fase σ . Todos os elementos de liga se mostram fora da composição de equilíbrio prevista pelo ThermoCalc.

Tabela 12: Composição química das fases ferrita, austenita e sigma via MEV-EDS na amostra na condição como recebida e nos tempos de 30, 40, 60 e 360 minutos de envelhecimento.

Fase δ					
Tempo	Composição (%)				
(min)	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu
0	$27,17 \pm 0,20$	$4,89 \pm 0,10$	$4,60 \pm 0,15$	$0,93 \pm 0,10$	$1,86 \pm 0,10$
40	$25,19 \pm 1,98$	$6,22 \pm 1,50$	$3,92 \pm 0,80$	$1,00 \pm 0,10$	$2,39 \pm 0,56$
60	$27,17 \pm 0,45$	$4,56 \pm 0,58$	$4,68 \pm 0,23$	$0,82 \pm 0,14$	$1,96 \pm 0,11$
Fase γ					
Tempo	Composição (%)				
(min)	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu
0	$23,18 \pm 0,40$	$7,93 \pm 0,27$	$2,91 \pm 0,18$	$1,08 \pm 0,13$	$2,04 \pm 1,01$
40	$23,56 \pm 1,67$	$7,54 \pm 1,31$	$3,47 \pm 0,73$	$1,09 \pm 0,15$	$2,07 \pm 0,14$
60	$22,83 \pm 0,19$	$7,93 \pm 0,09$	$3,07 \pm 0,24$	$0,94 \pm 0,11$	$2,70 \pm 0,20$
360	$22,97 \pm 0,31$	$7,90 \pm 0,07$	$3,01 \pm 0,12$	$1,20 \pm 0,16$	$2,61 \pm 0,40$
Fase σ					
Tempo	Composição (%)				
(min)	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu
40	$27,20 \pm 0,33$	$4,29 \pm 0,37$	$9,67 \pm 3,27$	$0,84 \pm 0,13$	$1,56 \pm 0,45$
60	$26,41 \pm 0,43$	$4,62 \pm 0,48$	$9,85 \pm 4,38$	$0,96 \pm 0,16$	$1,61 \pm 0,24$
360	$26,53 \pm 2,03$	$5,36 \pm 1,59$	$5,66 \pm 2,71$	$0,97 \pm 0,09$	$2,08 \pm 0,53$

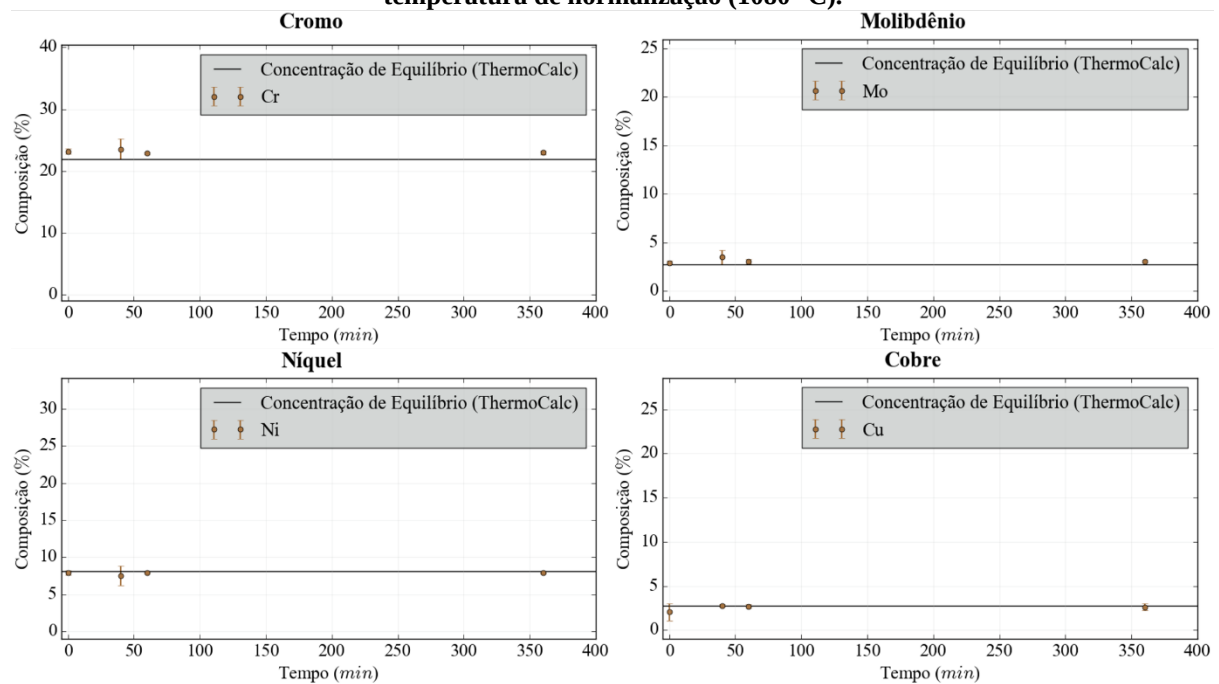
Fonte: Autor.

Figura 51: Concentração de alguns dos elementos de liga na ferrita em função do tempo de exposição ao envelhecimento. A linha cheia destaca a concentração do elemento calculado no ThermoCalc na temperatura de normalização (1080 °C).



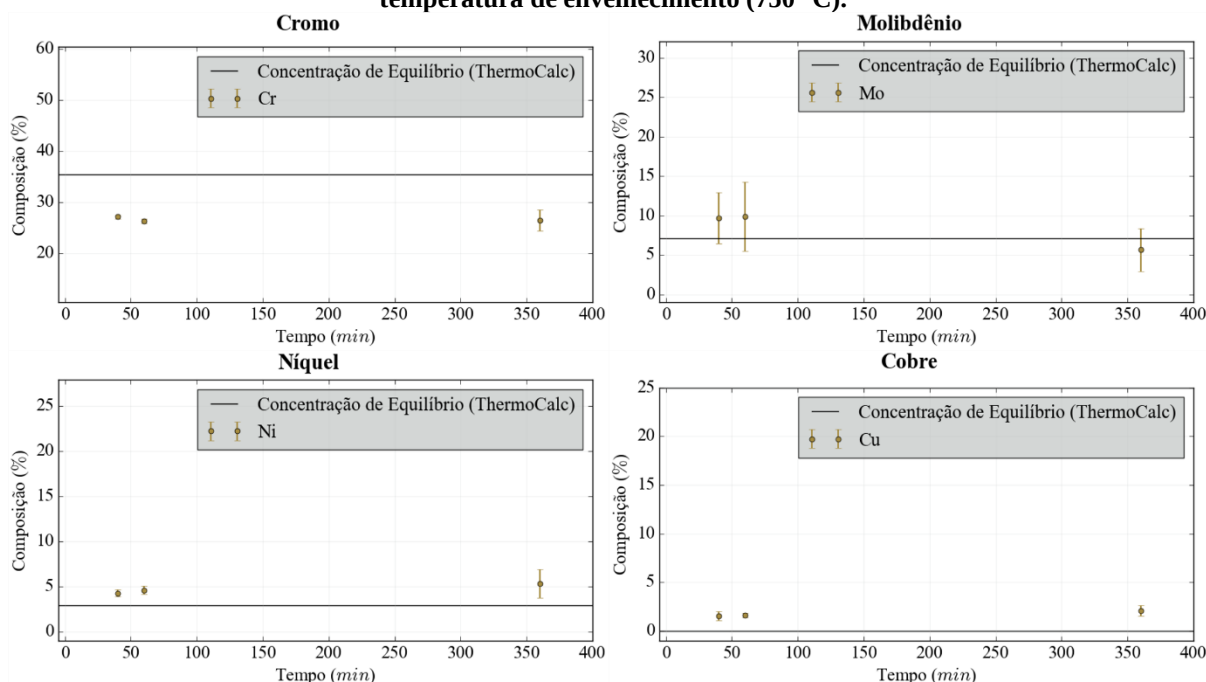
Fonte: Autor.

Figura 52: Concentração de alguns dos elementos de liga na austenita em função do tempo de exposição ao envelhecimento. A linha cheia destaca a concentração do elemento calculado no ThermoCalc na temperatura de normalização (1080 °C).



Fonte: Autor.

Figura 53: Concentração de alguns dos elementos de liga na fase sigma em função do tempo de exposição ao envelhecimento. A linha cheia destaca a concentração do elemento calculado no ThermoCalc na temperatura de envelhecimento (750 °C).

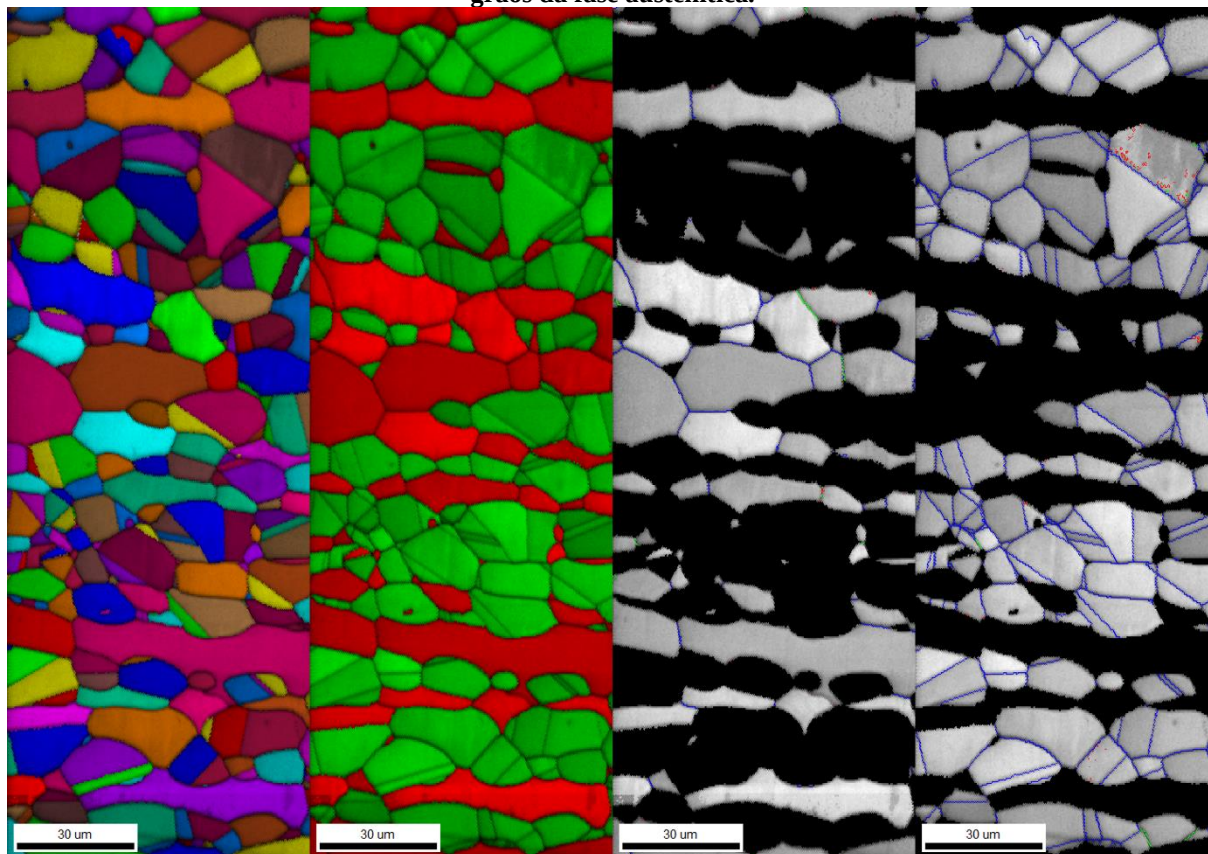


Fonte: Autor.

6.1.2.6 EBSD

A Figura 54 apresenta a micrografia do aço na condição CR, evidenciando as fases δ e γ . Com a varredura do EBSD foi possível observar com maior detalhamento a morfologia das fases, incluindo as maclas de fase γ . A ferrita e austenita, dispostas em forma de trilhas, apresentaram diferentes tamanhos de grão. A fase δ possui, visualmente, maior TG, com uma morfologia mais alongada no sentido longitudinal, enquanto a fase γ apresenta TG levemente inferior que a fase δ e também se mostra mais esférica. Essa característica pode ser explicada pelo trabalho a quente do aço no processo de extrusão. A fase δ , quando deformada, tende a estabilizar sua estrutura por meio de recuperação, distribuindo as discordâncias e formando subgrãos. Já a fase γ tende a recrystalizar-se, formando grãos mais uniformes e estáveis. A recuperação da ferrita e a formação de subgrãos pode justificar a nucleação de fases intermetálicas no interior de seus grãos, sendo os contornos de grão regiões de alta energia que podem catalisar a formação de precipitados.

Figura 54: Micrografia obtida via EBSD da amostra longitudinal na condição CR indicando, da esquerda para direita: distribuição dos grãos, as fases ferrita (vermelho) e austenita (verde), grãos da fase ferrítica e grãos da fase austenítica.

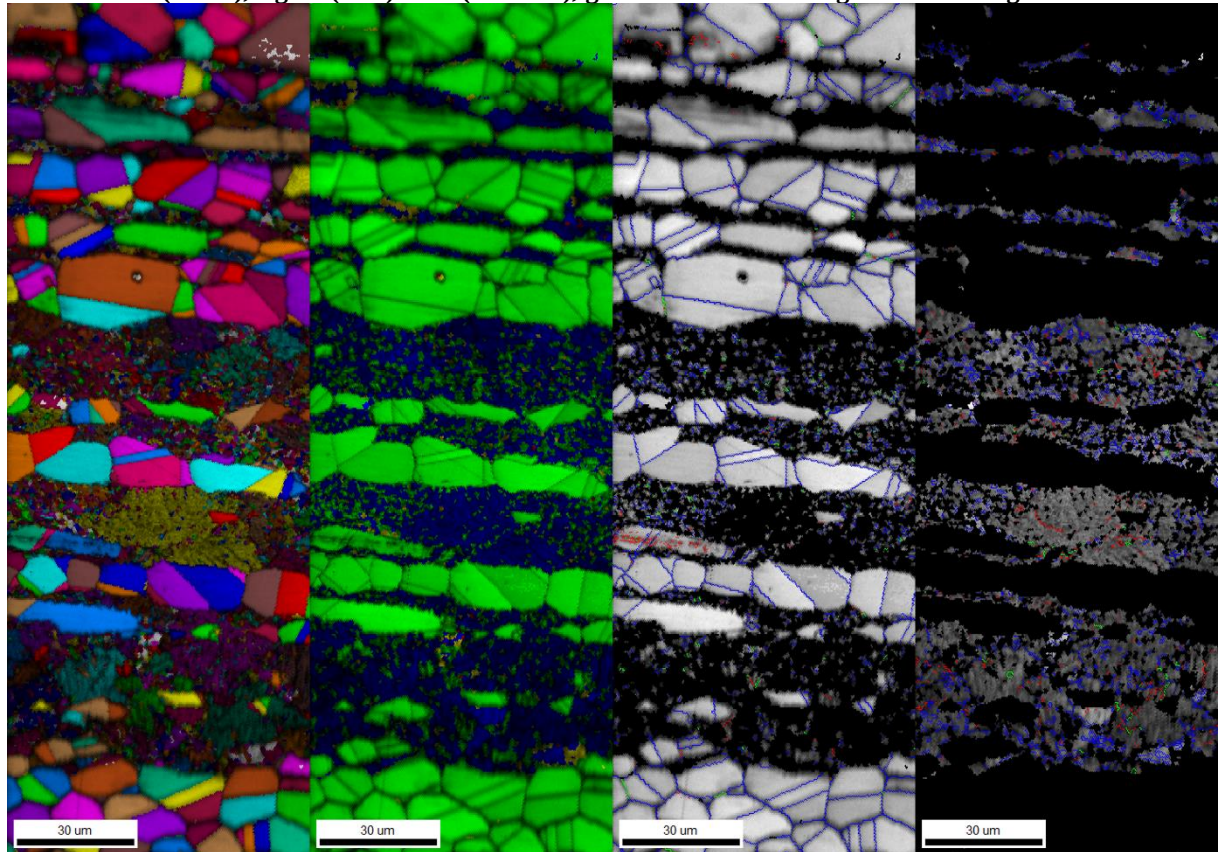


Fonte: Autor.

A Figura 55 apresenta uma varredura por EBSD da amostra longitudinal exposta ao tratamento térmico por 1440 min. Primeiramente, destaca-se a conservação da morfologia da fase γ , mesmo após a quase completa decomposição da fase δ . Ainda é possível observar traços mínimos de ferrita na microestrutura nesse tempo de exposição. A fase χ também se encontra presente em proporção considerada, além da presença da mesma fase nos contornos de grão de fase γ .

Contudo, deve-se ressaltar a alta quantidade de fase γ_2 na microestrutura em conjunto com a fase σ , sendo formada possivelmente pelo colapso da ferrita devido a escassez dos elementos ferritizantes, Cr e Mo, em relação aos elementos austenitizantes.

Figura 55: Micrografia obtida via EBSD da amostra longitudinal exposto ao envelhecimento por 1440 minutos incluindo, da esquerda para direita: distribuição dos grãos, as fases ferrita (vermelho), austenita (verde), sigma (azul) e chi (amarelo), grãos de austenítica e grãos de fase sigma.



Fonte: Autor.

A Tabela 13 apresenta a fração volumétrica das fases nas amostras CR e 1440 min. É possível observar uma quantidade maior de γ_2 em comparação a fração volumétrica calculada com MO, a proporção de fase χ ainda se mostra considerável, sabendo que a fase não se encontra presente na condição estável.

Tabela 13: Fração volumétrica das fases ferrita, austenita, sigma e chi calculado por meio de EBSD.

Fase	CR	1440 min
V_{V_δ}	$(0,520 \pm 0,042)$	$(0,0012 \pm 0,0002)$
V_{V_γ}	$(0,480 \pm 0,042)$	$(0,640 \pm 0,031)$
V_{V_σ}	—	$(0,319 \pm 0,030)$
V_{V_χ}	—	$(0,039 \pm 0,009)$

Fonte: Autor.

6.1.3 Ensaio de Microdureza

Com base nos resultados obtidos pelo ensaio, a Tabela 14 apresenta os valores de microdureza de cada amostra e a Figura 56 mostra o comportamento da microdureza em função do tempo de exposição. É possível constatar que a microdureza apresenta um comportamento sigmoidal, semelhante ao comportamento da fração volumétrica da fase σ em função do tempo de transformação, apontando que a elevação da dureza do material se deve à influência dessa fase.

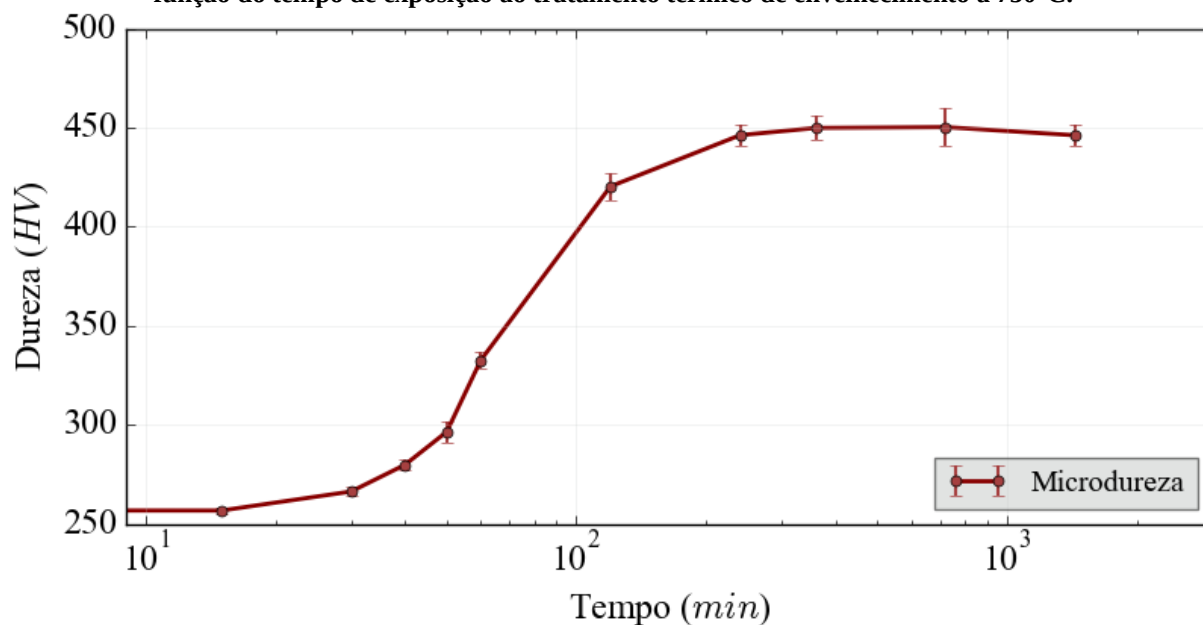
A Figura 57 expõe o comportamento da microdureza Vickers em função de sua fração volumétrica. Percebe-se um nítido comportamento linear da microdureza com uma ótima aproximação, podendo indicar que essa propriedade pode ser prevista pela média ponderada das frações volumétricas de cada fase presente. A regressão linear realizada por mínimos quadrados manifestou uma ótima aproximação, como pode ser vista no gráfico. As constantes da equação da reta são expressas na Tabela 15 juntamente com a precisão relativa (RA), seguindo a equação $HV = c_0 + c_1 V_{V_\sigma}$. O valor de RA apresenta um bom ajuste.

Tabela 14: Microdureza Vickers (HV) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento a 750°C.

Tempo (min)	Microdureza (HV)
0	306 ± 7
15	257 ± 2
30	267 ± 2
40	280 ± 2
50	297 ± 5
60	333 ± 5
120	420 ± 7
240	446 ± 5
360	450 ± 6
720	450 ± 10
1440	446 ± 5

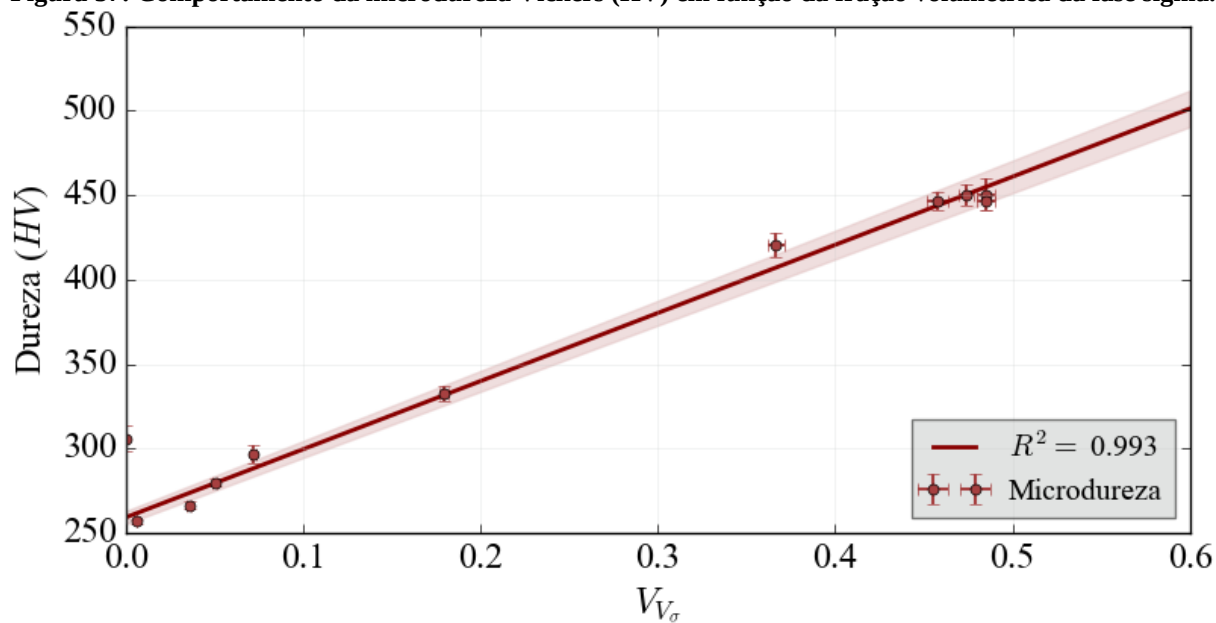
Fonte: Autor.

Figura 56: Comportamento da microdureza Vickers (HV) do aço inoxidável super-duplex UNS S32550 em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento a 750°C.



Fonte: Autor.

Figura 57: Comportamento da microdureza Vickers (HV) em função da fração volumétrica da fase sigma.



Fonte: Autor.

Tabela 15: Valores das constantes c_0 e c_1 do comportamento da microdureza Vickers em função da fração volumétrica da fase sigma.

	Valor	RA
c_0	395 ± 13	0,033
c_1	263 ± 5	0,019

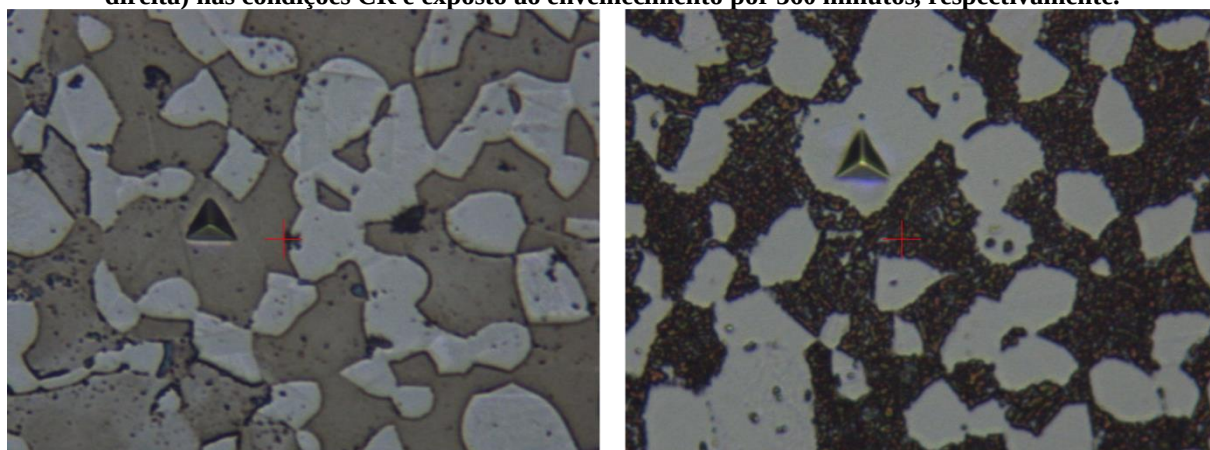
Fonte: Autor.

Uma atenção também pode ser dada na microdureza do material na condição como recebida, superior a microdureza do material a partir do início do tratamento térmico. Um fator explicativo para essa significativa diferença de dureza é a tensão residual causada pelo resfriamento do aço durante a têmpera, que é dissipada quando exposto novamente a altas temperaturas.

6.1.4 Ensaio de Ultra-microdureza

A Figura 58 mostra as impressões de ultra-microdureza nas fases δ e γ na condição CR e 360 min e a Figura 59 apresenta as curvas de carregamento-descarregamento das fases δ , γ e σ , respectivamente. Os resultados de H (em GPa) das fases δ e γ mostraram-se superiores aos valores esperados devido ao fenômeno ISE. Observa-se um ótimo R^2 nas curvas de descarregamento, embora a curva da fase σ mostra-se consideravelmente menor do que as demais fases, provavelmente sendo afetado pelas interfaces da fase σ , pois o ensaio foi realizado dentro dos *clusters* da fase. Em razão disso, os valores de H e E mostraram-se com erros mais elevados.

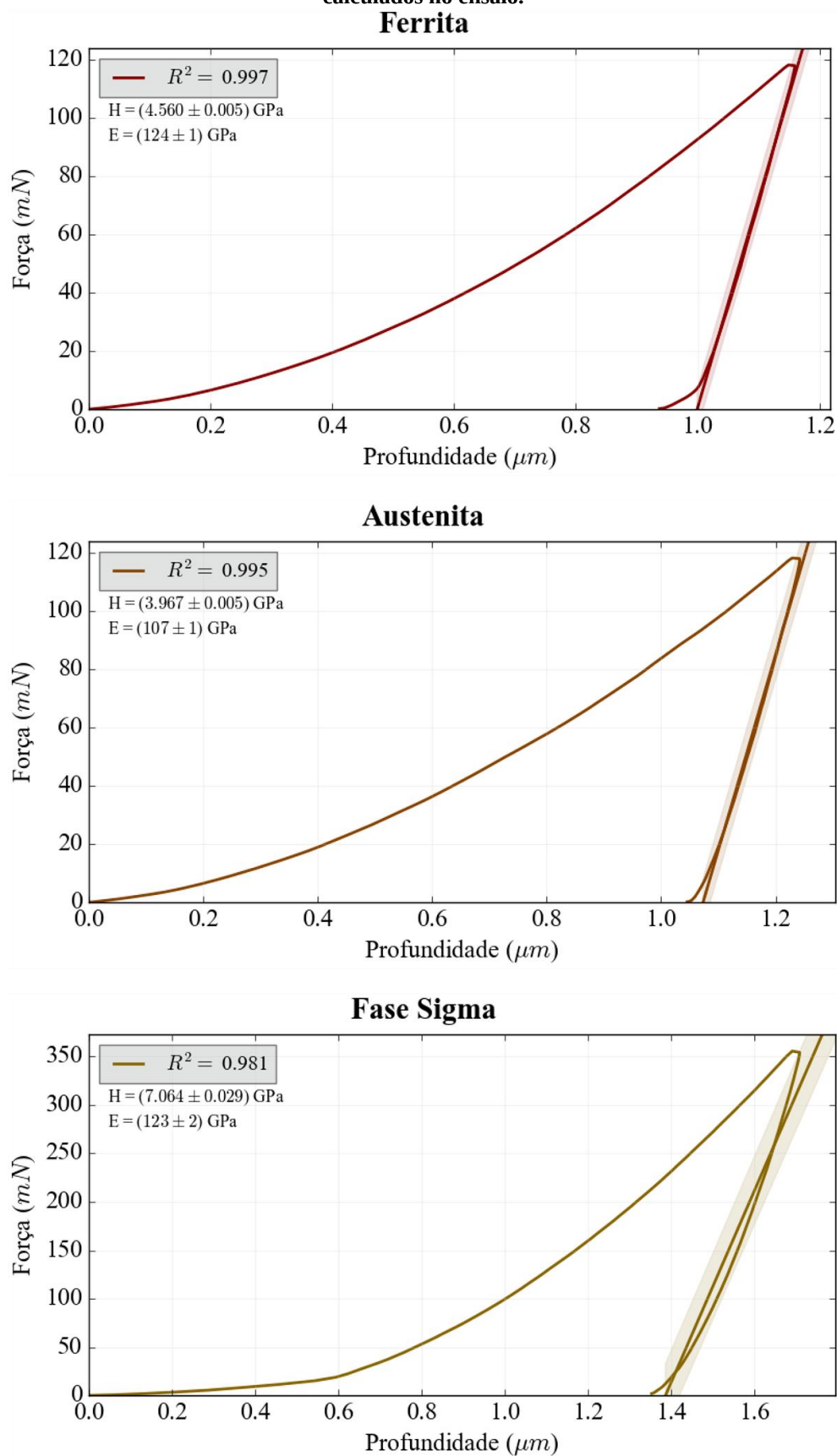
Figura 58: Impressões formadas pelo penetrador de Berkovich nas fases ferrita (a esquerda) e austenita (a direita) nas condições CR e exposto ao envelhecimento por 360 minutos, respectivamente.



Fonte: Autor.

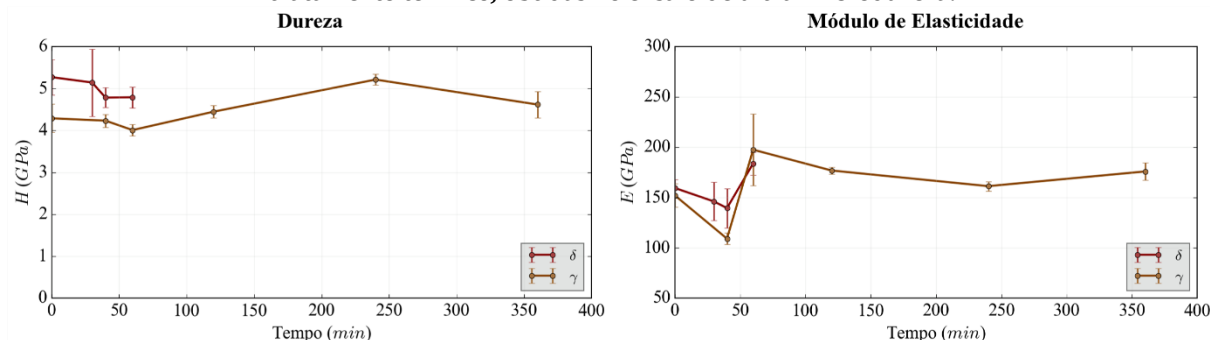
Também foi realizada a comparação dos valores de H e E das fases δ e γ em função do tempo de tratamento térmico, descrita na Figura 60, os valores estão detalhados na Tabela 16. Observa-se um relaxamento na dureza, principalmente na fase δ , nos primeiros minutos de tratamento térmico em relação a dureza das fases na condição CR, assim como ocorrido na microdureza. Após isso, as fases aparentam manter-se virtualmente constante, excetuando a dureza mais acentuada da fase γ aos 240 min de tratamento térmico. Vale considerar que a partir desse período a medição da dureza somente na fase γ foi dificultada devido a presença de precipitados com contornos de grão $\gamma - \gamma$.

Figura 59: Curvas de carregamento-descarregamento das fases ferrítica, austenítica e sigma, indicando a regressão da região de descarregamento com coeficiente de determinação R^2 e os valores de H e E calculados no ensaio.



Fonte: Autor.

Figura 60: Valores de dureza e módulo de elasticidade das fases ferrita e austenita em função do tempo de tratamento térmico, obtidas no ensaio de ultra-microdureza.



Fonte: Autor.

Tabela 16: Valores de dureza (H) e módulo de elasticidade (E), em GPa, em função do tempo de envelhecimento.

Tempo (min)	Dureza (GPa)		Módulo de Elasticidade (GPa)	
	δ	γ	δ	γ
0	(5,27 ± 0,42)	(4,29 ± 0,34)	(159,5 ± 8,1)	(152,2 ± 11,6)
30	(5,14 ± 0,80)	—	(146,1 ± 16,9)	—
40	(4,78 ± 0,24)	(4,23 ± 0,15)	(139,6 ± 19,4)	(109,2 ± 5,9)
60	(4,79 ± 0,25)	(4,01 ± 0,14)	(183,9 ± 11,47)	(197,6 ± 35,5)
120	—	(4,45 ± 0,15)	—	(176,9 ± 3,6)
240	—	(5,21 ± 0,13)	—	(161,4 ± 4,8)
360	—	(4,62 ± 0,32)		(176,0 ± 8,8)

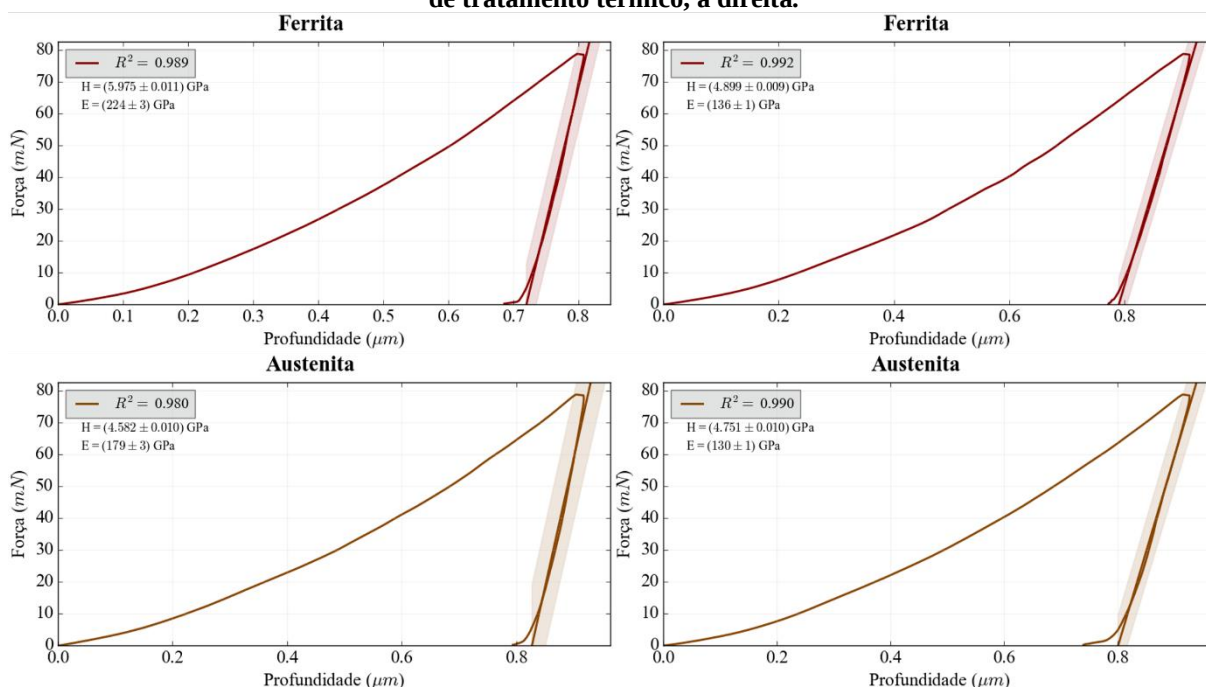
Fonte: Autor.

Como dito anteriormente, houve uma diminuição relevante da dureza entre a amostra na condição CR e nos primeiros minutos de tratamento térmico. É possível observar que o decréscimo da dureza geral se deve principalmente a fase δ, podendo-se observar a diferença de dureza nos valores apresentados na Figura 61.

Nota-se na figura que a dureza da fase δ na condição CR é muito maior em relação a fase γ na mesma condição. Mas nos primeiros minutos de tratamento térmico a dureza da fase δ decai atingindo aproximadamente o mesmo valor que a fase γ e logo em seguida estabiliza-se. Um dos fatores que pode desencadear a diminuição da dureza pode ser a difusão do soluto na fase δ para os núcleos de fase σ em formação. Além disso, pode-se supor que a ferrita tenha sofrido recuperação durante a deformação a quente do aço, diferente da austenita onde a recristalização tende a ser facilitada. Nesse caso, a recuperação da fase pode não ter sido

completa e, assim, ter deixado tensões residuais de deformação. (PADILHA; SICILIANO JUNIOR, 2005)

Figura 61: Ultra-microdureza das fases ferrita e austenita na condição CR, a esquerda, e após 30 minutos de tratamento térmico, a direita.



Fonte: Autor.

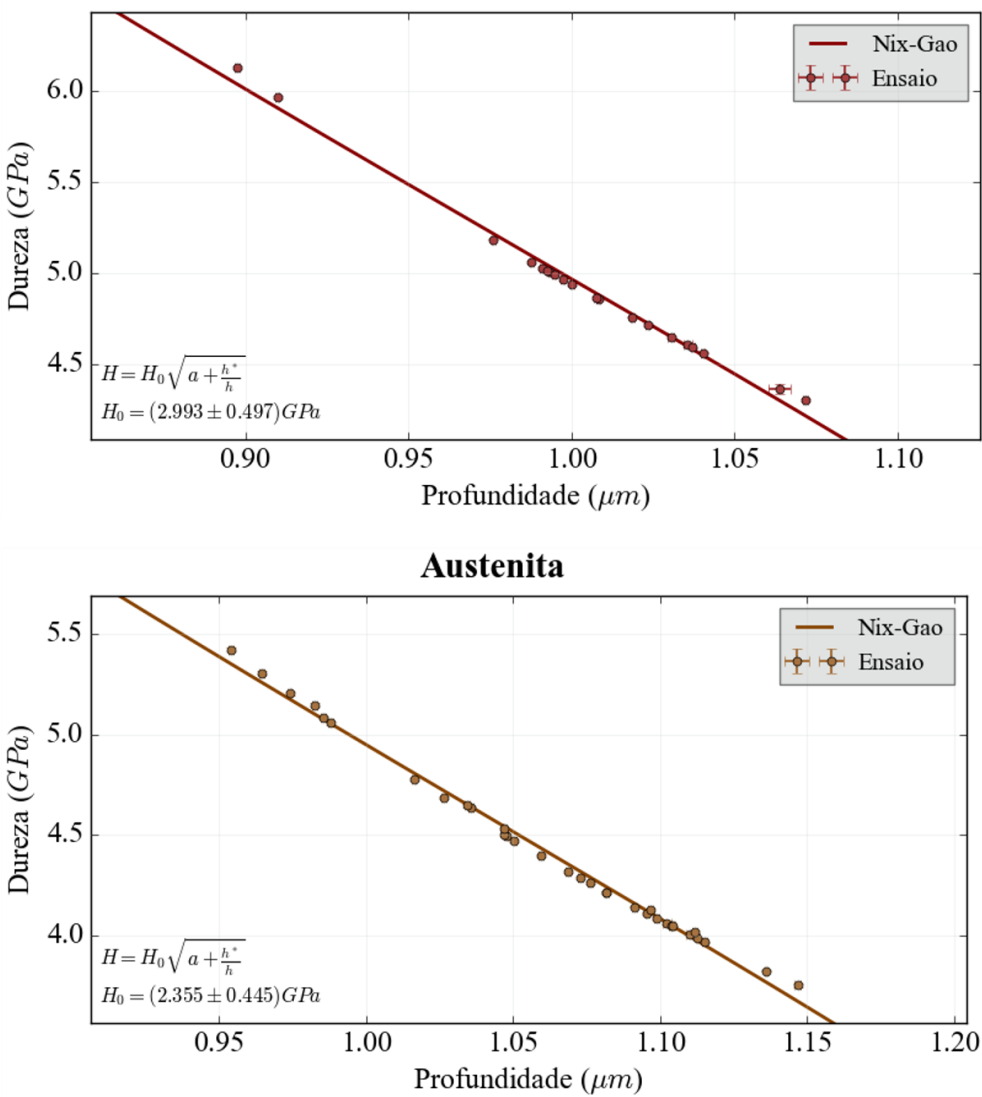
Por fim, foi utilizada a regressão das durezas no modelo de Nix-Gao da equação 26. A aproximação numérica é mostrada na Figura 62. A dureza H_0 obtida, juntamente com sua conversão para dureza Vickers e o coeficiente de determinação do modelo estão expressos na Tabela 17. Os valores obtidos de dureza Vickers mostram-se condizentes com os resultados observados na microdureza do aço geral, quando relacionado à regra das misturas.

Tabela 17: Dureza das fases ferrita e austenita obtidas no modelo de Nix-Gao.

Fase	H_0 (GPa)	HV	R^2
δ	$(2,99 \pm 0,50)$	(305 ± 50)	0,9914
γ	$(2,36 \pm 0,45)$	(238 ± 45)	0,9947

Fonte: Autor.

Figura 62: Aproximação numérica do modelo de Nix-Gao das fases ferrita e austenita.



Fonte: Autor.

A ultra-microdureza e o módulo de elasticidade da fase σ , medida na amostra 360 min, é apresentada na Tabela 18.

Tabela 18: Dureza e módulo de elasticidade da fase sigma obtidos no ensaio de ultra-microdureza.

	H		E
	(GPa)	(HV)	(GPa)
σ	$6,45 \pm 0,07$	658 ± 7	$112,2 \pm 3,8$

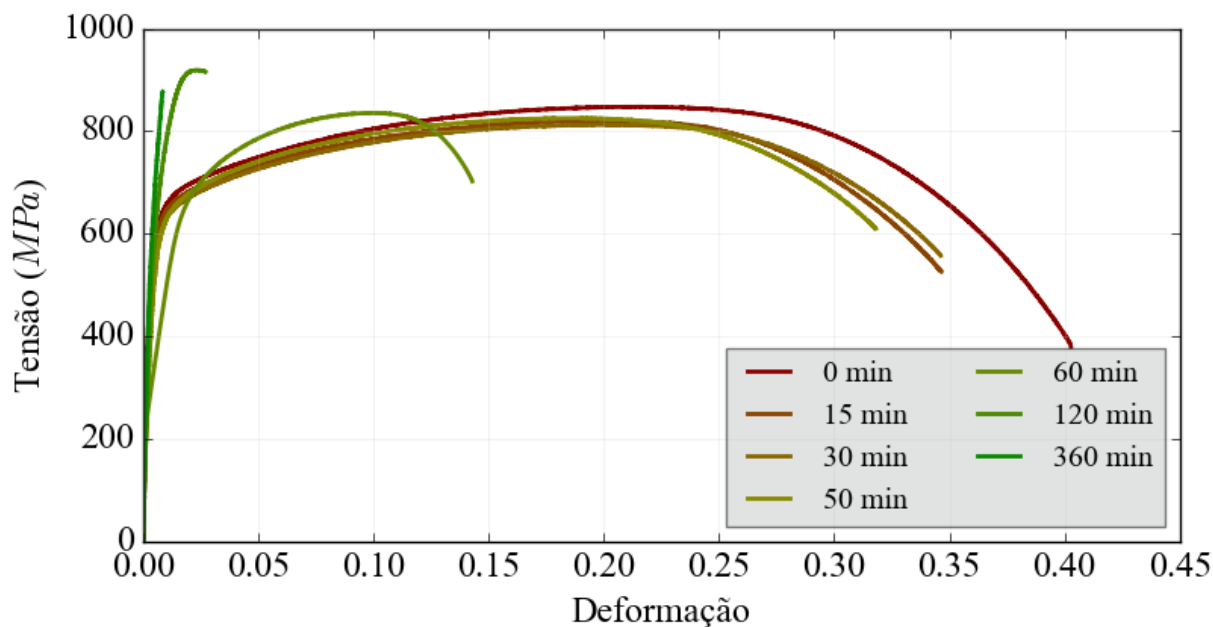
Fonte: Autor.

6.1.5 Ensaio de Tração

Com relação ao ensaio de tração, a Figura 63 exibe a comparação das curvas de tensão-deformação de engenharia de cada um dos corpos-de-prova ensaiados. Pode-se

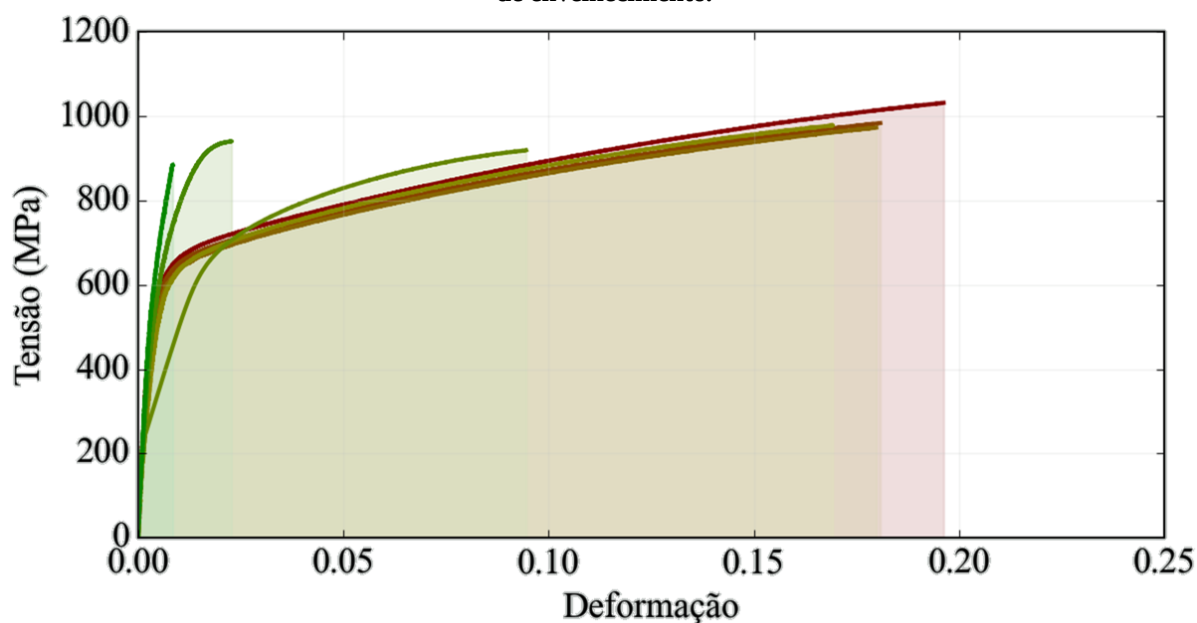
correlacionar que o tempo de tratamento térmico e, consequentemente, crescimento da fase σ está intimamente ligado ao aumento da resistência e a diminuição da tenacidade do aço quando exposto à temperatura estudada, chegando a não haver mais regime plástico aos 360 min de envelhecimento. A Figura 64 apresenta as curvas de tensão-deformação verdadeira.

Figura 63: Curvas tensão-deformação de engenharia dos corpos-de-prova submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento.



Fonte: Autor.

Figura 64: Curvas tensão-deformação verdadeira dos corpos-de-prova submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento.



Fonte: Autor.

Torna-se possível, através do gráfico, observar a alteração nas propriedades de alongamento, limite de resistência, limite de escoamento e energia absorvida na deformação. As curvas descrevem as regiões de regime elástico e plástico dos corpos-de-prova e é possível notar que a energia absorvida pelo regime elástico aumenta e, em contraponto, a energia absorvida no regime plástico diminui, corroborando com o aumento na resistência mecânica. O corpo-de-prova da condição como recebida mostra-se com comportamento dúctil, apresentando alto alongamento e notável resistência mecânica.

No primeiro tempo de observação é notada uma diminuição tanto da resistência mecânica quanto do alongamento, o decréscimo no limite de resistência pode ser devido a dissipação da tensão residual causada pela têmpera, como esclarecido na microdureza. Após isso, vê-se um gradual aumento da resistência mecânica, da mesma forma a tenacidade decresce. No último tempo de tratamento térmico estudado já não há comportamento plástico no corpo-de-prova.

Os valores das propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração estão dispostos na Tabela 19, juntamente com a fração volumétrica da fase σ .

Tabela 19: Propriedades de resistência mecânica e tenacidade e a fração volumétrica da fase sigma dos corpos-de-prova.

Resistência Mecânica							
Tempo (min)	V_{V_σ} (%)	LR (MPa)	LE (MPa)	E (GPa)	Equação de Hollomon		
					K (MPa)	n_ϵ	R^2
0	–	848	590	$172,0 \pm 0,8$	$1434,4 \pm 0,4$	$0,1998 \pm 0,0001$	0,9990
15	$0,64 \pm 0,09$	821	589	$149,4 \pm 0,8$	$1355,8 \pm 0,5$	$0,1860 \pm 0,0002$	0,9987
30	$1,17 \pm 0,14$	813	580	$129,3 \pm 0,7$	$1340,6 \pm 0,4$	$0,1843 \pm 0,0001$	0,9990
50	$1,48 \pm 0,17$	826	584	$114,6 \pm 0,6$	$1348,1 \pm 0,4$	$0,1771 \pm 0,0001$	0,9990
60	$2,88 \pm 0,54$	836	630	$159,0 \pm 1,6$	$1399,0 \pm 0,3$	$0,1685 \pm 0,0001$	0,9998
120	$20,30 \pm 2,44$	919	812	$156,9 \pm 0,8$	$1732,7 \pm 11,4$	$0,1416 \pm 0,0014$	0,9887
360	$44,66 \pm 3,56$	878	–	$190,4 \pm 0,5$	–	–	–
Tenacidade							
Tempo (min)	V_{V_σ} (%)	A_L	Z	U_R (GPa)	U_D (GPa)	U_T (GPa)	
0	–	0,394	0,840	2,07	167,83	169,90	
15	$0,64 \pm 0,09$	0,342	0,693	2,21	148,16	150,37	
30	$1,17 \pm 0,14$	0,319	0,668	2,33	145,30	147,64	
50	$1,48 \pm 0,17$	0,142	0,650	2,61	137,23	139,84	
60	$2,88 \pm 0,54$	0,028	0,521	7,29	64,45	71,75	
120	$20,30 \pm 2,44$	0,011	0,086	2,33	14,28	16,61	
360	$44,66 \pm 3,56$	–	–	4,80	–	4,80	

Fonte: Autor.

É possível observar que as propriedades de resistência e de tenacidade possuem comportamentos distintos em função dessa fase. Também é visto que, através do coeficiente de determinação da equação de Hollomon, essa equação prevê de forma segura o comportamento plástico do aço.

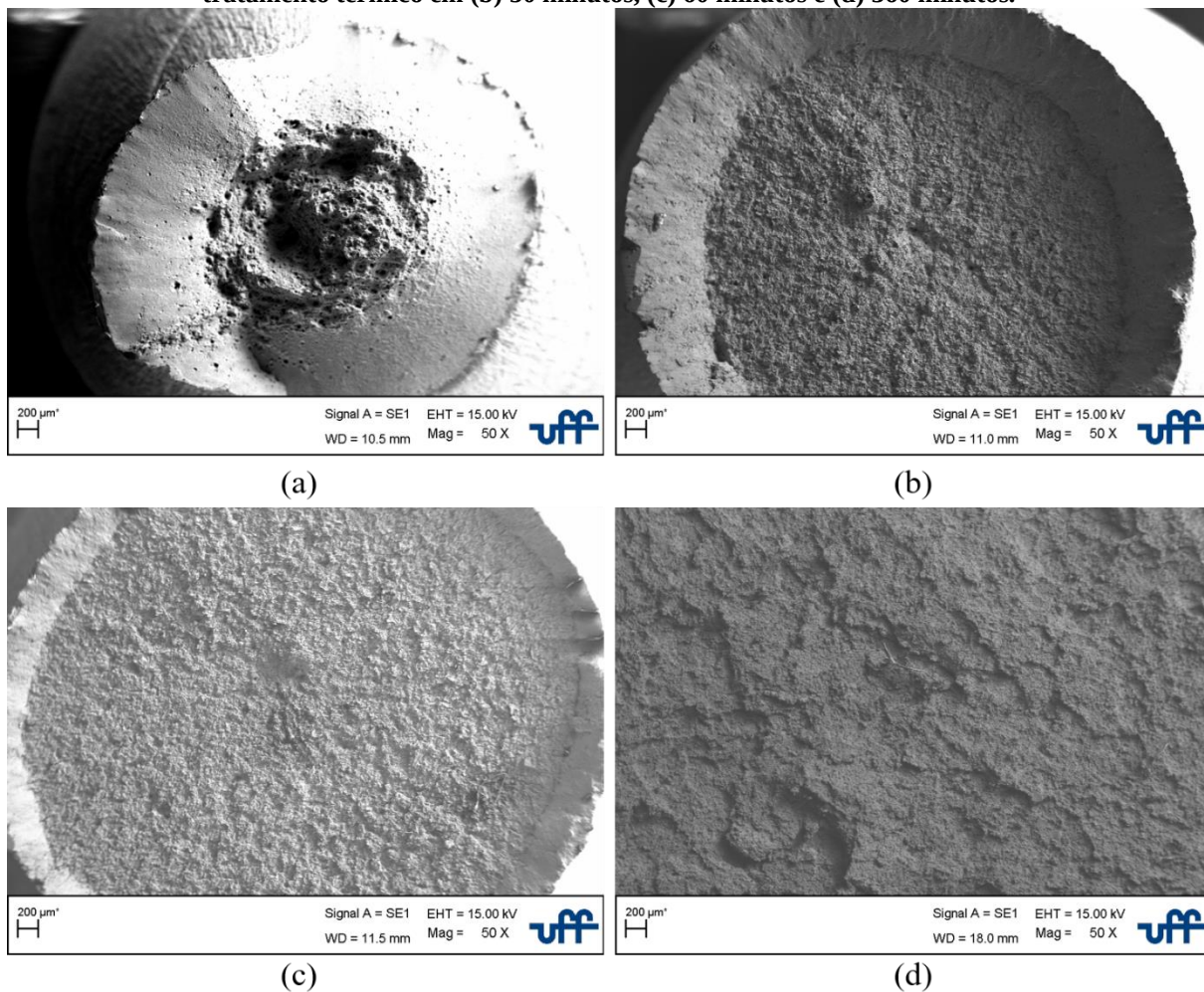
Identificou-se por meio da Figura 65 os aspectos de fratura de alguns dos corpos-de-prova ensaiados. Em (a) é possível observar que na condição CR o corpo-de-prova comportou-se de forma completamente dúctil, com o aspecto de fratura taça-cone. Em (b) e (c) é visto um comportamento transitório e, por fim, em (d) é notado o aspecto de fratura totalmente frágil.

O CP na condição como recebida (Figura 66) apresentou uma extensa quantidade de microvazios presentes no centro do espécime. Também se observa uma fratura intergranular, contornando os grãos de δ e γ . Já aos 50 min de envelhecimento (Figura 67) destaca-se a presença de regiões de fratura mais irregulares.

PAULSEN *et al.* (2018) observaram a presença de microtrincas em *clusters* de fase σ e nos contornos de δ com fase χ no aço inoxidável duplex 2507 após o ensaio de tração, indicando que as fases intermetálicas são mais susceptíveis a formação e propagação de trincas. Esse comportamento mostra-se presente aos 60 min de envelhecimento, como visto na Figura 67. Por fim, a fratura intragranular e clivagem se faz presente aos 120 min de envelhecimento e torna-se quase predominante aos 360 min (Figura 68).

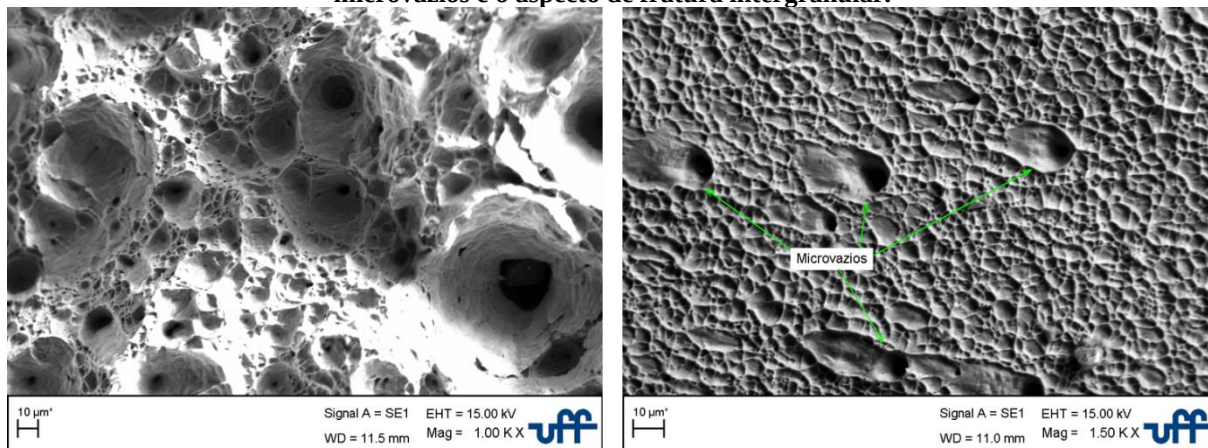
Por fim, tem-se na Figura 69, a microestrutura dos CP's após o ensaio. É possível enxergar a alta deformação das fases δ e γ e a presença de microtrincas na condição CR, porém, se percebe também que a intensidade da deformação diminui em função da quantidade de fase deletérias presentes na microestrutura, sendo inexistente aos 120 min de envelhecimento. Da mesma maneira, é possível observar que as microtrincas se apresentam mais próximas da fase σ quando esta está presente.

Figura 65: Fratura dos corpos-de-prova na (a) condição como recebida e nos tempos de exposição ao tratamento térmico em (b) 50 minutos, (c) 60 minutos e (d) 360 minutos.



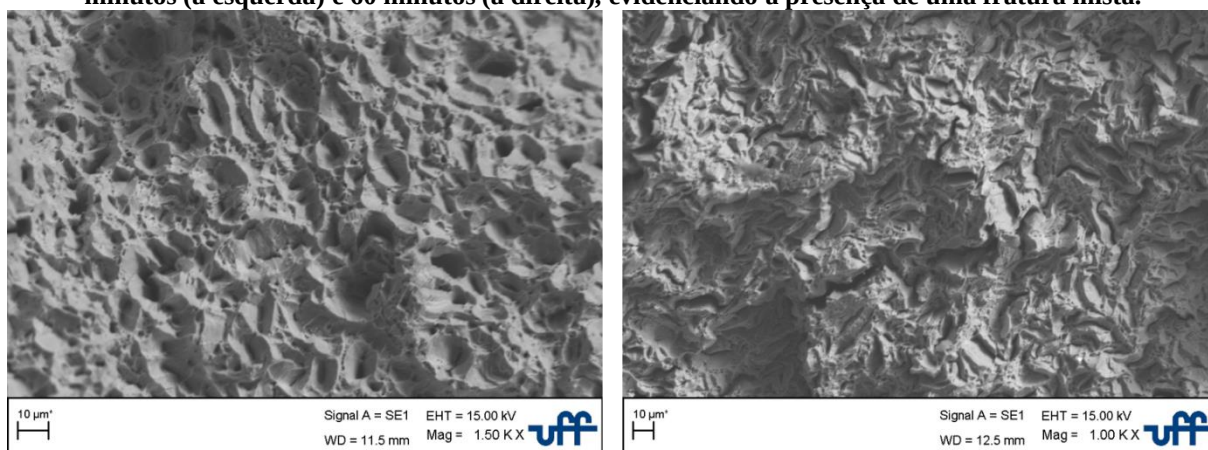
Fonte: Autor.

Figura 66: Comportamento de fratura do CP na condição como recebida. Sendo à esquerda a região central e à direita a região da extremidade da seção reta da parte útil, em ambos é possível observar microvazios e o aspecto de fratura intergranular.



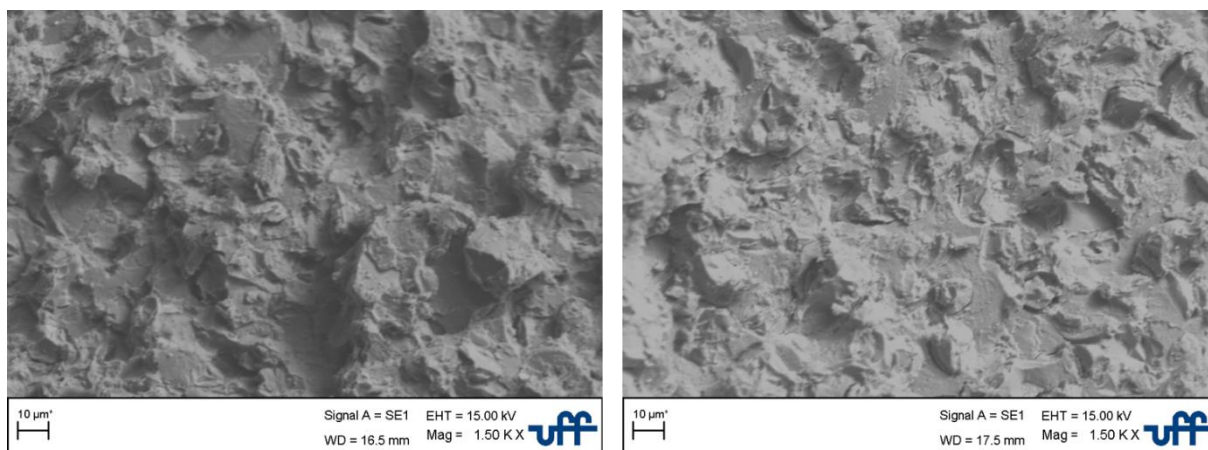
Fonte: Autor.

Figura 67: Aspecto da fratura no centro dos corpos-de-prova submetidos ao envelhecimento por 50 minutos (a esquerda) e 60 minutos (a direita), evidenciando a presença de uma fratura mista.



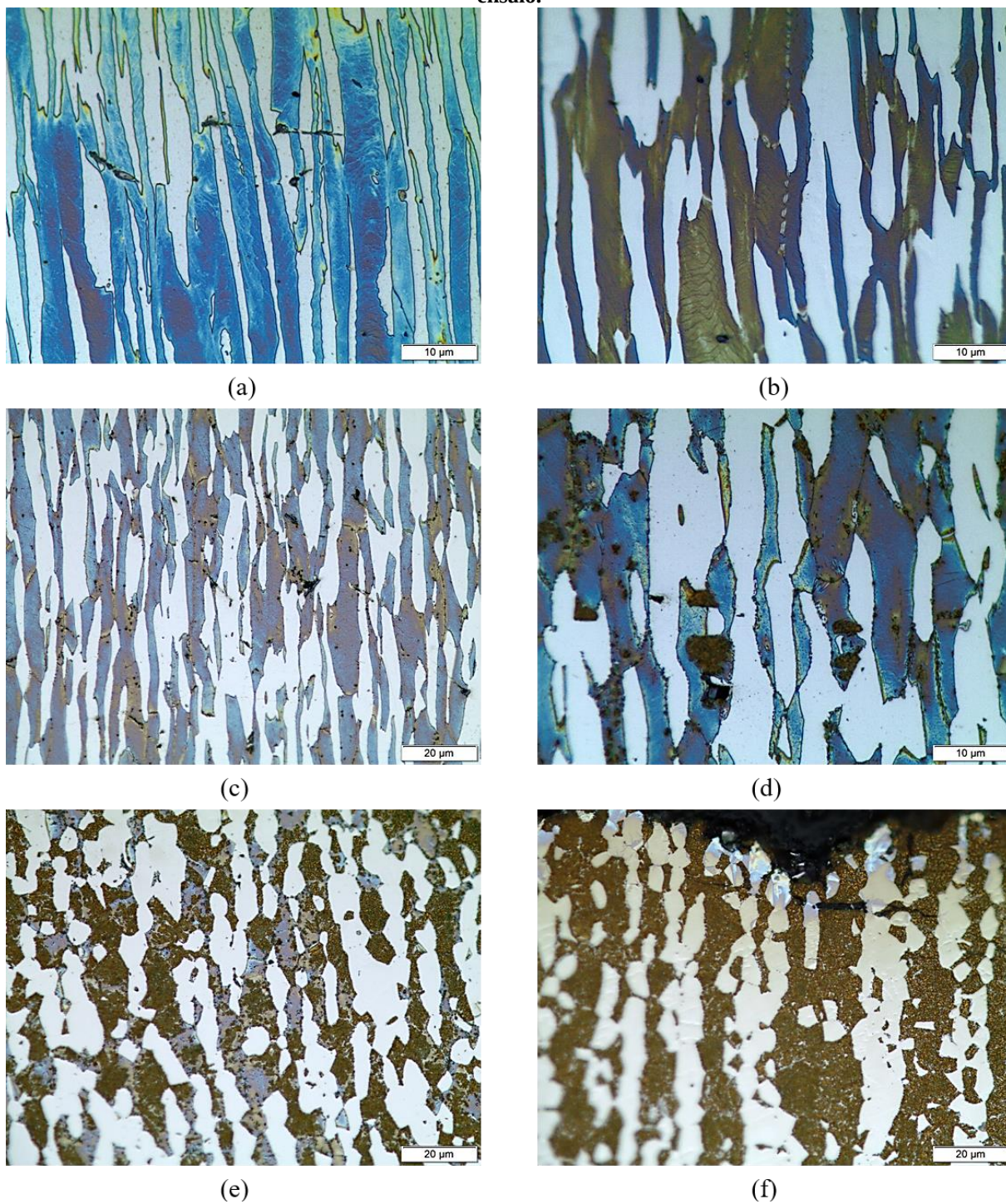
Fonte: Autor.

Figura 68: Aspecto da fratura no centro dos corpos-de-prova submetidos ao envelhecimento por 120 minutos (a esquerda) e 360 minutos (a direita), evidenciando a presença de clivagem.



Fonte: Autor.

Figura 69: Microestrutura dos corpos-de-prova (a) na condição como recebida e submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento nos tempos de (b) 15, (c) 50, (d) 60, (e) 120 e (f) 360 minutos após o ensaio.

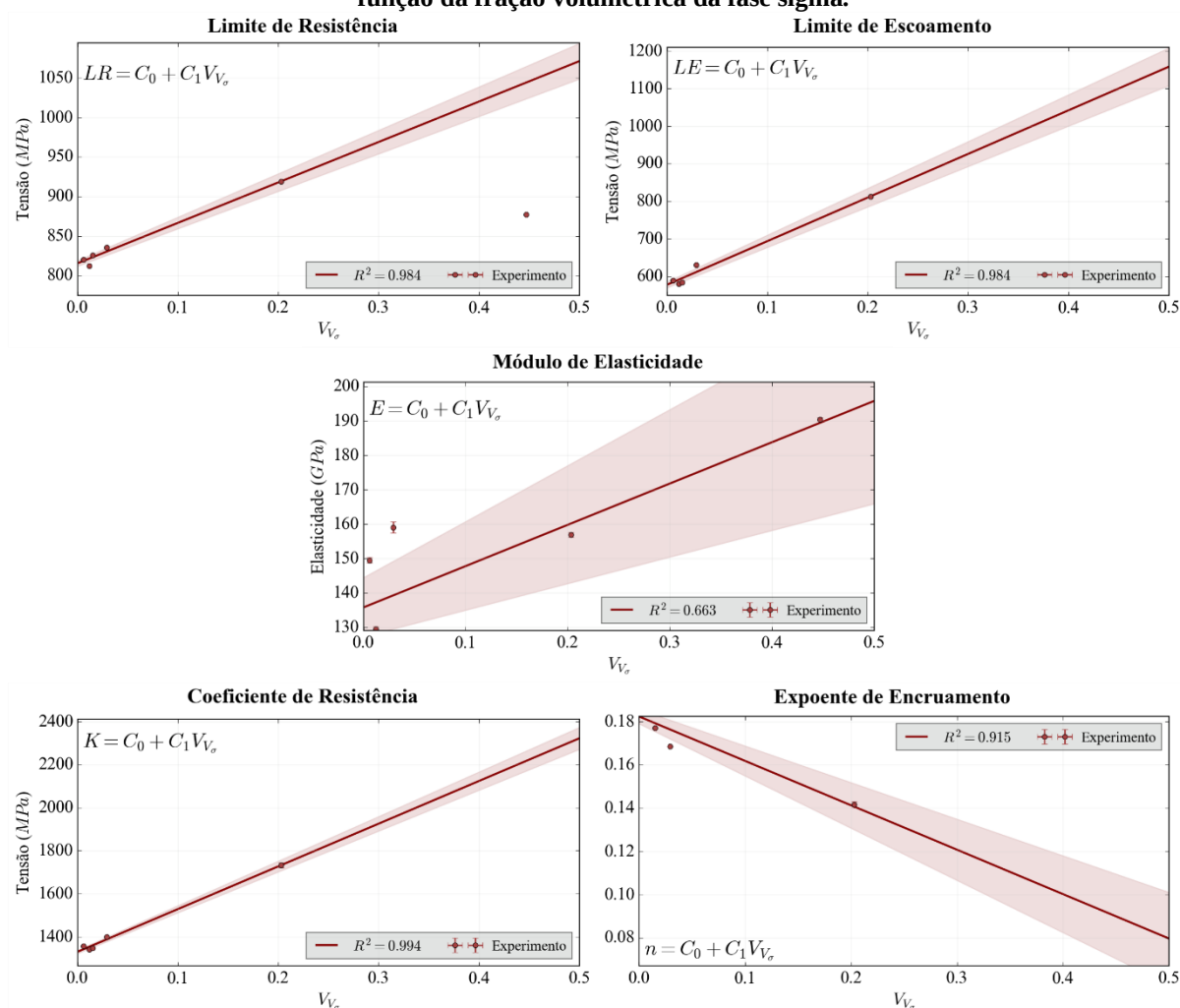


Fonte: Autor.

6.1.5.1 Resistência Mecânica

A Figura 70 apresenta as propriedades de resistência mecânica do material em função da proporção de fase σ contida no corpo-de-prova. Pode-se perceber que a resistência do material se comporta de forma linear em função da nucleação e crescimento das fases deletérias.

Figura 70: Propriedades mecânicas de limite de resistência (LR), limite de escoamento (LE), módulo de elasticidade (E), coeficiente de resistência (K) e expoente de encruamento (n_e) dos corpos-de-prova em função da fração volumétrica da fase sigma.



Fonte: Autor.

Com a regressão linear é visto que os valores experimentais possuem um comportamento linear em função da fase σ , exceto os valores do módulo de elasticidade, que se mostraram erráticos. Em todas as propriedades é visto um maior valor na condição como recebida, que diminui no primeiro tempo de tratamento térmico analisado, passando a crescer à medida que o período de exposição aumenta, exceto o expoente de encruamento que diminui em função da fase σ . Possivelmente, o comportamento plástico do aço deve-se às

fases δ e γ , e a fase σ provavelmente apresentou comportamento plástico inexistente. Logo, o consumo da fase δ durante a precipitação da fase σ acarretou a diminuição do valor de n_ϵ , visto que a fase δ é mais resistente que a fase γ .

Vale destacar que o LR no último corpo-de-prova apresentou um valor muito inferior, contradizendo o comportamento linear e crescente da propriedade. Isso pode ser explicado pela formação de trincas ou microtrincas, como ressaltado na Figura 36. PAULSEN *et al.* (2018) concluíram em seu trabalho que as fases σ e χ contribuem grandemente na propagação de trincas e as mesmas ramificam-se mais velozmente quando essas fases estão presentes em altas proporções, ou seja, quando os grãos de fases deletérias possuem alta continuidade (Ct). A microestrutura esqueleto detectada nos cálculos estereológicos reforça essa hipótese.

A Tabela 20 apresenta as constantes da equação linear das propriedades em função da fase σ , obtidas pelo método dos mínimos quadrados.

Tabela 20: Constantes lineares da equação aproximada do comportamento das propriedades LR, LE, E, n_ϵ e K em função da proporção de fase sigma.

	LR	LE	E	n_ϵ	K
C_0	$815,7 \pm 3,5$	$577,5 \pm 7,8$	$135,7 \pm 8,6$	$1330,0 \pm 7,9$	$0,182 \pm 0,003$
C_1	$511,1 \pm 38,0$	$1162,3 \pm 84,9$	$120,3 \pm 42,9$	$1985,5 \pm 86,1$	$-0,205 \pm 0,036$

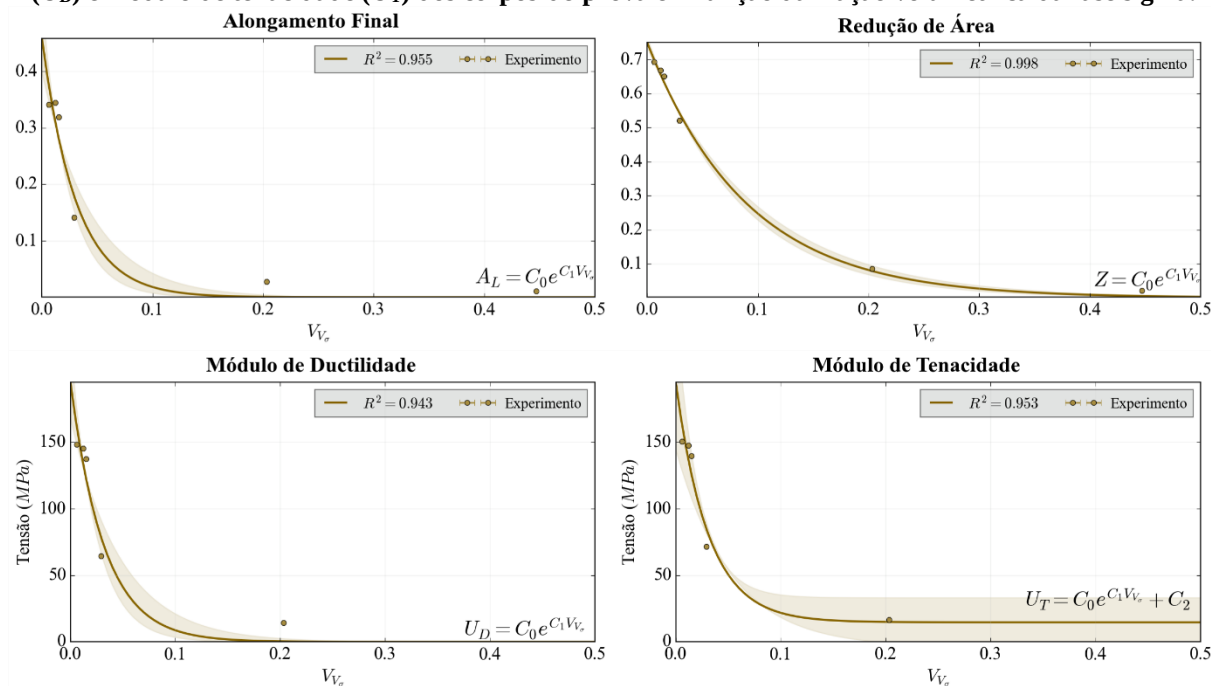
Fonte: Autor.

6.1.5.2 Tenacidade

A Figura 71 aponta o comportamento das propriedades relacionadas a tenacidade do aço, indicando que essas decaem exponencialmente em função da fase σ . Em todas as propriedades observadas ocorreu uma queda exponencial em função da fração volumétrica da fase σ . Nota-se também que os valores de A_L , Z e U_D tendem a zero no último tempo de tratamento térmico observado, indicando que a consideráveis proporções de fase σ o aço apresenta somente comportamento elástico. O comportamento de U_T mostra uma tendência de um valor constante em função da fração volumétrica de fase σ , podendo-se supor que esse valor constante seja o valor de U_T da fase σ que, provavelmente, apresentou somente comportamento elástico.

A Tabela 21 apresenta as constantes da equação exponencial das propriedades em função da fase σ , obtidas pelo método dos mínimos quadrados.

Figura 71: Propriedades mecânicas de alongamento final (A_L), redução de área (Z), módulo de ductilidade (U_D) e módulo de tenacidade (U_T) dos corpos-de-prova em função da fração volumétrica da fase sigma.



Fonte: Autor.

Tabela 21: Constantes exponenciais da equação aproximada do comportamento das propriedades A_L , Z , U_D e U_T em função da proporção de fase sigma.

	A_L	Z	U_D	U_T
C_0	$0,46 \pm 0,06$	$0,75 \pm 0,02$	$194,9 \pm 27,7$	$180,4 \pm 32,5$
C_1	$32,28 \pm 9,99$	$11,09 \pm 0,10$	$31,1 \pm 10,4$	$32,3 \pm 13,4$
C_2	—	—	—	$14,7 \pm 18,5$

Fonte: Autor.

6.2 Modelamento Computacional

Os resultados e discussão da parte computacional foram subdivididos em duas etapas: primeiro, foi discutido o código de visão computacional e sua comparação com os procedimentos experimentais e; por fim, foi analisada a previsão das propriedades mecânicas, sendo também comparada com os resultados experimentais.

6.2.1 Visão Computacional

A Figura 72, Figura 73 e a Figura 74 apresentam os resultados de uma micrografia de cada amostra, tanto na temperatura de envelhecimento quanto na seção amostral, processadas pelo código de visão computacional. Observa-se que nas micrografias que apresentaram microestruturas bifásicas (que contém δ e γ ou γ e σ), as condições CR e tempos a partir de 240 min, a identificação das fases se revelou bastante eficiente. No caso da microestrutura

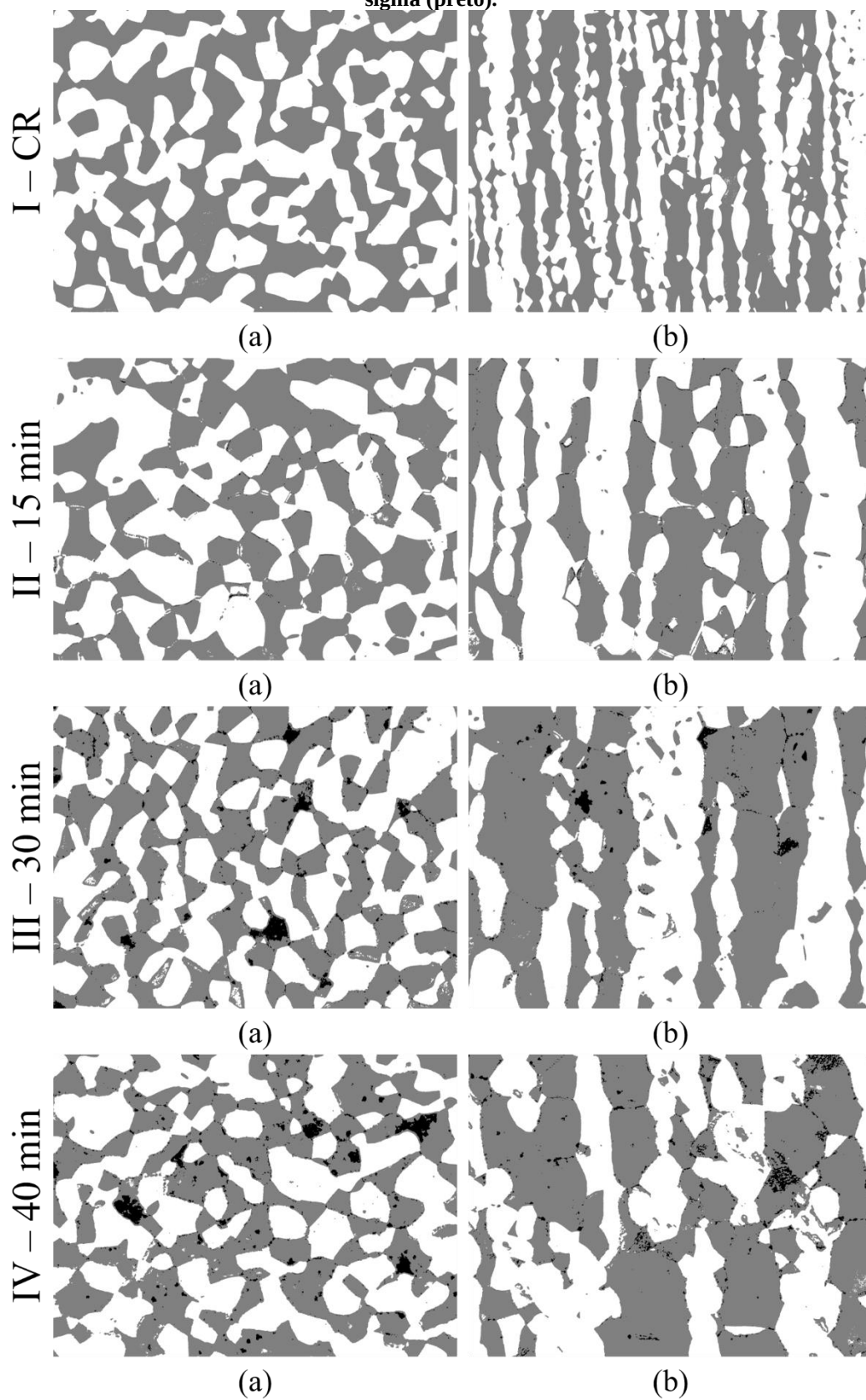
trifásica ocorreu uma ótima identificação das fases, porém houve algumas dificuldades de interpretação do código.

Também houve certa interferência na identificação das fases em relação a seção amostral estudada. As amostras da seção longitudinal apresentaram maior discordância na caracterização das fases, especialmente devido a diferença de intensidade do ataque e heterogeneidade de cor, principalmente em relação a fase δ . Além disso, devido a coloração fraca da fase δ , resultante de ataques leves em algumas regiões das amostras na condição CR a interpretação no histograma de cor foi dificultada e, conseqüentemente, provocou erros de cálculo que classificaram quase a totalidade da imagem como fase γ .

A identificação da fase σ em algumas micrografias das amostras de 15 min apresentou dificuldade de diferenciar a fase σ da fase δ , tanto devido à pequena quantidade da fase σ no início da nucleação quanto no resultado do ataque, com maior heterogeneidade na coloração da fase δ . O resultado final do ataque também não favoreceu a diferenciação das fases δ e γ em algumas micrografias das amostras a partir de 15 min, principalmente nos tempos entre 30 min e 120 min. Aos 120 min de tratamento térmico foi notada uma maior dificuldade do código em diferenciar a fase δ devido ao ataque mais fraco nessa fase que apresentou quantidade elevada de precipitados.

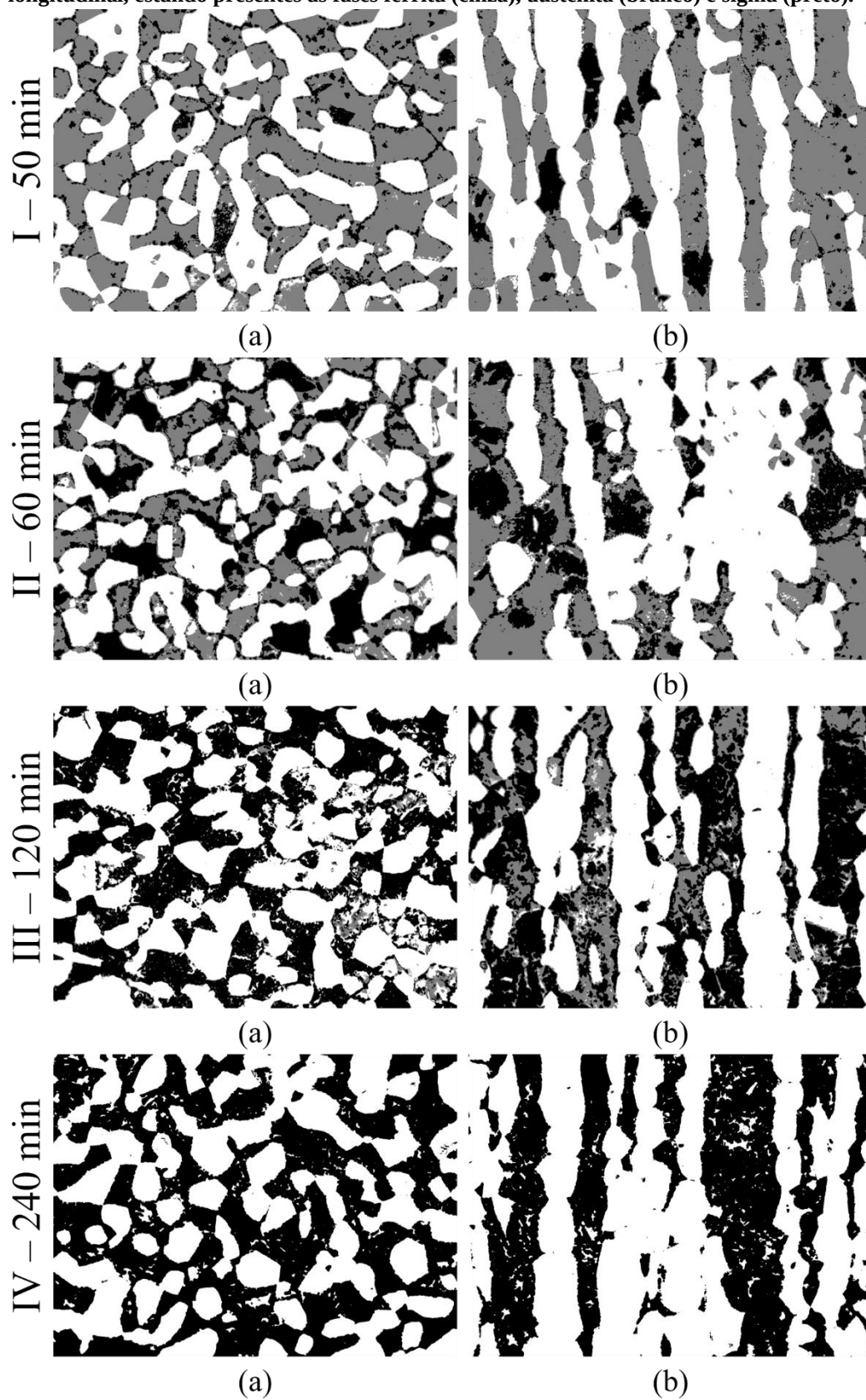
Após o 240 min, ou seja, quando não havia mais a presença visível da fase δ , o código conseguiu distinguir as fases γ e σ com boa precisão. A qualidade do código no processamento dessas micrografias dá-se pelo bom contraste de cor entre as fases. O ataque revelou a fase σ com uma coloração muito mais forte que a fase δ mostrada anteriormente.

Figura 72: Micrografias das amostras na condição como recebida e nos tempos de 15, 30 e 40 minutos nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, estando presentes as fases ferrita (cinza), austenita (branco) e sigma (preto).



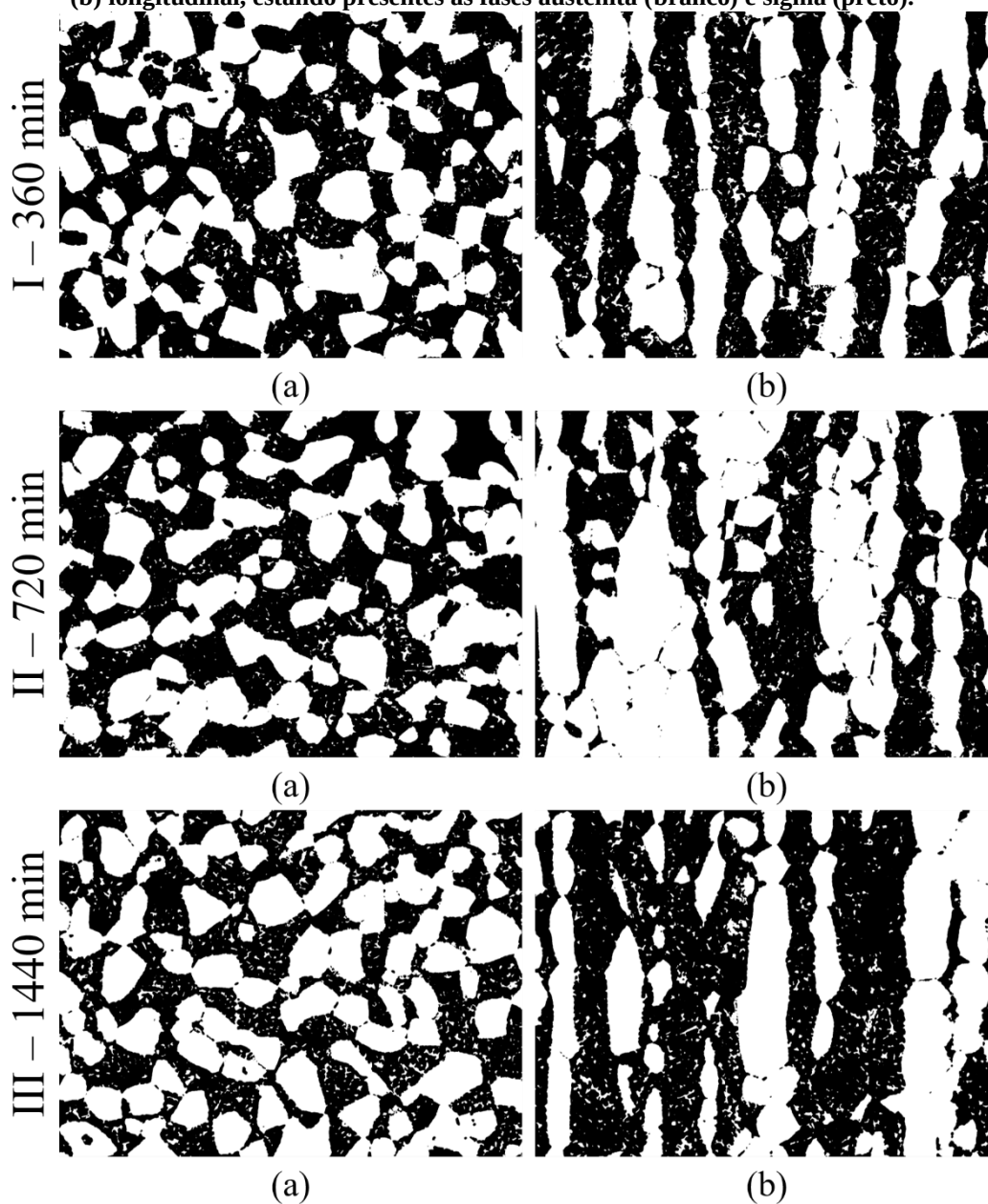
Fonte: Autor.

Figura 73: Micrografias das amostras tempos de 50, 60 e 120 e 240 minutos nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, estando presentes as fases ferrita (cinza), austenita (branco) e sigma (preto).



Fonte: Autor.

Figura 74: Micrografias das amostras nos tempos de 360, 720 e 1440 minutos nas seções (a) transversal e (b) longitudinal, estando presentes as fases austenita (branco) e sigma (preto).

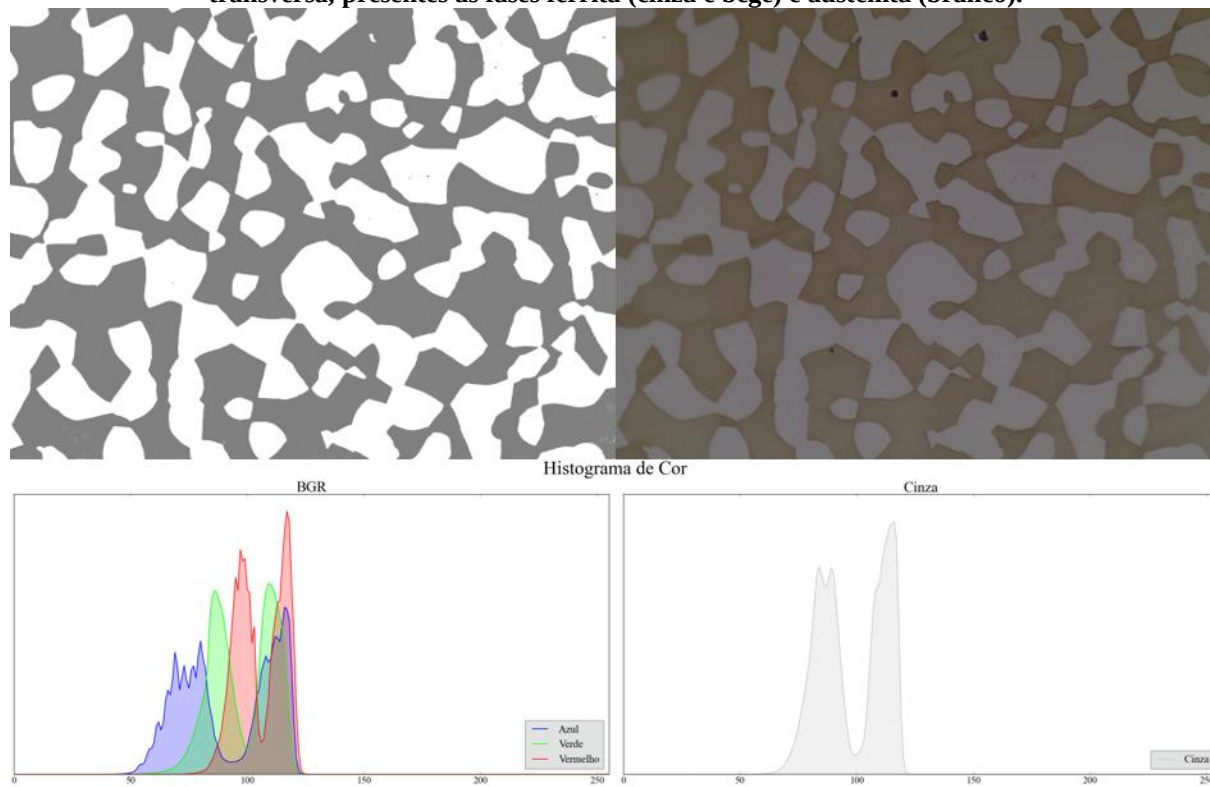


Fonte: Autor.

6.2.1.1 Influência da Preparação Metalográfica

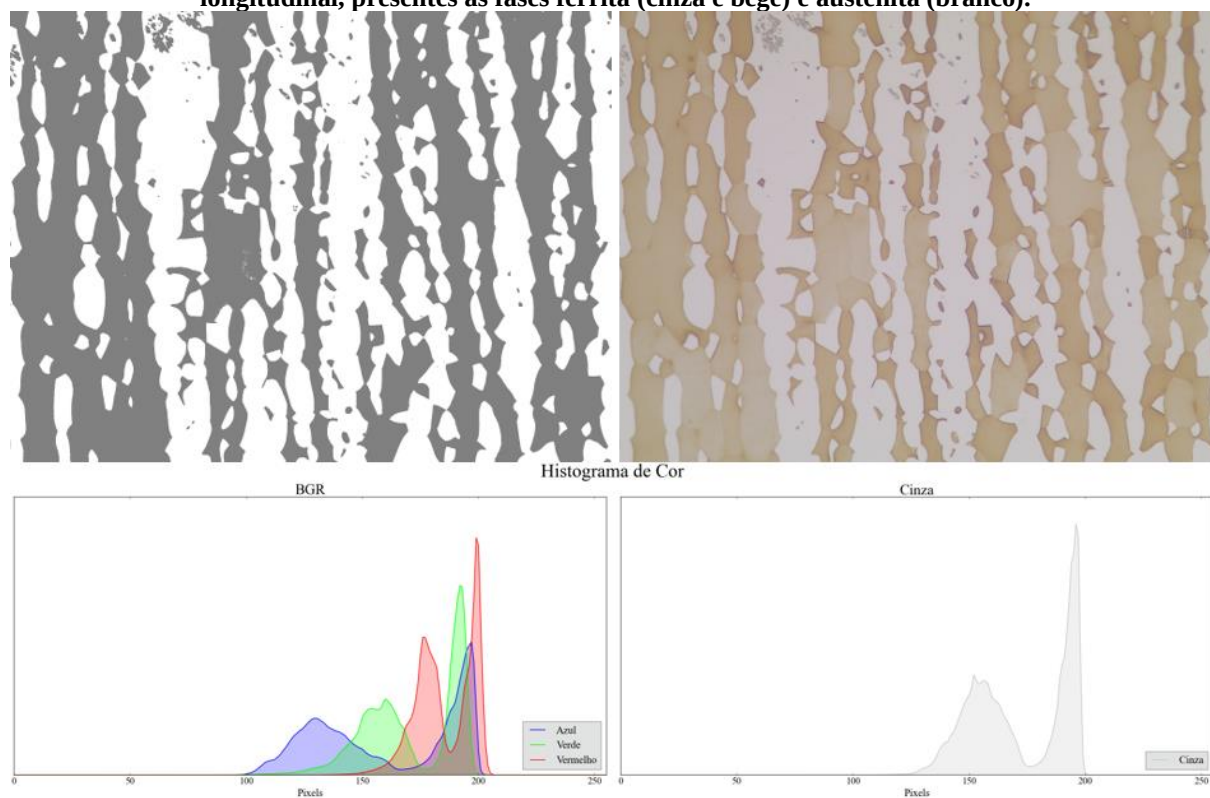
A Figura 75 e a Figura 76 mostram a comparação de uma micrografia da condição CR das amostras transversal e longitudinal, respectivamente, juntamente com o histograma de cor da imagem. Nota-se que houve uma ótima identificação das fases presentes, com uma aparência quase idêntica à imagem original. Também se percebe uma boa definição do critério de separação das fases, observado no histograma um vale bem característico de uma distribuição bimodal. Porém, algumas micrografias foram identificadas erroneamente devido a alguns fatores relacionados a microscopia, como apontado na Figura 77.

Figura 75: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra CR transversa, presentes as fases ferrita (cinza e bege) e austenita (branco).



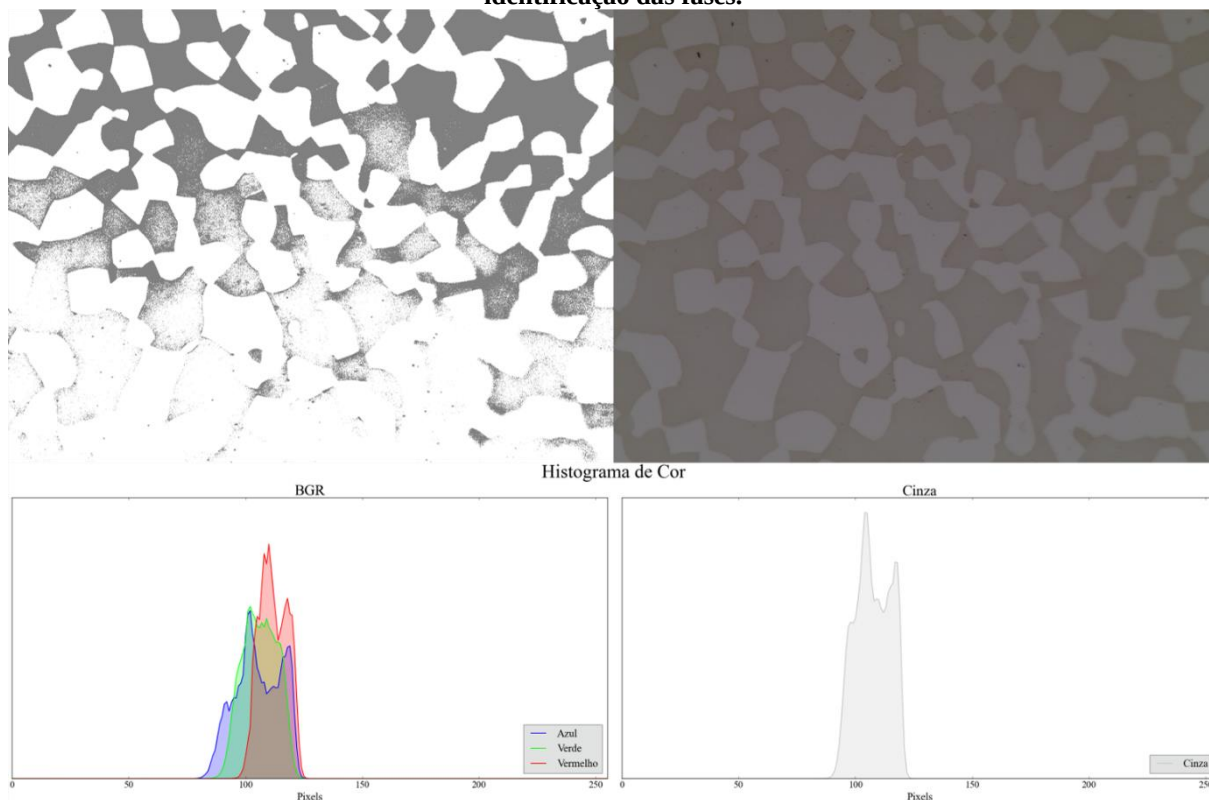
Fonte: Autor.

Figura 76: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra CR longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e bege) e austenita (branco).



Fonte: Autor.

Figura 77: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra CR longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e bege) e austenita (branco), apontando um erro de identificação das fases.



Fonte: Autor.

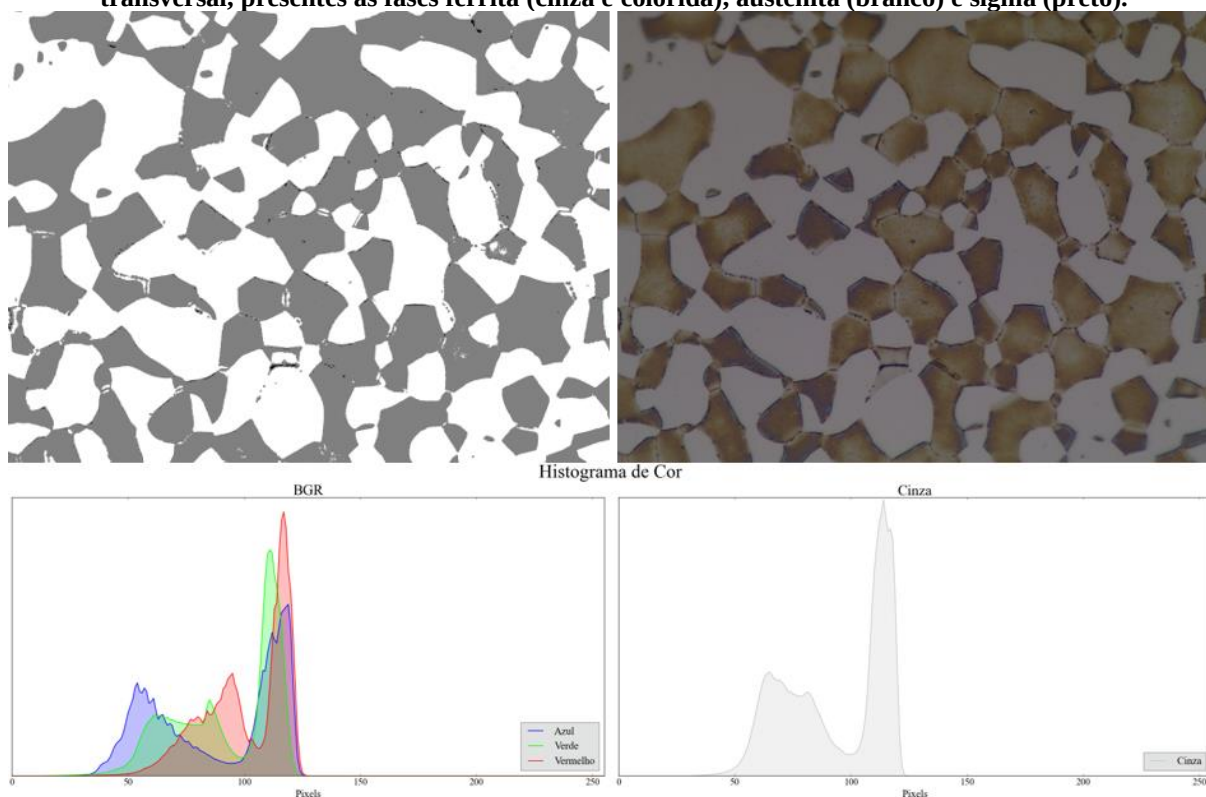
Com base nas micrografias é possível discutir os seguintes casos: nota-se que as micrografias transversal e longitudinal possuem diferença de iluminação proveniente do microscópio devido a diferença de aumento da imagem. A Figura 75 foi obtida com aumento de 1000X enquanto a Figura 76 foi obtida com aumento de 500X. A alteração do brilho, juntamente com o resultado final do ataque, pode ter influenciado a identificação no código devido a maior proximidade de cor entre as fases. Quanto maior essa proximidade, maior a dificuldade de identificação, podendo provocar impossibilidade da caracterização correta dos microconstituintes, como pode ser visto na Figura 77. Outro fator que altera a detecção correta é a presença de artefatos na superfície. É possível observar que os artefatos presentes nas micrografias, como inclusões na Figura 75 e manchas d'água na Figura 76, provocaram uma identificação errônea das fases. Já a Figura 77, devido a pouca intensidade do ataque e a baixa iluminação na obtenção da micrografia, resultou em um histograma com distribuição bimodal pouco nítida, interpretando a imagem de forma errônea.

A dificuldade de definição das fases devido a proximidade de cor se acentua nos próximos tempos de tratamento térmico, como observado na micrografia da Figura 78. Esse fato apresenta a interferência do resultado final do ataque no processamento da imagem.

Nota-se que a proximidade de cor entre as fases δ e γ dificulta sua identificação correta, causando uma proporção equivocada. A coloração heterogênea no ataque também interfere na identificação por causa da maior variação de cor em uma fase quando a imagem é convertida para a escala de cinza, o histograma de cor apresenta essa heterogeneidade na ferrita. Ademais, é visto que o código não identificou totalmente a fase σ . A diminuta proporção dessa fase, combinada à proximidade de cor com a fase δ , tornou-a confusa para o código. Os mesmos impedimentos citados também são apontados nas amostras de 30 min a 60 min, respectivamente nas posições transversal e longitudinal, como exemplificados na Figura 79 e na Figura 80.

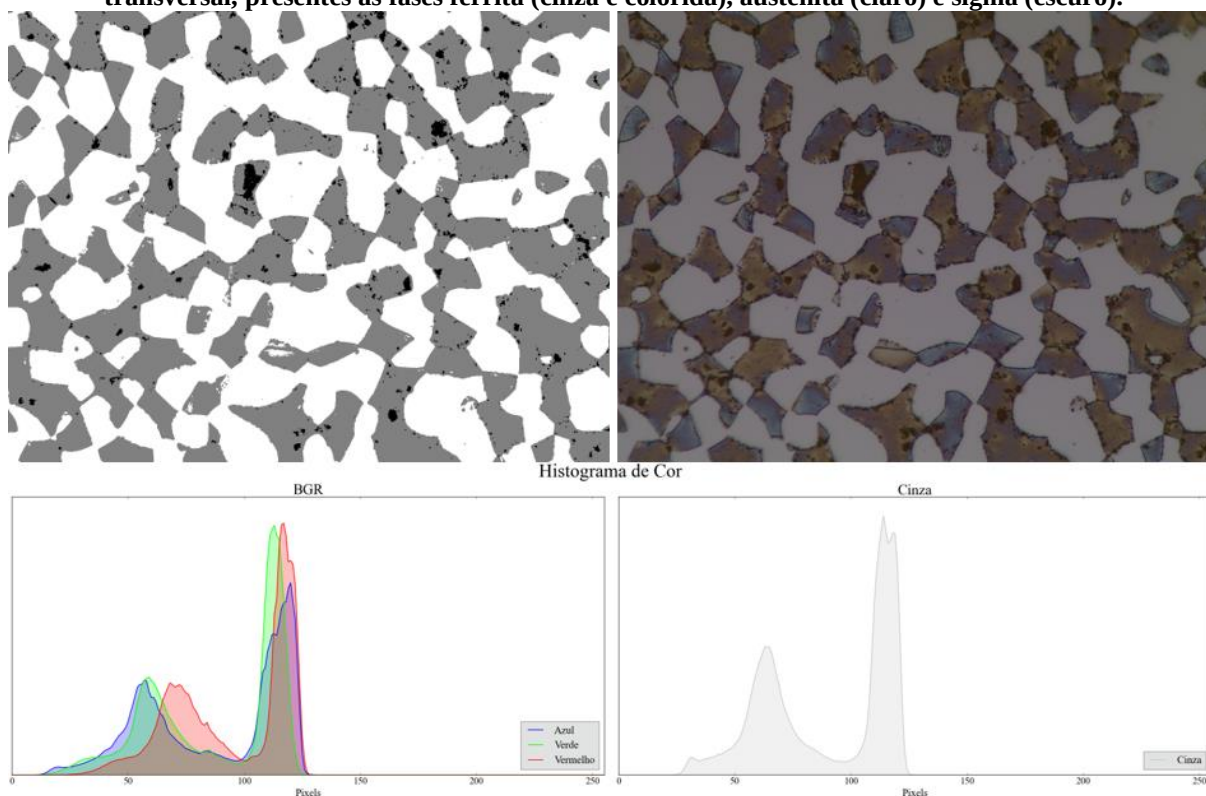
A Figura 79 apresenta uma melhora na identificação correta das fases presentes, embora ainda haja uma discrepância entre a imagem processada e a original nas regiões de fase δ , relacionado ao fraco ataque, e a fase σ .

Figura 78: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 15 minutos transversal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (branco) e sigma (preto).



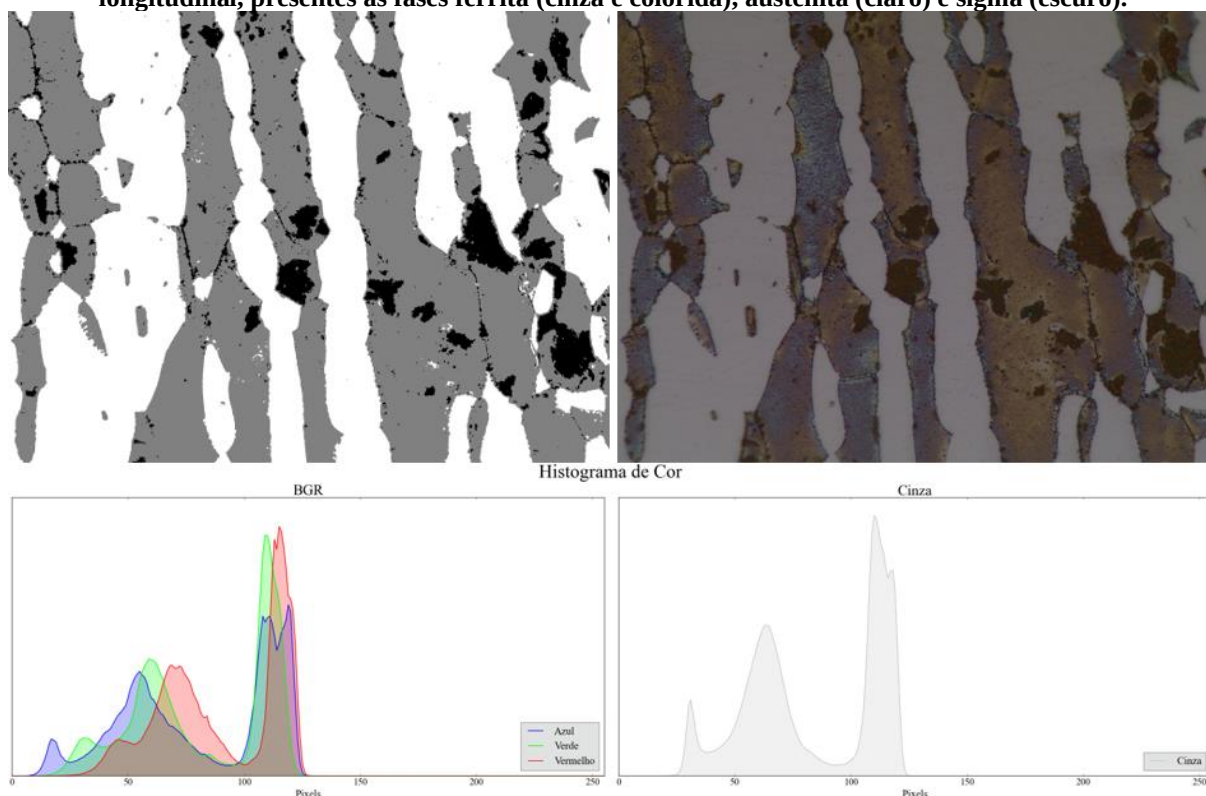
Fonte: Autor.

Figura 79: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 30 minutos transversal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (claro) e sigma (escuro).



Fonte: Autor.

Figura 80: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 50 minutos longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (claro) e sigma (escuro).

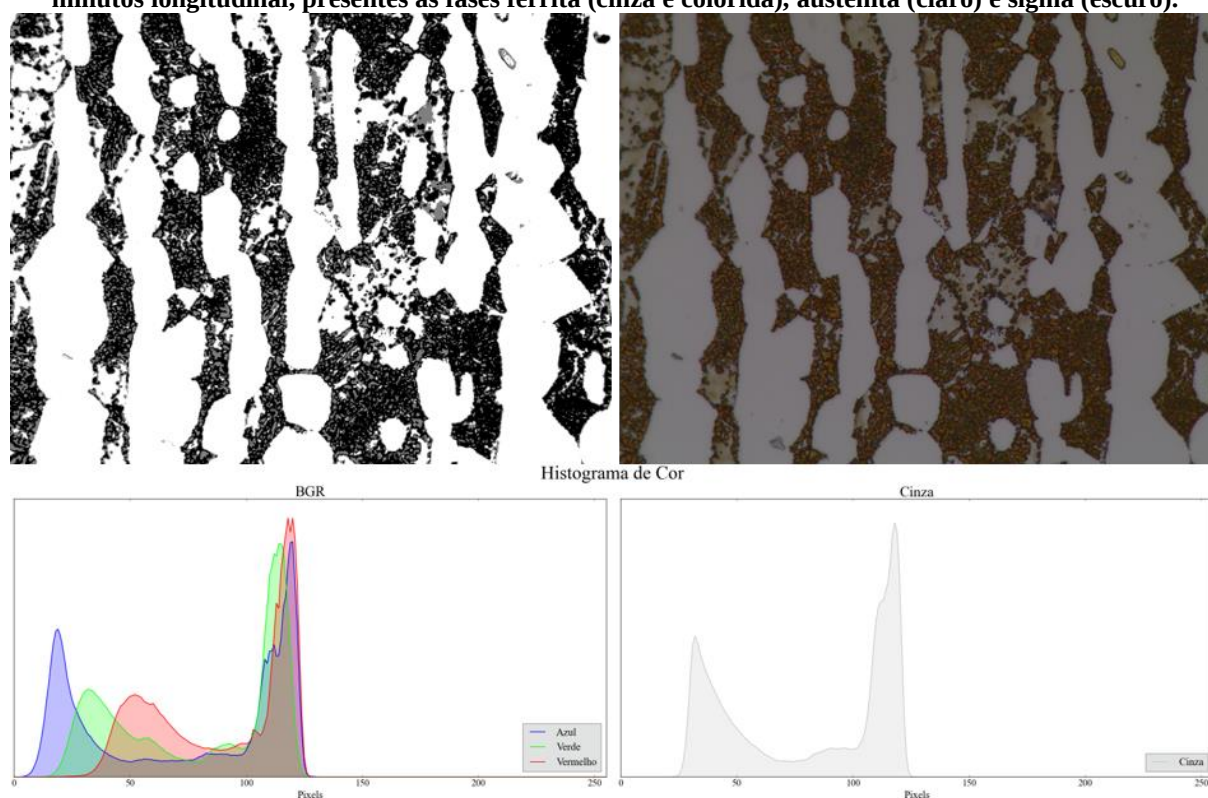


Fonte: Autor.

Contudo, a melhor caracterização das fases no histograma de cor promoveu uma melhor distinção dos microconstituintes. Porém, nas amostras a partir dos 50 min de tratamento térmico o código tem confundido regiões de contorno de grão de fase γ como fase δ , gerando um leve decaimento austenita nesses tempos. Possivelmente a diminuição da quantidade de ferrita pode estar causando uma alteração no histograma de cor, deixando o critério usado com certo desvio. Porém, a medição da fase σ a partir desses tempos se mostrou mais precisa.

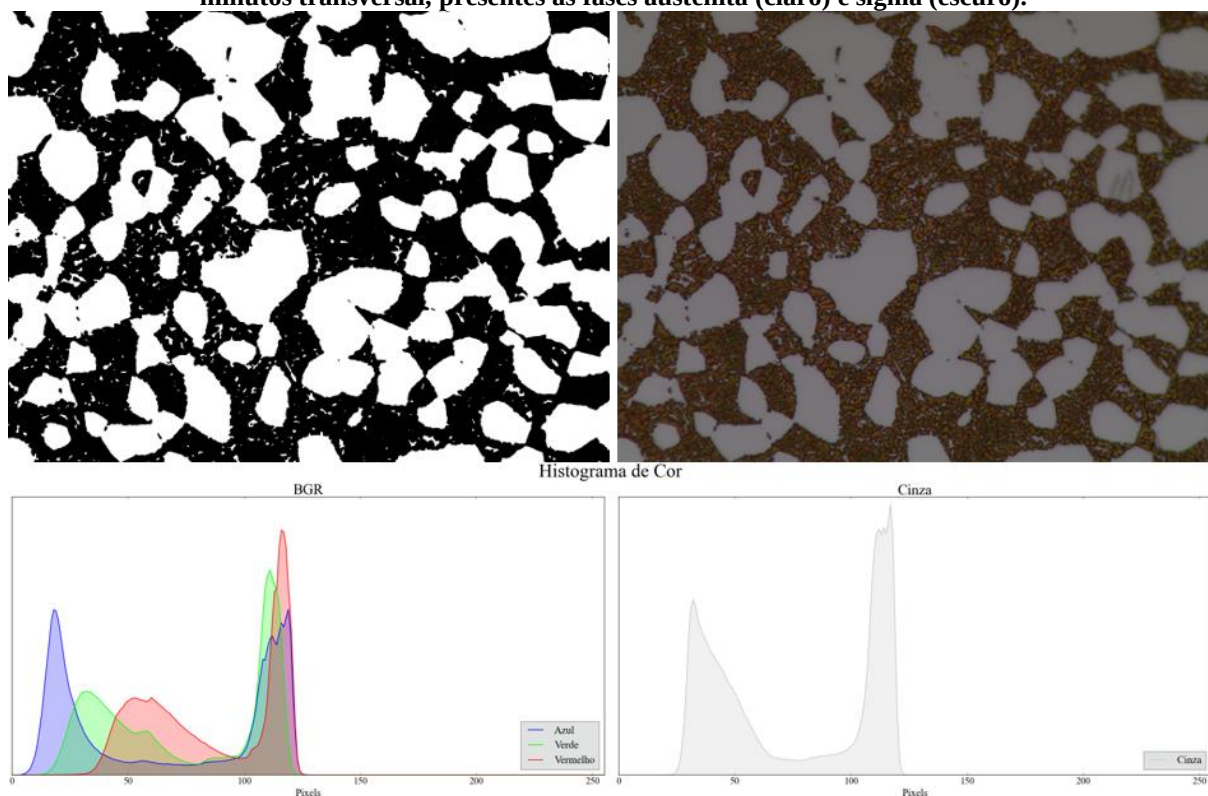
Da mesma maneira que a fase σ se mostrou mais trabalhosa em sua caracterização nos primeiros tempos de envelhecimento, a fase δ mostrou maior dificuldade de identificação aos 120 min de tratamento térmico, como percebido na Figura 81. O principal motivo para a caracterização errônea da fase foi a ausência de um cume característico no histograma de cor na maioria das micrografias, dificultando o estabelecimento de um critério sólido pelo código. Também são observadas regiões de fase σ que foram identificadas como fase δ devido ao mesmo problema de critério inicial. Entretanto, a partir de 240 min de envelhecimento, o código conseguiu determinar com boa precisão as fases presentes. As micrografias dos últimos tempos de tratamento térmico são apresentadas na Figura 82 e na Figura 83.

Figura 81: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 120 minutos longitudinal, presentes as fases ferrita (cinza e colorida), austenita (claro) e sigma (escuro).



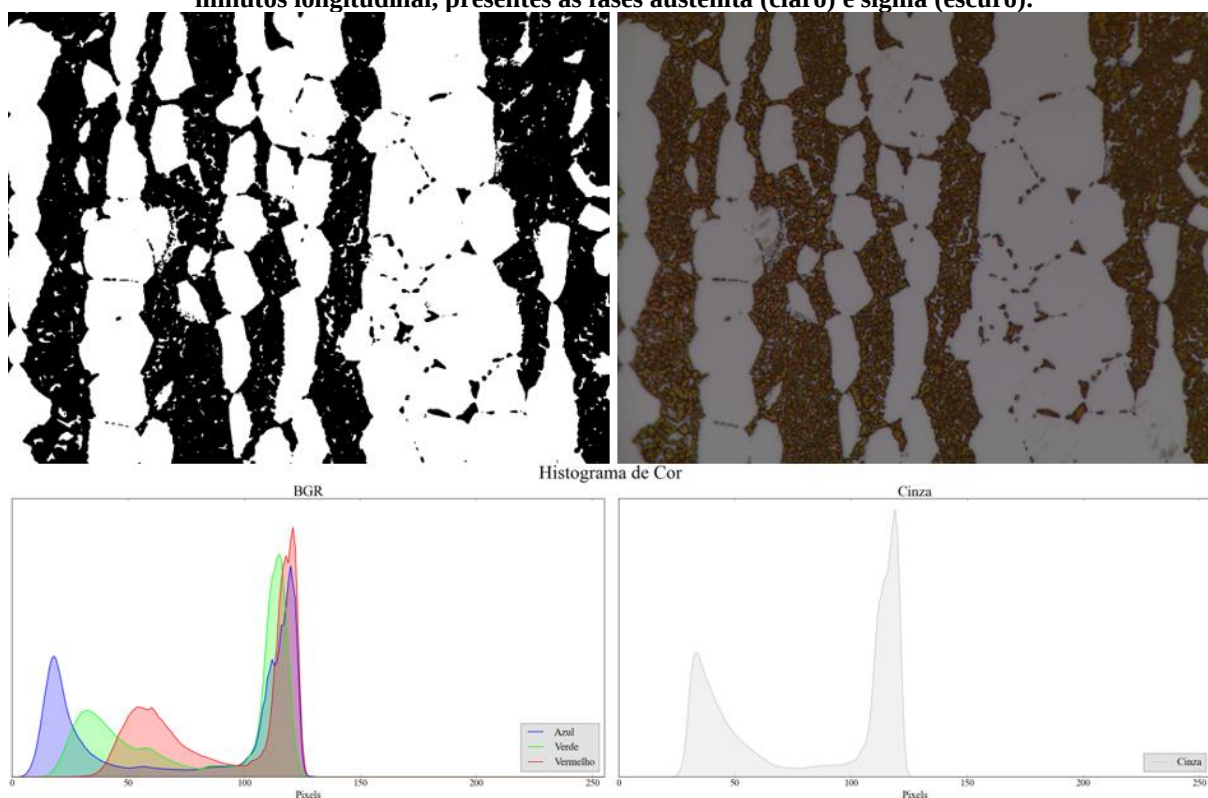
Fonte: Autor.

Figura 82: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 720 minutos transversal, presentes as fases austenita (claro) e sigma (escuro).



Fonte: Autor.

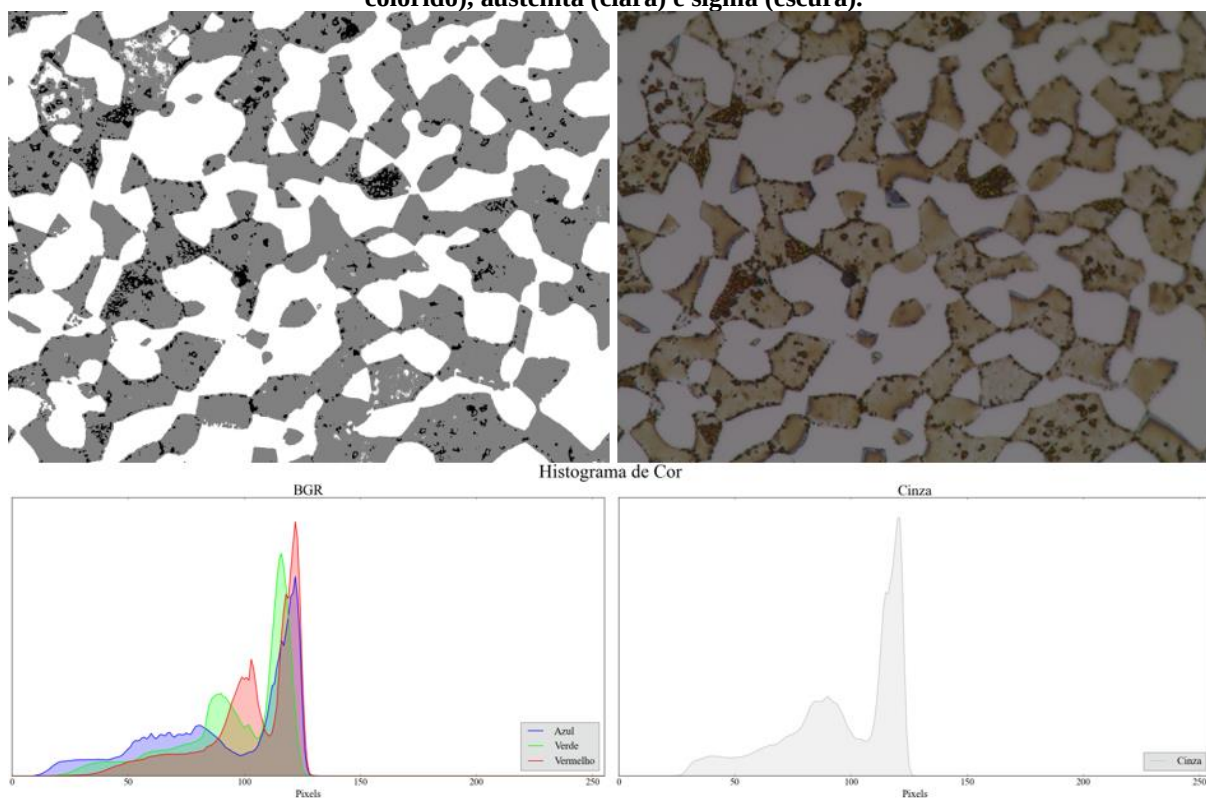
Figura 83: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 1440 minutos longitudinal, presentes as fases austenita (claro) e sigma (escuro).



Fonte: Autor.

Outro fator importante que pode prejudicar a contabilização das fases é o desfoque da imagem quando obtida no microscópio. A Figura 84 exemplifica a perturbação do processamento da imagem pelo código causado por desfoque. A fase σ presente na região desfocada não foi corretamente identificada, além de não obtido uma demarcação exata entre as fases δ e γ .

Figura 84: Comparação de uma imagem original (direita) e processada (esquerda) da amostra 50 minutos longitudinal, com destaque para o desfoque na região superior direita. Presentes as fases ferrita (cinza e colorido), austenita (clara) e sigma (escura).



Fonte: Autor.

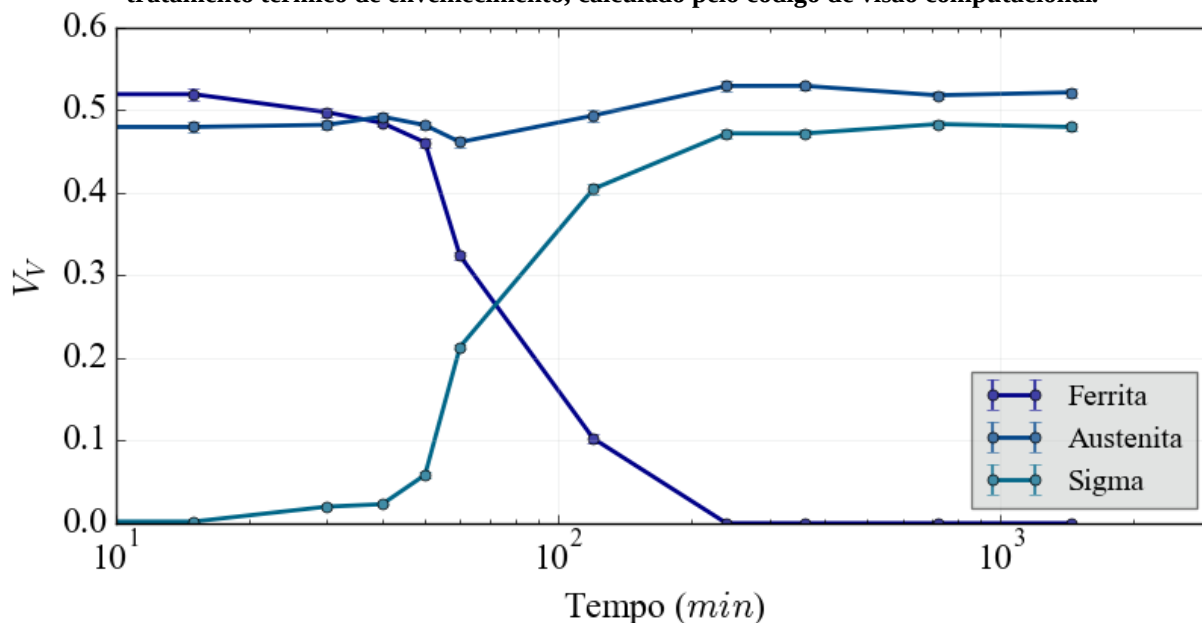
Fundamentalmente, a preparação metalográfica deve ser ótima, qualquer imperfeição na superfície ocasionada na preparação pode acarretar falha de interpretação do código. Manchas d'água ou de outros tipos de solvente, artefatos e partículas de abrasivos na amostra também acarretarão os mesmos erros de identificação.

6.2.1.2 Comparação com a Análise Experimental

6.2.1.2.1 Fração Volumétrica e Cinética

A Tabela 22 e a Figura 85 apresentam a fração volumétrica das fases calculadas pelo código de visão computacional.

Figura 85: Fração Volumétrica de ferrita, austenita e fase sigma em função do tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento, calculado pelo código de visão computacional.



Fonte: Autor.

Tabela 22: Fração Volumétrica (V_v) das fases ferrita, austenita, e sigma em função do tempo de envelhecimento calculados pelo código de visão computacional.

Tempo (min)	V_{V_δ} (%)	V_{V_γ} (%)	V_{V_σ} (%)
0	$52,82 \pm 0,68$	$45,74 \pm 0,61$	—
15	$51,18 \pm 0,94$	$48,55 \pm 0,94$	$0,22 \pm 0,02$
30	$50,32 \pm 0,58$	$48,08 \pm 0,59$	$1,42 \pm 0,07$
40	$47,71 \pm 0,64$	$49,10 \pm 0,56$	$2,91 \pm 0,25$
50	$46,35 \pm 0,60$	$47,82 \pm 0,56$	$5,44 \pm 0,30$
60	$32,55 \pm 0,58$	$45,70 \pm 0,60$	$21,16 \pm 0,44$
120	$10,97 \pm 0,51$	$48,70 \pm 0,66$	$40,00 \pm 0,55$
240	—	$52,32 \pm 0,75$	$46,82 \pm 0,72$
360	—	$52,37 \pm 0,66$	$46,79 \pm 0,62$
720	—	$51,15 \pm 0,70$	$48,01 \pm 0,68$
1440	—	$51,61 \pm 0,79$	$47,53 \pm 0,77$

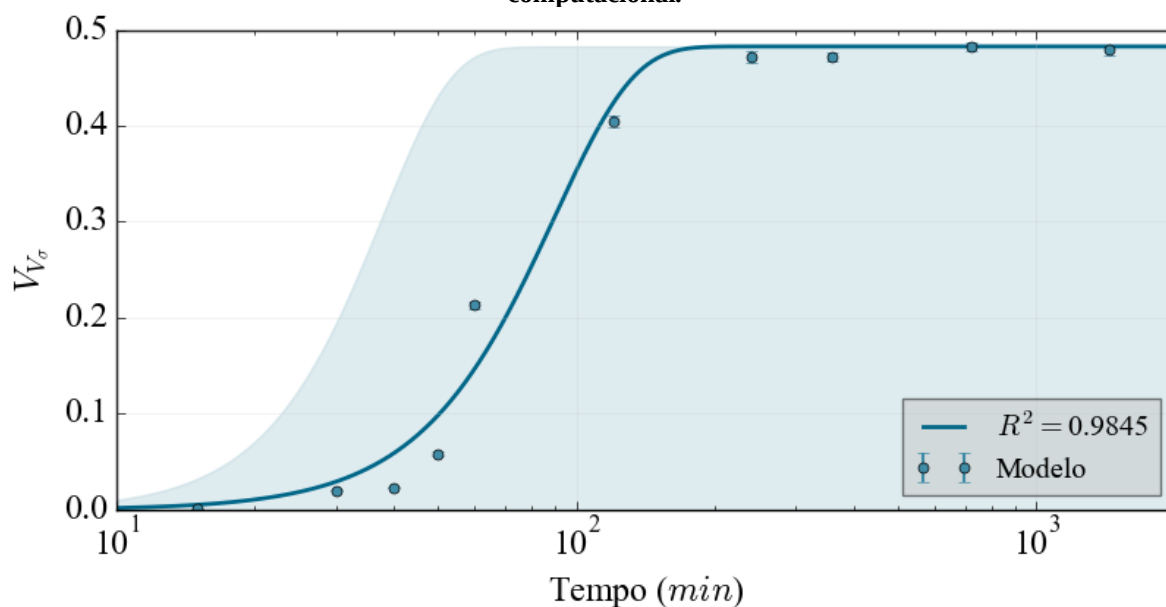
Fonte: Autor.

No gráfico, é possível observar a queda da fase γ aos 60 min de tratamento térmico devido a dificuldade do código em definir a separação das fases δ e γ nos contornos de grão. Além disso, não há diferenças de comportamento em relação aos resultados experimentais. A

fase γ tende a se manter constante e sofre um leve aumento na fração volumétrica a partir dos 120 min de envelhecimento. Inclusive, à medida que a fase σ cresce a fase δ decresce.

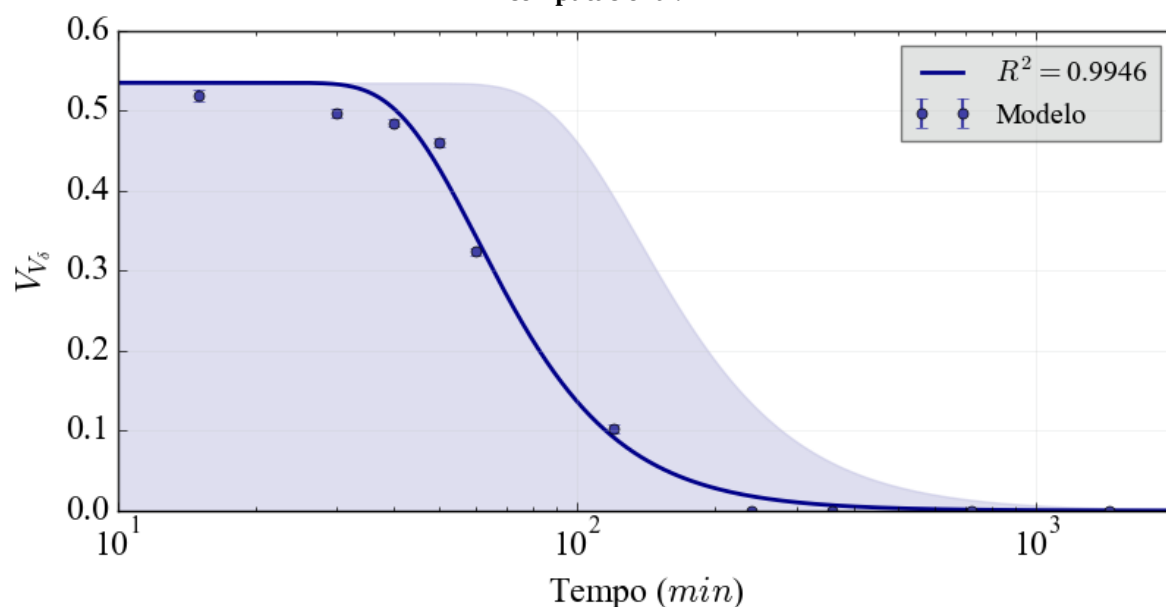
Da mesma maneira que no procedimento experimental, a cinética de precipitação da fase σ e a cinética de decomposição da fase δ foram calculadas por meio dos mínimos quadrados da equação JMAK linearizada, obtendo os resultados apresentados na Tabela 23. Os gráficos, com a faixa de erro, são mostrados na Figura 86 e Figura 87.

Figura 86: Cinética de precipitação da fase sigma de acordo com a fração volumétrica calculada via visão computacional.



Fonte: Autor.

Figura 87: Cinética de precipitação da fase sigma de acordo com a fração volumétrica calculada via visão computacional.



Fonte: Autor.

Tabela 23: Parâmetros k e n da equação JMAK da cinética de precipitação da fase sigma calculada via visão computacional. Os parâmetros foram calculados por mínimos quadrados da equação linearizada, com coeficiente de determinação R^2 apresentado.

	Fase δ	Fase σ
k	$(2,39 \pm 2,50) \times 10^4$	$(1,14 \pm 1,71) \times 10^{-5}$
n	$-(2,45 \pm 0,26)$	$(2,53 \pm 0,35)$
R^2	0,995	0,985

Fonte: Autor.

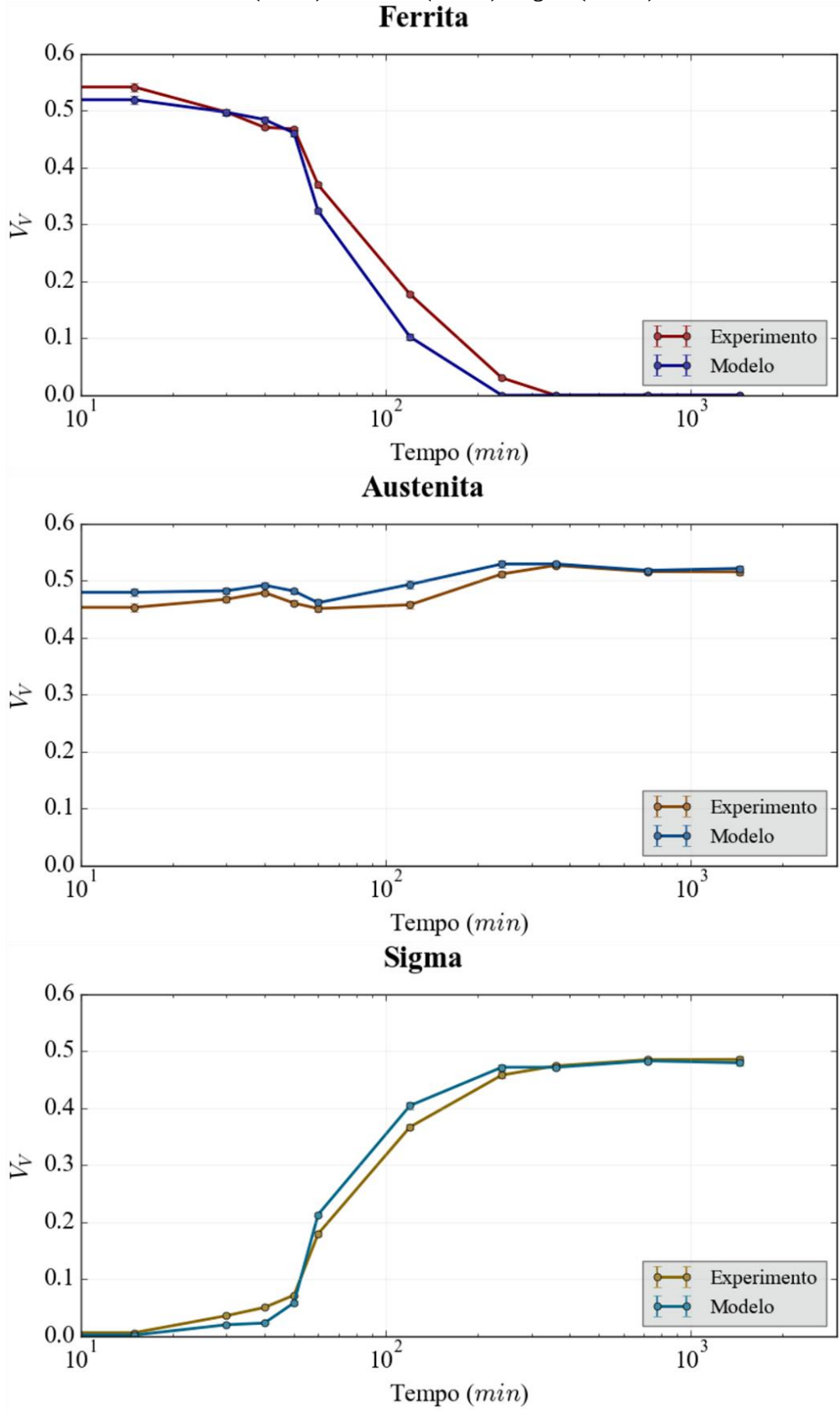
Os parâmetros microestruturais da fase σ obtidos pelos cálculos de V_V na visão computacional apontam estatisticamente o mesmo comportamento de nucleação que os resultados experimentais, uma taxa de nucleação decrescente com crescimento controlado por difusão, como apresentado no Quadro 4. Observa-se também que, embora a faixa de erro para a cinética das fases, tanto de precipitação quanto de decomposição, esteja elevada, a curva aproximada mostra-se bem próxima aos valores calculados, com coeficiente de determinação alto.

Ao comparar os valores de fração volumétrica de cada fase, é possível perceber que as frações volumétricas calculadas experimentalmente e pela visão computacional mostraram-se próximas, com poucas alterações, e com mesmo comportamento (Figura 88).

Pode-se observar que as frações da fase σ são menores na visão computacional nos primeiros tempos de tratamento térmico. Porém, aos 60 min a fase σ na visão computacional tornou-se superior a fração volumétrica dos valores experimentais, aproximando-se nos últimos tempos de envelhecimento.

A fração volumétrica da fase δ na visão computacional manteve-se inferior a experimental na maior parte do tempo de exposição, sendo bastante próxima aos valores experimentais nos tempos entre 30 min e 50 min de tratamento térmico. A partir desses tempos, a fase δ na visão computacional diminui de forma mais acentuada do que no procedimento experimental, possivelmente devido a dificuldade de identificação pelo código quando se apresenta em pequenas proporções. Já a fase γ demonstra uma certa proximidade entre os dados experimentais e computacionais durante todo o tempo de tratamento térmico, com uma fração levemente superior no modelo computacional.

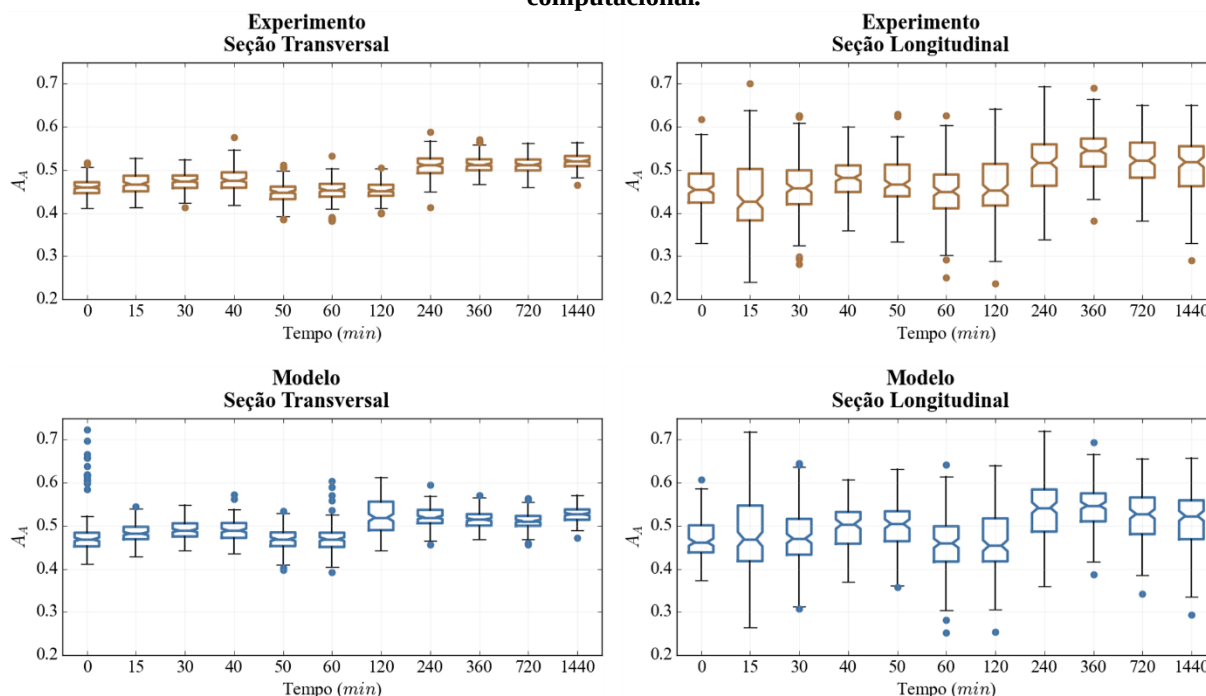
Figura 88: Comparação entre os valores experimentais e computacionais da fração volumétrica das fases ferrita (acima), austenita (centro) e sigma (abaixo).



Fonte: Autor.

Por fim, tem-se na Figura 89 os diagramas de caixa da fase γ , seja nas posições transversal e longitudinal, como nos cálculos experimentais e computacionais.

Figura 89: Diagrama de caixa da austenita em função do tempo de envelhecimento nas amostras transversal (à direita) e longitudinal (à esquerda), calculadas pelo método experimental e por visão computacional.



Fonte: Autor.

Primeiramente, é destacada a variação estatística das amostras longitudinais em relação às amostras transversais, tanto por método experimental quanto pela visão computacional, sendo explicado pela orientação das fases em consequência do trabalho a quente, ocasionando regiões de maior concentração da fase.

Agora, quando comparados os valores medidos experimentalmente com a visão computacional, observa-se uma maior quantidade de *outliers*, pontos destoantes do padrão estatístico, principalmente nas amostras transversais na condição CR e após 60 min de tratamento térmico. Esses valores destoantes da faixa estatística são as micrografias interpretadas erroneamente pela visão computacional. Na condição CR, esses dados se devem a falta de intensidade do ataque em algumas regiões da amostra (Figura 77), assim como na amostra envelhecida por 60 min. Porém, o ataque fraco ocorreu devido a grande presença de fase σ que dificultava a revelação da fase δ , confundindo-a com fase γ .

6.2.1.2.2 Análise de Histograma

Por fim, é mostrado no Apêndice III os gráficos de histograma da fração de área calculada para cada amostra (tempo e seção amostral) com as curvas gaussianas do experimento e do modelo na coluna central para efeito de comparação.

Nota-se que a diferença de proporção da fase δ nos procedimentos realizados é mínima até os 50 min de tratamento térmico, onde aparentemente a média dos procedimentos convergem. Porém, aos 60 min e 120 min os valores para a ferrita divergem, apresentando uma diferença evidente tanto na seção transversal quanto na seção longitudinal, devido a dificuldade de interpretação das micrografias nesse estágio da transformação de fase.

A fase γ é o constituinte de maior similaridade entre os valores experimentais e computacionais, principalmente quando a microestrutura se encontra bifásica. O período onde a média das frações volumétricas dessa fase possui maior divergência se encontra nos 120 min de tratamento térmico na seção transversal. A seção longitudinal mostra-se com uma precisão muito maior do que nas amostras de seção transversal.

A fase σ apresenta a maior divergência de dados nos primeiros tempos de tratamento térmico, diminuindo gradualmente em função do período de envelhecimento e, conseqüentemente, do aumento da fração volumétrica da mesma fase. A partir de 60 min os valores experimentais e computacionais se invertem, e voltam a convergir a partir dos 240 min de tratamento térmico, onde a microestrutura é estabelecida no código como bifásica.

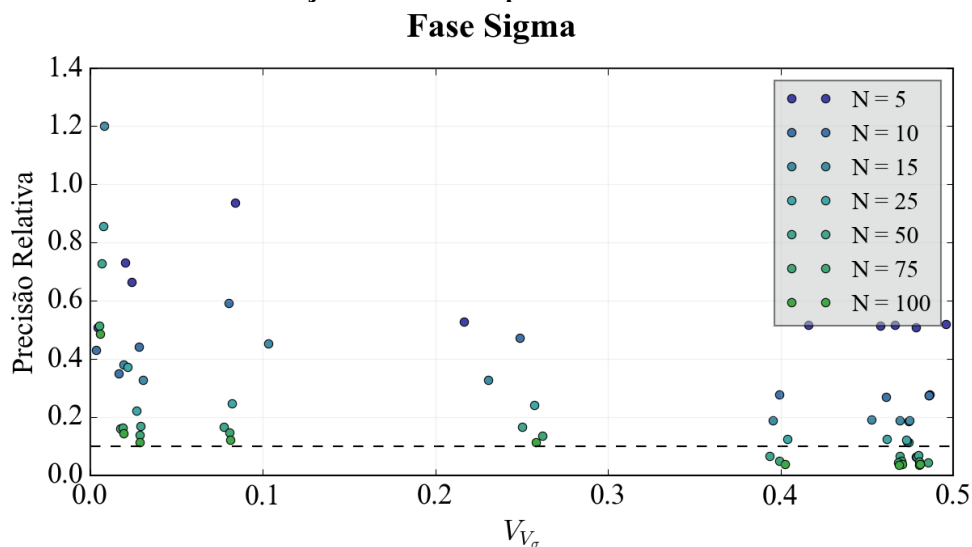
6.2.1.3 Influência da Quantidade Amostral

Segundo a norma ASTM E562 (2019), valores de fração volumétrica com boa precisão estatística deve possuir precisão relativa (RA) igual ou menor que 10%. A Figura 90 apresenta dos valores da fase σ calculados com quantidades amostrais variadas e comparados a precisão relativa resultante e a Figura 91 apresenta a precisão relativa em função da fração volumétrica das fases tanto nos resultados experimentais quanto computacionais.

Intuitivamente, quanto maior a quantidade amostral computada, menor é a precisão relativa observada (como visto na Figura 90). Também visto que o erro relativo das frações de fase σ é elevado em proporções menores que 5%, podendo indicar a dificuldade do código em interpretar as fases com quantidade abaixo desse valor. A precisão relativa é reduzida em função da proporção de fase σ presente na microestrutura, indicando que altas proporções de uma fase elevam a precisão do resultado (Figura 91). Porém, é observado que as proporções

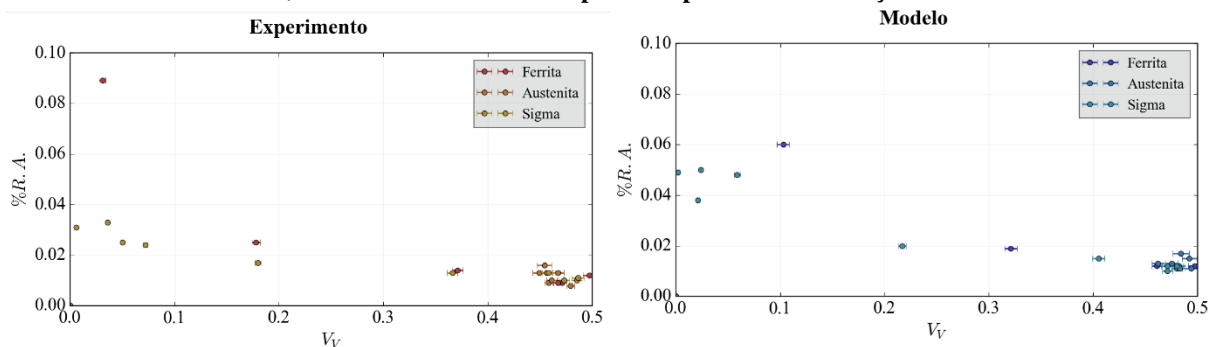
de fase σ possuem boa precisão relativa apenas quando sua fração atinge valores próximos de 40% e acima de 50 campos.

Figura 90: Precisão relativa (RA) de valores de fase sigma com diferentes quantidades amostrais, com a linha tracejada indicando a precisão relativa de 10%.



Fonte: Autor.

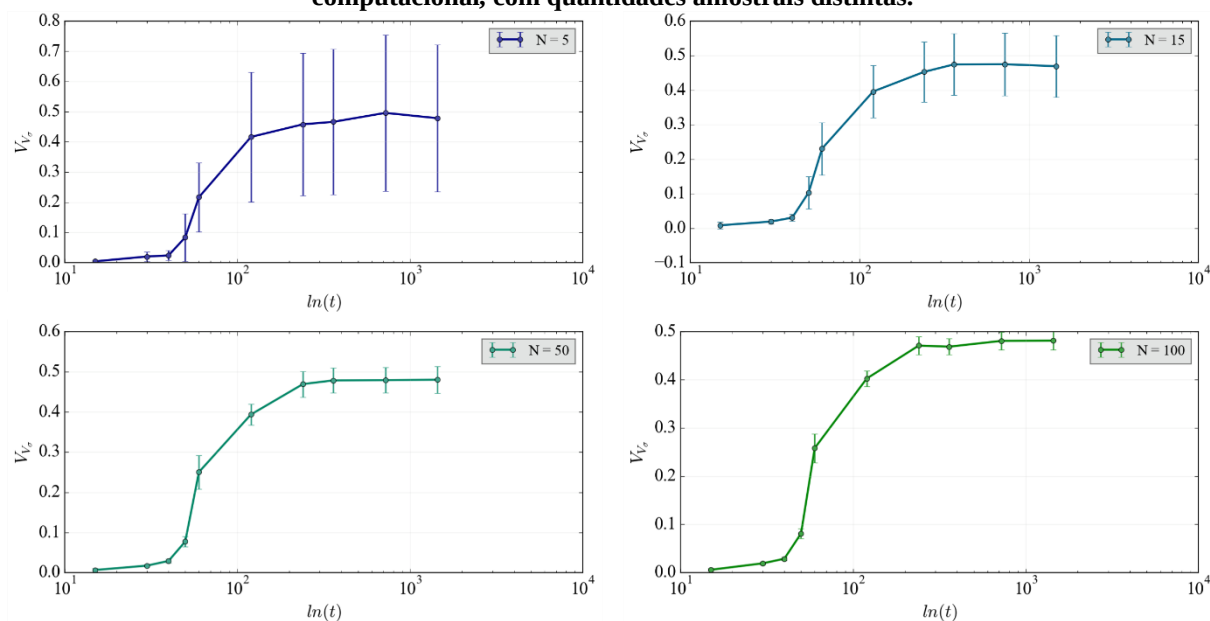
Figura 91: Precisão relativa (RA) da fração volumétrica das fases em função da própria fração volumétrica, indicando o aumento da precisão para maiores frações de uma fase.



Fonte: Autor.

Logo, conclui-se que pequenas quantidades de fase σ na microestrutura requerem ao menos uma quantidade acima de 100 campos e para microestruturas com quantidades intermediárias de fase σ é requerido ao menos 50 campos de estudo. Para melhor visualização da grandeza de erro devido a pouca quantidade amostral, a Figura 92 apresenta a evolução da fase σ em função do tempo de tratamento térmico com um número variado de campos.

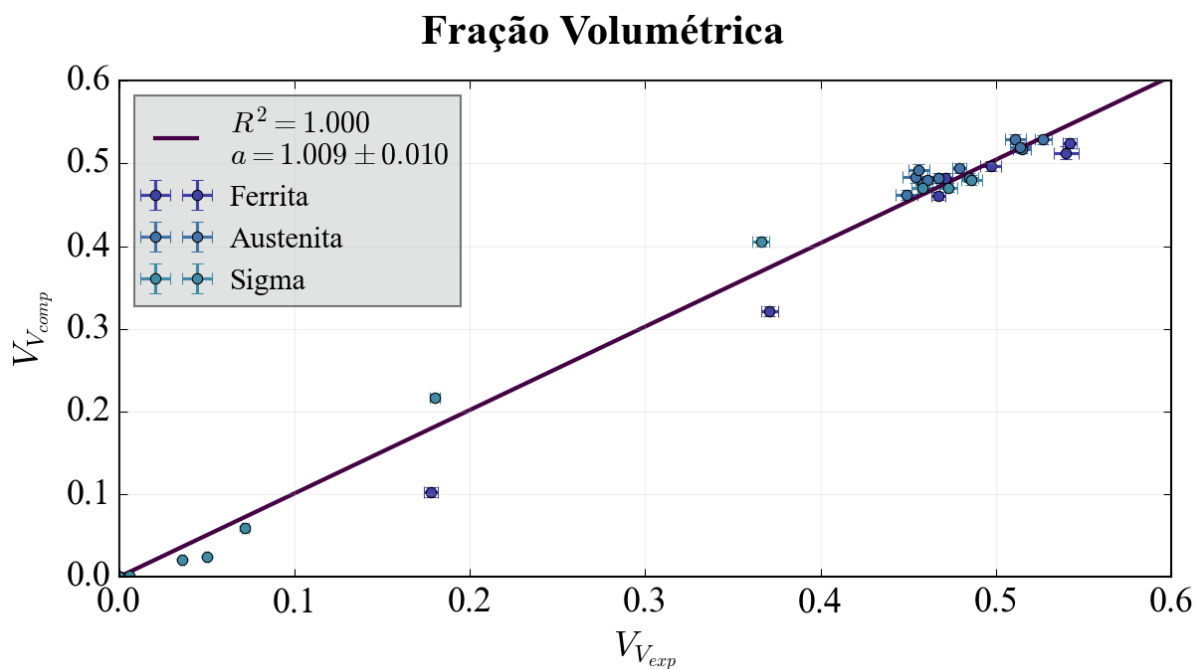
Figura 92: Evolução da fase sigma em função do tempo de tratamento térmico calculado pela visão computacional, com quantidades amostrais distintas.



Fonte: Autor.

Por fim, a Figura 93 apresenta a relação dos valores de fração volumétrica calculados experimentalmente e adquiridos via visão computacional. A regressão calculada indica que o modelo reproduz de forma excelente as técnicas experimentais.

Figura 93: Relação das frações volumétricas experimental e computacional, indicando a regressão linear.



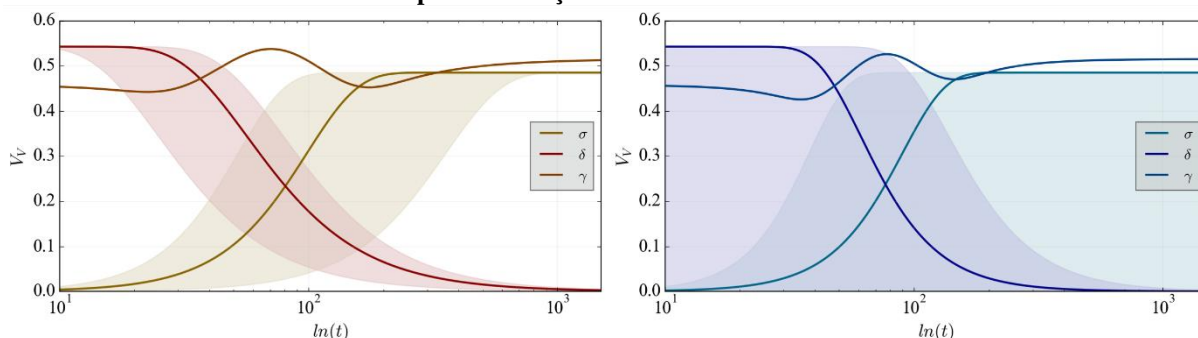
Fonte: Autor.

6.2.2 Previsão das Propriedades Mecânicas

6.2.2.1 Regra das Misturas

Para a realização do modelo de comparação da regra das misturas, as frações volumétricas das fases foram estabelecidas de acordo com a cinética de precipitação da fase σ e a cinética de decomposição da fase δ . A Figura 94 apresenta o comportamento por procedimento experimental e computacional, respectivamente.

Figura 94: Cinética das fases ferrita e sigma, juntamente com a fração volumétrica de austenita obtida pela diferença da soma de ambas.



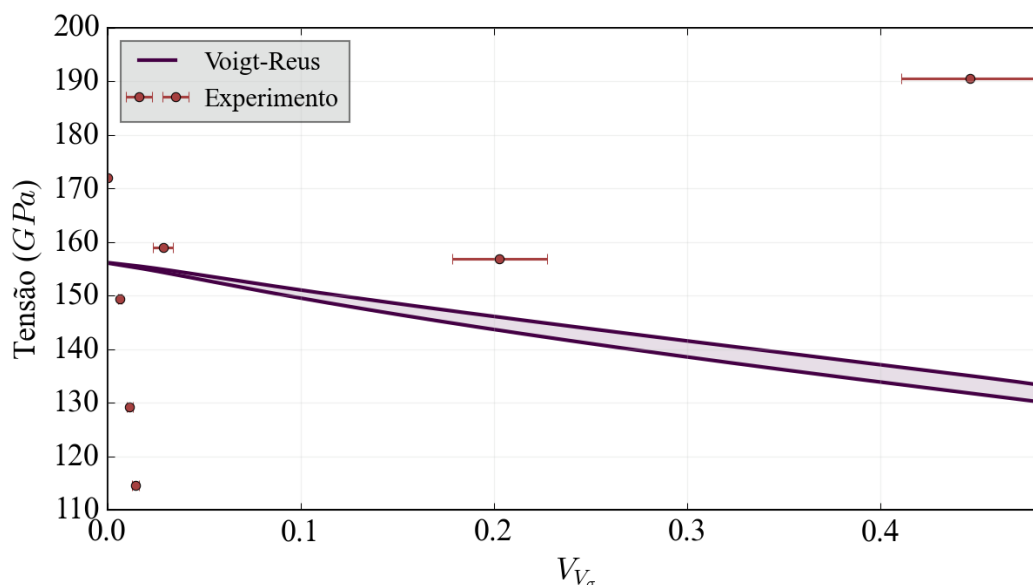
Fonte: Autor.

No procedimento experimental é possível observar um leve aumento da fase γ , atingindo um pico e diminuindo até estabilizar-se no fim do processo. Diferente da observação experimental, o modelo apresentou comportamento semelhante das fases, comparado ao procedimento experimental, com uma variação da fase γ menos acentuada.

6.2.2.2 Módulo de Elasticidade

Por fim, os valores de E em função da fração volumétrica foram comparados com a regra das misturas com os limites superior e inferior de VOIGT (1889) e REUSS (1929), segundo os valores de E de cada fase obtido no ensaio de ultra-microdureza (Figura 95).

Figura 95: Comparação dos valores do módulo de elasticidade (E) com a regra das misturas.



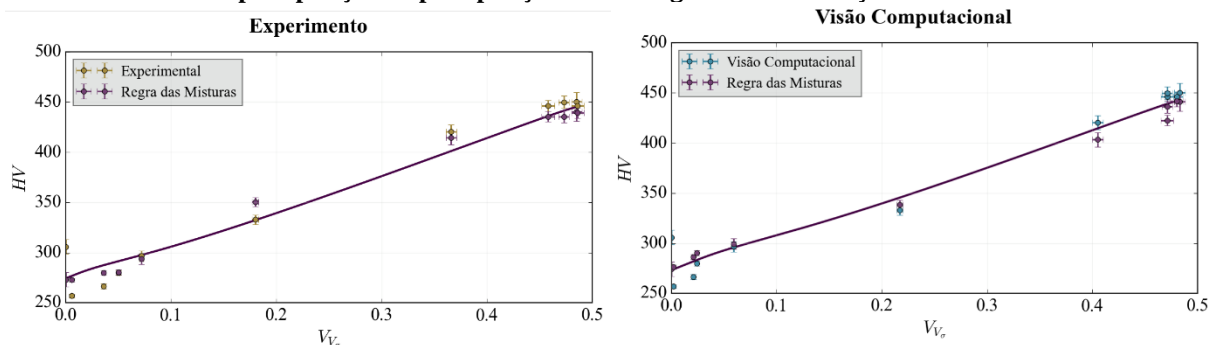
Fonte: Autor.

Observa-se que a regra das misturas não satisfaz os valores do módulo de elasticidade, que aparentam estar aleatórios. Vale mencionar que a obtenção de E através do ensaio de tração pode não ser eficiente devido a erros de fixação dos CP's e, conseqüentemente, do escorregamento dos mesmos durante o ensaio.

6.2.2.3 Dureza

A regra das misturas foi efetuada com os valores de fração volumétrica das fases respeitando os padrões de cinética apresentados anteriormente, juntamente com os valores de dureza de cada fase, obtidos no ensaio de ultra-microdureza. A Figura 96 apresenta o modelo da regra das misturas comparado aos valores de dureza em função da fração volumétrica da fase σ calculados experimentalmente e pela visão computacional, respectivamente.

Figura 96: Comparação dos valores de dureza com o modelo da regra de regra das misturas em função da fração volumétrica da fase sigma. A linha sólida representa a evolução da dureza em função das cinéticas de precipitação de precipitação da fase sigma e de dissolução da ferrita.



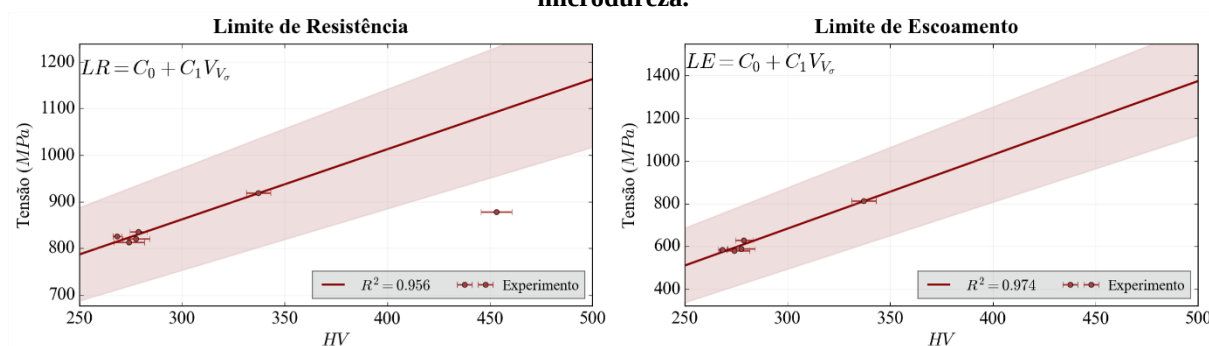
Fonte: Autor.

Os resultados apresentaram boa aproximação com o modelo de regra das misturas. Porém, também mostraram uma certa elevação da dureza nos últimos tempos de tratamento térmico. Essa discrepância pode ser explicada pela alta densidade de contornos de grão da fase σ e também a presença de fase χ , como visto nas micrografias obtidas por MO, MEV e EBSD. O menor tamanho de grão e, conseqüentemente, a alta densidade de contornos de grão, favorecem no aumento da resistência do material.

6.2.2.4 Limite de Resistência e Limite de Escoamento

A Figura 97 apresenta os valores de LR e LE em função da microdureza do material. Como observado nos gráficos, as propriedades analisadas comportam-se linearmente em função da microdureza. As constantes lineares da curva aproximada estão apresentadas na Tabela 24, que corrobora com o modelo linear proposto por TAYLOR (1942).

Figura 97: Modelo linear do limite de resistência e limite de escoamento do aço em função da microdureza.



Fonte: Autor.

Tabela 24: Constantes lineares dos limites de resistência e escoamento em função da microdureza.

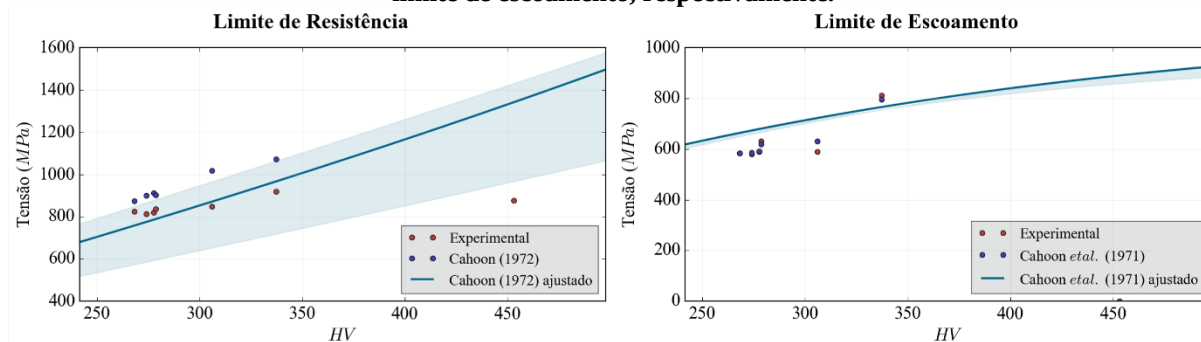
	LR	LE
C_0	$410,7 \pm 53,7$	$-352,6 \pm 93,2$
C_1	$1,50 \pm 0,19$	$3,45 \pm 0,32$

Fonte: Autor.

Também foram comparados os valores experimentais com os modelos de CAHOON (1972) e CAHOON; BROUGHTON e KUTZAK (1971) para os dados de LR e LE, respectivamente. Foi comparado o modelo com os coeficientes propostos para aços, como descritos nas equações 18 e 19, bem como o modelo com ajuste dos coeficientes, sendo esses mostrados nas equações 38 e 39. A comparação dos modelos com os valores experimentais está descrita na Figura 98.

Observa-se pelos valores de LR que o modelo de Cahoon mostra-se superestimado quando comparado aos valores experimentais, porém o modelo se adequa quando os coeficientes são ajustados. Já os valores de LE mostram-se bem próximos ao modelo de Cahoon, necessitando de um ajuste menor para acomodação da curva. Os coeficientes C_a e C_b ajustados são apresentados na Tabela 25.

Figura 98: Modelos de Cahoon (1972) e Cahoon; Broughton & Kutzak (1971) do limite de resistência e limite de escoamento, respectivamente.



Fonte: Autor.

$$LR = 9,807 \left[\frac{HV}{C_a} \left(\frac{n_\epsilon}{C_b} \right)^{n_\epsilon} \right] \quad 38$$

$$LE = 9.807 \left[\frac{HV}{C_a} (C_b)^{n_\epsilon} \right] \quad 39$$

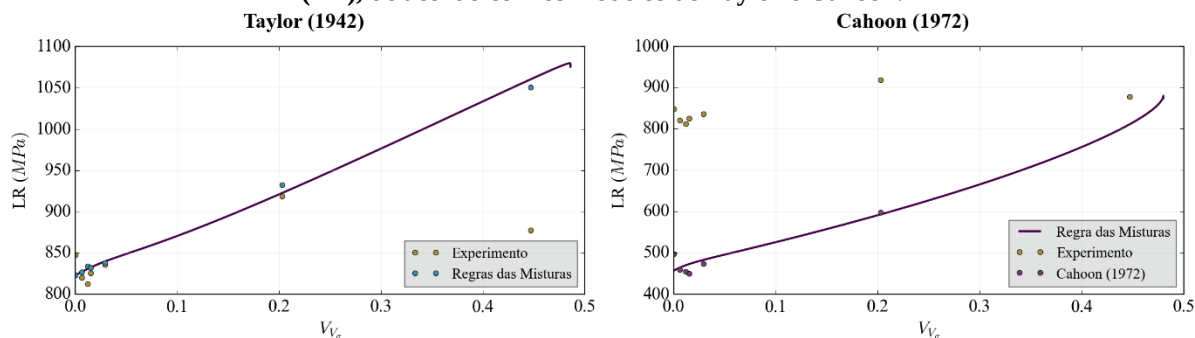
Tabela 25: Coeficientes C_a e C_b dos modelos de Cahoon (1972) e Cahoon; Broughton & Kutzak (1971), respectivamente.

	LR	LE
C_a	$3,8 \pm 0,7$	$2,5 \pm 0,2$
C_b	$2,01 \pm 2,16$	$0,03 \pm 0,01$

Fonte: Autor.

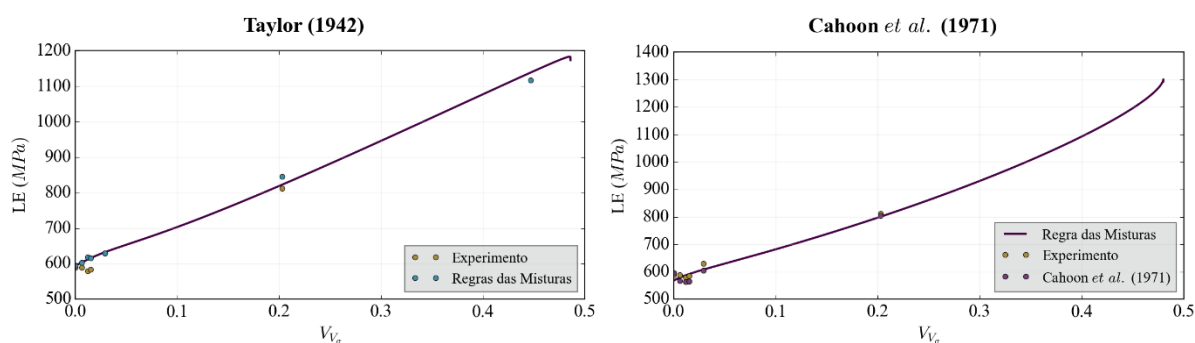
A regra das misturas para as propriedades de LR e LE foi utilizada seguindo o modelo linear, proposto por TAYLOR (1942) e os modelos ajustados de CAHOON (1972) e CAHOON; BROUGHTON e KUTZAK (1971). A Figura 99 e a Figura 100 mostram os resultados dos modelos quando comparados a regra das misturas. Para o cálculo dos modelos de Cahoon foi utilizado o coeficiente de encruamento n_ϵ em função da fração volumétrica da fase σ .

Figura 99: Comparação entre a regra das misturas com os valores experimentais do limite de resistência (LR), de acordo com os modelos de Taylor e Cahoon.



Fonte: Autor.

Figura 100: Comparação entre a regra das misturas com os valores experimentais do limite de escoamento (LE), de acordo com os modelos de Taylor e Cahoon.



Fonte: Autor.

Observa-se que o modelo linear se aproxima com maior precisão dos resultados experimentais quando utilizada a regra das misturas para o cálculo das propriedades. O modelo de CAHOON (1972) mostrou uma discrepância muito maior quando utilizada a regra das misturas, não satisfazendo o comportamento experimental do limite de resistência. Por outro lado, o modelo de CAHOON; BROUGHTON e KUTZAK (1971) apresentou ainda uma boa aproximação para o limite de escoamento, superior ao modelo linear.

7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados experimentais obtidos e na solução computacional encontrada pode-se concluir os seguintes tópicos:

7.1 Resultados Experimentais

- Os cálculos previstos pelo ThermoCalc sobre fase estável e composição química, juntamente com os resultados de composição química obtidos por EDS e metalografia quantitativa indicaram que o material se aproximou das condições de equilíbrio.
- As análises observadas via metalografia qualitativa indicam que as fases intermetálicas nucleiam nos contornos de grão $\delta - \delta$ e $\delta - \gamma$, nos pontos triplos da fase δ e, menos frequentemente, no interior dos grãos de δ . Também foi observada a ocorrência de formação de *clusters* dessas fases, como também a nucleação nos contornos de grão de fase γ nos últimos tempos de envelhecimento. Foi observada, por meio de MEV e EBSD, a presença de outras fases intermetálicas além da fase σ , como a fase χ e, possivelmente, Cr_2N e CrN , que podem influenciar nas propriedades mecânicas.
- A microestrutura do aço alterou-se profundamente durante a nucleação e crescimento da fase σ . Os grãos de fase σ circundando a fase γ podem gerar maior fragilidade no material devido a maior facilidade de propagação de trincas. Além disso, a morfologia da fase σ mostrou-se altamente variada.
- A cinética da fase σ comportou-se de forma sigmoideal em função do tempo de tratamento térmico e esse fator, juntamente com a aproximação numérica, aponta que a equação JMAK previu de forma concreta a evolução da nucleação e crescimento dessa fase. O mesmo modelo foi preciso para modelar o comportamento da dissolução da fase δ , visto que sua dissociação é causada pela formação dos precipitados. A fração volumétrica da fase γ apresentou-se virtualmente constante em quase toda transformação de fase, com precipitação de γ_2 nos últimos tempos de envelhecimento.
- A dureza do material aumentou em função do tempo de tratamento térmico, também se observou um aumento linear da dureza em função da fase σ . Os resultados de ultra-microdureza mostraram que a fase δ se apresentou mais resistente que a fase γ .

- Os ensaios de tração revelaram que as propriedades relacionadas a resistência e a tenacidade se comportaram de forma linear e crescente e exponencial e decrescente, respectivamente. A regressão linear realizada nas propriedades de LR, LE, K e n_ε em função da fase σ mostraram-se precisos.

7.2 Resultados Computacionais

- A interpretação das fases na visão computacional mostrou-se precisa para microestruturas bifásicas e boas para microestruturas trifásicas, seguindo alguns critérios.
- A preparação metalográfica precisa ser bem executada, pois perturbações na superfície das amostras causam interpretação errônea da fração volumétrica. Por último, vale ressaltar que a micrografia deve retratar a microestrutura com nitidez e clareza, sombreamento e desfoque na micrografia acarretam em erros na identificação das fases.
- Comparada com os resultados experimentais, a visão computacional mostrou-se eficaz para o cálculo da fração volumétrica das fases. Observou-se um leve desvio na fração de fase σ quando esta se encontrou em menores proporções ($V_{V_\sigma} \leq 5\%$), o mesmo desvio foi encontrado para fase δ nos últimos tempos de dissolução desta fase.
- Quando estudada a relação da quantidade amostral na precisão relativa, foi constatado que a dificuldade de previsão da fração volumétrica da fase σ se limitou às mesmas dificuldades quando calculada experimentalmente. O número de campos analisados deve aumentar exponencialmente em função da quantidade de fração volumétrica prevista. Ademais, uma quantidade amostral acima de 50 campos é uma boa estimativa quando se trabalha com uma fração volumétrica significativa.
- Para a previsão das propriedades de LR e LE, foi visto que o modelo linear de TAYLOR (1942) revelou maior precisão que os modelos de CAHOON (1972) e CAHOON; BROUGHTON e KUTZAK (1971). A regra das misturas apresentou levemente abaixo dos valores de dureza, tanto comparada às frações experimentais quanto às computacionais. Esse fato pode ser explicado pelos teores de fase χ , que foram considerados como parte da fase σ . Além disso, os valores de LR e LE mostraram-se próximos a previsão da regra das misturas.

7.3 Propostas para Trabalhos Futuros

Para dar continuidade ao tema estudado, sugere-se os seguintes trabalhos futuros:

- Uso de *machine learning* e inteligência artificial para o aprimoramento da visão computacional, tendo em vista a interpretação das fases sem a necessidade da instrução de um usuário e seu uso para outros tipos de aços e ligas metálicas;
- Aperfeiçoar a previsão das propriedades com base também na morfologia das fases e demais parâmetros estereológicos que podem ser interpretados via visão computacional;
- Previsão de propriedades relacionadas a tenacidade do aço, visto que são as características mais influenciadas pela fase σ .

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACHARYA, T.; RAY, A. K. Introduction. **Image Processing: Principles and Applications**. Hoboken, N.J: John Wiley, 2005. p. 1–16.

ALIBEYKI, M.; MIRZADEH, H.; NAJAFI, M.; KALHOR, A. Modification of Rule of Mixtures for Estimation of the Mechanical Properties of Dual-Phase Steels. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, n. 6, p. 2683–2688, jun. 2017. <https://doi.org/10.1007/s11665-017-2687-6>.

ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIX-MOREUIL, S. (Orgs.). **Duplex Stainless Steels**. London : Hoboken, NJ: ISTE ; J. Wiley, 2009.

ALVES, A. L. M.; ASSIS, W. L. da S.; RIOS, P. R. Computer Simulation of Sequential Transformations. **Acta Materialia**, v. 126, p. 451–468, mar. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.12.068>.

ANTUNES, J. M.; CAVALEIRO, A.; MENEZES, L. F.; SIMÕES, M. I.; FERNANDES, J. V. Ultra-microhardness Testing Procedure with Vickers Indenter. **Surface and Coatings Technology**, v. 149, n. 1, p. 27–35, jan. 2002. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(01\)01413-X](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(01)01413-X).

ASTM INTERNATIONAL. **E8/E8M - 16a Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**, n. E8/E8M. West Conshohocken, Pennsylvania, USA: ASTM International, 2016a. DOI 10.1520/E0008_E0008M-16A. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E8E8M-16A>.

ASTM INTERNATIONAL. **E112-13 Test Methods for Determining Average Grain Size**, n. E112. West Conshohocken, Pennsylvania, USA: ASTM International, 2013. DOI 10.1520/E0112-13. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E112-13>.

ASTM INTERNATIONAL. **E407-07 Practice for Microetching Metals and Alloys**, n. E407. West Conshohocken, Pennsylvania, USA: ASTM International, 2015. DOI 10.1520/E0407-07R15E01. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E407-07R15E1>.

ASTM INTERNATIONAL. **E562-19 Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count**, n. E562. West Conshohocken, Pennsylvania, USA: ASTM International, 2019. DOI 10.1520/E0562-19. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E562-19>.

ASTM INTERNATIONAL. **E1245-03 Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis**. West Conshohocken, Pennsylvania, USA: ASTM International, 2016b. DOI 10.1520/E1245-03R16. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E1245-03R16>.

AVRAMI, M. Granulation, Phase Change, and Microstructure Kinetics of Phase Change. III. **The Journal of Chemical Physics**, v. 9, n. 2, p. 177–184, fev. 1941. <https://doi.org/10.1063/1.1750872>.

AVRAMI, M. Kinetics of Phase Change. I General Theory. **The Journal of Chemical Physics**, v. 7, n. 12, p. 1103–1112, dez. 1939. <https://doi.org/10.1063/1.1750380>.

AVRAMI, M. Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei. **The Journal of Chemical Physics**, v. 8, n. 2, p. 212–224, fev. 1940. <https://doi.org/10.1063/1.1750631>.

BAÍÁ, D. M.; SANTA CRUZ, J. dos S. M.; SILVA, V. L. F. da; ASSIS, W. L. S. Análise da Fase Sigma no Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 por Reconstrução Tridimensional. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Foz do Iguaçu, PR, ed. 23, p. 4427–4438, 2018. .

BAIN, E. C.; GRIFFITHS, W. E. An Introduction to The Iron-Chromium-Nickel Alloys. **Trans. AIME**, v. 75, p. 166–211, 1921. .

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. Stainless Steel. **Steels: Microstructure and Properties**. 3rd ed. Amsterdam Boston: Elsevier, Butterworth-Heinemann, 2006. p. 259–286.

BOUHFID, N.; RAJI, M.; BOUJMAL, R.; ESSABIR, H.; BENSALAH, M.-O.; BOUHFID, R.; QAIS, A.-K. Numerical Modeling of Hybrid Composite Materials. **Modelling of Damage Processes in Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites**. [S. l.]: Elsevier, 2019. p. 57–101. DOI 10.1016/B978-0-08-102289-4.00005-9. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081022894000059>. Acesso em: 20 dez. 2021.

BRADSKI, G. R.; KAEHLER, A. Getting to Know OpenCV. **Learning OpenCV: Computer Vision with the OpenCV library**. Software that sees. 1. ed. Beijing: O'Reilly, 2011. p. 31–89.

BROCK, C.; HORNBOKEN, E.; STRATMANN, P.; THOMMEK, H. Die Herstellung von Duplexgefügen in Stählen. **Archiv für das Eisenhüttenwesen**, v. 47, n. 8, p. 513–518, ago. 1976. <https://doi.org/10.1002/srin.197603850>.

CAHN, J. W.; HAGEL, W. G. Divergent Pearlite in a Manganese Eutectoid Steel. **Acta Metallurgica**, v. 11, n. 6, p. 561–574, jun. 1963. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(63\)90090-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(63)90090-7).

CAHOON, J. R. An Improved Equation Relating Hardness to Ultimate Strength. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 3, n. 11, p. 3040–3040, nov. 1972. <https://doi.org/10.1007/BF02652880>.

CAHOON, J. R.; BROUGHTON, W. H.; KUTZAK, A. R. The Determination of Yield Strength From Hardness Measurements. **Metallurgical Transactions**, v. 2, n. 7, p. 1979–1983, jul. 1971. <https://doi.org/10.1007/BF02913433>.

CANTOR, B. Impurity Effects on Heterogeneous Nucleation. **Materials Science and Engineering: A**, v. 226–228, p. 151–156, jun. 1997. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(96\)10608-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10608-0).

CHARLES, J. Duplex Stainless Steels - a Review after DSS '07 held in Grado. **Steel Research International**, v. 79, n. 6, p. 455–465, jun. 2008. <https://doi.org/10.1002/srin.200806153>.

CHAWLA, K. On the Applicability of the “Rule-of-Mixtures” to the Strength Properties of Metal-Matrix Composites. **Revista Brasileira de Física**, v. 4, n. 3, p. 411–418, 1974. .

CHRISTIAN, J. W. General Introduction. **The Theory of Transformations in Metals and Alloys**. Amsterdam, Netherlands: Pergamon, 2002. p. 1–22.

COBB, H. M. The Early Discoveries. **The History of Stainless Steel**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2010. p. 7–16.

CONCEIÇÃO DOS SANTOS, A. G.; IGNÁCIO, N. F.; FERNANDES, M. S.; BAÍA, D. M.; MOREIRA, F. N.; DA SILVA ASSIS, W. L.; RIOS, P. R. Computational modeling of a 3D matrix of duplex stainless steel and its ultimate strength in function of the sigma phase evolution. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 15, p. 2625–2632, nov. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.09.051>.

DAKHLAOUI, R.; BRAHAM, C.; BACZMAŃSKI, A. Mechanical Properties of Phases in Austeno-Ferritic Duplex Stainless Steel—Surface Stresses Studied by X-Ray Diffraction. **Materials Science and Engineering: A**, v. 444, n. 1–2, p. 6–17, jan. 2007. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.06.074>.

DAVIS, J. R.; ASM INTERNATIONAL (Orgs.). **Stainless steels**. Materials Park, Ohio: ASM International, 1994(ASM Specialty Handbook).

DEMERI, M. Y. Austenitic Stainless Steels. **Advanced High-Strength Steels: Science, Technology, and Applications**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2013. p. 161–168.

DOS SANTOS, D. C.; MAGNABOSCO, R. Kinetic Study to Predict Sigma Phase Formation in Duplex Stainless Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, n. 4, p. 1554–1565, abr. 2016. <https://doi.org/10.1007/s11661-016-3323-z>.

ESCRIBA, D. M.; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Chi-Phase Precipitation in a Duplex Stainless Steel. **Materials Characterization**, v. 60, n. 11, p. 1214–1219, nov. 2009. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2009.04.013>.

FARGAS, G.; ANGLADA, M.; MATEO, A. Effect of the Annealing Temperature on The Mechanical Properties, Formability and Corrosion Resistance of Hot-Rolled Duplex Stainless Steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, n. 4, p. 1770–1782, fev. 2009. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.04.026>.

FERNANDES IGNÁCIO, N.; SILVA FERNANDES, M.; MAGALHÃES BAÍA, D.; CONCEIÇÃO DOS SANTOS, A. G.; DA SILVA SIQUEIRA, F.; LUIZ DA SILVA ASSIS, W.; RANGEL RIOS, P. A Study on The Effect of The Number of Clusters at The Phase Transformation Kinetics. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 15, p. 777–784, nov. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.08.040>.

FÉRON, D.; EUROPEAN FEDERATION OF CORROSION (Orgs.). Materials Selection. **Marine Corrosion of Stainless Steels**. Book / The Institute of Materials. London: IOM Communications, 2001. p. 53–144.

FERREIRA, T.; RASBAND, W. **ImageJ User Guide**. [S. l.: s. n.], 2012. Disponível em: <http://imagej.nih.gov/ij/docs/guide>.

FONSECA, G. D. da; SIQUEIRA, F. da S.; LUIZ MORAES ALVES, A.; ASSIS, W. L. da S.; RIOS, P. R. Computer Simulation of Site Saturation and Constant Nucleation Rate Transformations on a Network of Kelvin Polyhedra. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 8, n. 5, p. 4534–4539, set. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.07.066>.

FONSECA, G. S.; OLIVEIRA, P. M. de; DINIZ, M. G.; BUBNOFF, D. V.; CASTRO, J. A. de. Sigma Phase in Superduplex Stainless Steel: Formation, Kinetics and Microstructural Path. **Materials Research**, v. 20, n. 1, p. 249–255, 9 jan. 2017. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2016-0436>.

GHEQUIERE, A.; BAUWENS, J. C. Theoretical Model for The Elastic Behavior of Composites Reinforced With Short Fibers. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 20, n. 4, p. 891–902, abr. 1976. <https://doi.org/10.1002/app.1976.070200403>.

GONZALEZ, R. C.; WOODS, R. E. Image Segmentation I. **Digital Image Processing**. 4^a. New York, NY: Pearson, 2018. p. 115.

GRAY, K. J. Electromagnetic Window Properties of CVD Diamond. 1759., 20 nov. 1992. San Diego, CA: SPIE, 20 nov. 1992. v. 1759, p. 203–208. DOI 10.1117/12.130773. Disponível em: <http://proceedings.spiedigitallibrary.org/proceeding.aspx?articleid=998358>.

GUIRALDENQ, P.; HARDOUIN DUPARC, O. The Genesis of The Schaeffler Diagram in The History of Stainless Steel. **Metallurgical Research & Technology**, v. 114, n. 6, p. 613, 2017. <https://doi.org/10.1051/metal/2017059>.

GUNN, R. N. (Org.). **Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications**. Cambridge: Abington, 1997.

GURLAND, J. The Measurement of Grain Contiguity in Two-Phase Alloys. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v. 73, p. 452–455, 1958. .

HALL, E. O.; ALGIE, S. H. The Sigma Phase. **Metallurgical Reviews**, v. 11, n. 1, p. 61–88, jan. 1966. <https://doi.org/10.1179/mtlr.1966.11.1.61>.

HE, J.; SANDSTRÖM, R. Application of Fundamental Models for Creep Rupture Prediction of Sanicro 25 (23Cr25NiWCoCu). **Crystals**, v. 9, n. 12, p. 638, 29 nov. 2019. <https://doi.org/10.3390/cryst9120638>.

HILL, R. The Elastic Behaviour of a Crystalline Aggregate. **Proceedings of the Physical Society. Section A**, v. 65, n. 5, p. 349–354, 1 maio 1952. <https://doi.org/10.1088/0370-1298/65/5/307>.

HOLLOMON, J. H. Tensile Deformation. **Metals Technology**, v. 12, n. 4, p. 268–290, 1945. .

HORNBOGEN, E. On The Microstructure of Alloys. **Acta Metallurgica**, v. 32, n. 5, p. 615–627, maio 1984. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(84\)90135-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(84)90135-4).

HULL, D.; CLYNE, T. W. Strength of Composites. **An Introduction to Composite Materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 2003. p. 158–207.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystallization of Single-Phase Alloys. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2^a. Amsterdam; Boston: Elsevier, 2004. p. 218.

INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION. **Orientações Práticas para Processamento dos Aços Inoxidáveis Duplex**. 2^a. Londres, UK: IMO International Molybdenum Association, 2012.

JOHNSON, W. A.; MEHL, R. F. Reaction Kinetics in Processes of Nucleation and Growth. **Transactions AIME**, v. 135, p. 416–458, 1939. .

KAFKA, V. **Mesomechanical Constitutive Modeling**. Singapore ; River Edge, NJ: World Scientific Pub, 2001(Series on advances in mathematics for applied sciences, v. 55).

KEIST, J. S.; PALMER, T. A. Development of Strength-Hardness Relationships in Additively Manufactured Titanium Alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 693, p. 214–224, maio 2017. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.102>.

KELTON, W. D.; SADOWSKI, R. P.; ZUPICK, N. B. What Is Simulation? **Simulation with Arena**. Sixth edition. New York, N.Y: McGraw-Hill Education, 2015. p. 1–14.

KOLMOGOROV, A. N. К Статистической Теории Кристаллизации Металлов [The Statistical Theory of Crystallization of Metals]. **Известия Российской академии наук. Серия математическая**, v. 1, n. 3^a, p. 355–359, 1937. .

LANGE, W. F.; ENOMOTO, M.; AARONSON, H. I. Precipitate Nucleation Kinetics at Grain Boundaries. **International Materials Reviews**, v. 34, n. 1, p. 125–152, jan. 1989. <https://doi.org/10.1179/imr.1989.34.1.125>.

LI, G.; ZHAO, Y.; PANG, S.-S.; LI, Y. Effective Young's Modulus Estimation of Concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 29, n. 9, p. 1455–1462, set. 1999. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00119-2](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00119-2).

LIFSHITZ, I. M.; SLYOZOV, V. V. The Kinetics of Precipitation From Supersaturated Solid Solutions. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 19, n. 1–2, p. 35–50, abr. 1961. [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(61\)90054-3](https://doi.org/10.1016/0022-3697(61)90054-3).

LLORCA-ISERN, N.; LÓPEZ-LUQUE, H.; LÓPEZ-JIMÉNEZ, I.; BIEZMA, M. V. Identification of Sigma and Chi Phases in Duplex Stainless Steels. **Materials Characterization**, v. 112, p. 20–29, fev. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.12.004>.

MAGNABOSCO, R. **Cinética das Transformações de Fase em Aço Inoxidável Duplex**. Edital MCT/CNPq, n. 478447/08–6. São Paulo (SP): Centro Universitário da Fundação Educacional Inaciana, 2010.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of Sigma Phase Formation in a Duplex Stainless Steel. **Materials Research**, v. 12, n. 3, p. 321–327, set. 2009. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392009000300012>.

MAGNUSSON, H.; JUUL JENSEN, D.; HUTCHINSSON, B. Growth Rates for Different Texture Components During Recrystallization of IF Steel. **Scripta Materialia**, v. 44, n. 3, p. 435–441, mar. 2001. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(00\)00621-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00621-7).

MIN, W.; GUOPING, L.; LIXIN, W.; LIFENG, H.; YINGHUI, W. Temperature Dependence of Precipitation Mechanism of Intragranular χ Phase in Super Duplex Stainless Steel S32750. **Materials Letters**, v. 287, p. 129304, mar. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129304>.

MITHIEUX, J.-D.; PEGUET, L.; CHASSAGNE, F.; SANTACREU, P.-O. Les Aciers Inoxydables Ferritiques : Une Large Palette de Propriétés d'Usage. **Revue de Métallurgie**, v. 108, n. 1, p. 3–7, 2011. <https://doi.org/10.1051/metal/2011047>.

MOURA, V. S.; LIMA, L. D.; PARDAL, J. M.; KINA, A. Y.; CORTE, R. R. A.; TAVARES, S. S. M. Influence of Microstructure on The Corrosion Resistance of The Duplex Stainless Steel UNS S31803. **Materials Characterization**, v. 59, n. 8, p. 1127–1132, ago. 2008. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.09.002>.

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, n. 7, p. 545–554, jul. 1993. <https://doi.org/10.1179/mst.1993.9.7.545>.

NILSSON, J.-O. Super Duplex Stainless Steels. **Materials Science and Technology**, v. 8, n. 8, p. 685–700, ago. 1992. <https://doi.org/10.1179/mst.1992.8.8.685>.

NIX, W. D.; GAO, H. Indentation Size Effects in Crystalline Materials: A Law for Strain Gradient Plasticity. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 46, n. 3, p. 411–425, mar. 1998. [https://doi.org/10.1016/S0022-5096\(97\)00086-0](https://doi.org/10.1016/S0022-5096(97)00086-0).

NURCHESHMEH, M.; GREEN, D. E. Prediction of Sheet Forming Limits with Marciniak and Kuczynski Analysis Using Combined Isotropic–Nonlinear Kinematic Hardening. **International Journal of Mechanical Sciences**, v. 53, n. 2, p. 145–153, fev. 2011. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2010.12.004>.

OLIVEIRA, I. P. G. de; LUZ, T. de S. Estudo do Processo de Fabricação de Tubos Flexíveis de Aço Inoxidável Duplex UNS 32304 Utilizados na Indústria de Petróleo e Gás. **Soldagem & Inspeção**, v. 18, n. 1, p. 02–11, mar. 2013. <https://doi.org/10.1590/S0104-92242013000100002>.

OLIVEIRA, S. C. de; ASSIS, W. L. da S.; VILLA, E.; RIOS, P. R. Computer Simulation of Simultaneous Evolution of Individual Texture Components During Recrystallization of an IF Steel. **Materials Research**, v. 16, n. 5, p. 1195–1202, 16 jul. 2013. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392013005000111>.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. **Journal of Materials Research**, v. 7, n. 6, p. 1564–1583, jun. 1992. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JUNIOR, F. O Início da Recristalização. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. São Paulo, SP: ABM, 2005. p. 29–47.

PAULSEN, C.; BROKS, R.; KARLSEN, M.; HJELEN, J.; WESTERMANN, I. Microstructure Evolution in Super Duplex Stainless Steels Containing σ -Phase Investigated at Low-Temperature Using In Situ SEM/EBSD Tensile Testing. **Metals**, v. 8, n. 7, p. 478, 22 jun. 2018. <https://doi.org/10.3390/met8070478>.

PAVLINA, E. J.; VAN TYNE, C. J. Correlation of Yield Strength and Tensile Strength with Hardness for Steels. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 17, n. 6, p. 888–893, dez. 2008. <https://doi.org/10.1007/s11665-008-9225-5>.

PHARR, G. M.; HERBERT, E. G.; GAO, Y. The Indentation Size Effect: A Critical Examination of Experimental Observations and Mechanistic Interpretations. **Annual Review of Materials Research**, v. 40, n. 1, p. 271–292, 1 jun. 2010. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104456>.

PIMENTA, F. C. Jr.; REICK, W.; PADILHA, A. F. Estudo Comparativo Entre a Precipitação de Fase Sigma em um Aço Inoxidável Superferrítico e um Aço Inoxidável Dúplex. **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, São Pedro (SP), ed. 14, p. 29301–29309, 2000. .

POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. Effect of Intermetallic Precipitations on The Properties of Duplex Stainless Steel. **Materials Characterization**, v. 58, n. 1, p. 65–71, jan. 2007. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.03.015>.

PRAMANIK, A.; BASAK, A. K. **Stainless Steel: Microstructure, Mechanical Properties and Methods of Application**. New York, New York, USA: Nova Publishers, 2015. Disponível em: <http://site.ebrary.com/id/11050180>.

RAGHAVAN, V. User Applications of Alloy Phase Diagrams. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, v. 62, n. 1, p. 1–9, fev. 2009. <https://doi.org/10.1007/s12666-009-0001-5>.

REUSS, A. Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle . **ZAMM - Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik**, v. 9, n. 1, p. 49–58, 1929. <https://doi.org/10.1002/zamm.19290090104>.

RIOS, Paulo R.; PADILHA, A. F. **Transformações de Fase**. São Paulo: Artliber, 2007.

RIOS, Paulo R.; VILLA, E. Simultaneous and Sequential Transformations. **Acta Materialia**, v. 59, n. 4, p. 1632–1643, fev. 2011. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.11.030>.

RIOS, P.R.; GUIMARÃES, J. R. C.; CHAWLA, K. K. Modelling the stress-strain curves of dual phase steels. **Scripta Metallurgica**, v. 15, n. 8, p. 899–904, ago. 1981. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(81\)90274-X](https://doi.org/10.1016/0036-9748(81)90274-X).

RUSANOVSKY, M.; BEERI, O.; OREN, G. An end-to-end computer vision methodology for quantitative metallography. **Scientific Reports**, v. 12, n. 1, p. 4776, dez. 2022. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-08651-w>.

RUSS, J. C.; DEHOFF, R. T. **Practical Stereology**. Place of publication not identified: Springer, 2013. Disponível em: <http://public.ebookcentral.proquest.com/choice/publicfullrecord.aspx?p=5576041>.

SANGWAL, K. On The Reverse Indentation Size Effect and Microhardness Measurement of Solids. **Materials Chemistry and Physics**, v. 63, n. 2, p. 145–152, fev. 2000. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(99\)00216-3](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(99)00216-3).

SCHAEFFLER, A. L. Welding Similar Metals with Stainless Electrodes. **Iron Age**, v. 162, p. 72–79, jul. 1948. .

SCHULER GMBH (Org.). 2 Basic Principles of Metal Forming. **Metal Forming Handbook**. Berlin ; New York: Springer-Verlag, 1998. p. 5–32.

SHAPIRO, L. G.; STOCKMAN, G. C. Color and Shading. **Computer Vision**. Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall, 2001. p. 209–234.

SONKA, M.; HLAVAC, V.; BOYLE, R. Segmentation I. **Image Processing, Analysis, and Machine Vision**. Fourth edition. Stamford, CT, USA: Cengage Learning, 2015. p. 76.

SOUZA, C. **Desenvolvimento de Estrutura de Grãos Ultrafinos em Aço Inoxidável ASTM 20LN Via Múltiplas Etapas de Laminação a Frio e Recozimento para Reversão**. 2019. 216 f. Tese de Doutorado – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2019.

STEIGERWALD, R. F.; BOND, A. P.; DUNDAS, H. J.; LIZLOVS, E. A. The New Fe-Cr-Mo Ferritic Stainless Steels. **Corrosion**, v. 33, n. 8, p. 279–295, ago. 1977. <https://doi.org/10.5006/0010-9312-33.8.279>.

TABOR, D. **The Hardness and Strength of Metals**. 1. ed. New York: Oxford Clarendon Press, 1951a. v. 1, (Monographs on The Physics and Chemistry of Materials).

TABOR, D. The Hardness and Strength of Metals. **Journal of The Institute of Metals**, v. 79, n. 1–18, p. 464–474, 1951b. .

TAYLOR, W. J. The Hardness Test as a Means of Estimating the Tensile Strength of Metals. **The Journal of the Royal Aeronautical Society**, v. 46, n. 380, p. 198–209, 1942. <https://doi.org/10.1017/S0001924000100636>.

TIAN, Y.; LI, L.; LI, J.; YANG, Y.; LI, S.; QIN, G. Correlating Strength and Hardness of High-Entropy Alloys. **Advanced Engineering Materials**, v. 23, n. 8, p. 2001514, ago. 2021. <https://doi.org/10.1002/adem.202001514>.

VANDER VOORT, G. F. Quantitative Microscopy. **Metallography: principles and practice**. 4. print. Materials Park, Ohio: ASM International, 1999. p. 410–508.

VENTURA, H. da S.; SÁ, G. M. S. de; DUARTE, A. C. L.; ASSIS, W. L. da S.; RIOS, P. R. Computer Simulation in 3D of a Phase Transformation Nucleated by Simple Sequential Inhibition Process. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 1, p. 152–161, jan. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.10.040>.

VOIGT, W. Ueber die Beziehung Zwischen den Beiden Elasticitätsconstanten Isotroper Körper. **Annalen der Physik**, v. 274, n. 12, p. 573–587, 1889. <https://doi.org/10.1002/andp.18892741206>.

WASHKO, S. D.; AGGEN, G. Wrought Stainless Steels. In: ASM HANDBOOK COMMITTEE (org.). **Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance**

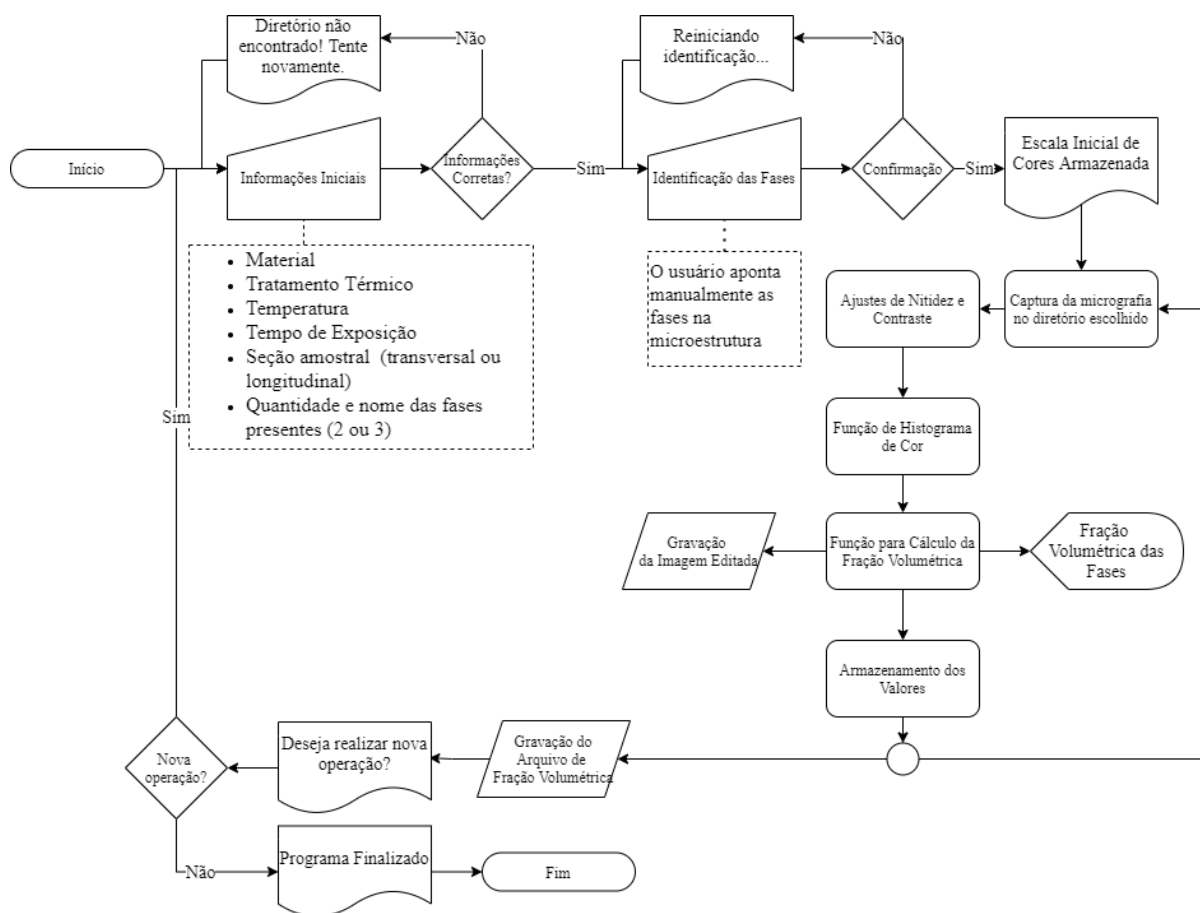
Alloys. Russel Township, Ohio, USA: ASM International, 1990. p. 841–907. DOI 10.31399/asm.hb.v01.a0001046. Disponível em: <http://dl.asminternational.org/handbooks/book/16/chapter/251054/Wrought-Stainless-Steels>.

WEIBEL, E. R.; ELIAS, H. (Orgs.). **Quantitative Methods in Morphology.** Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1967. DOI 10.1007/978-3-642-50130-2. Disponível em: <http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-50130-2>.

WEINBERG, M. C.; BIRNIE, D. P.; SHNEIDMAN, V. A. Crystallization kinetics and the JMAK equation. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 219, p. 89–99, out. 1997. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(97\)00261-5](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(97)00261-5).

YAKEL, H. L. Atom Distributions in Sigma Phases. I. Fe and Cr Atom Distributions in a Binary Sigma Phase Equilibrated at 1063, 1013 and 923 K. **Acta Crystallographica Section B Structural Science**, v. 39, n. 1, p. 20–28, 1 fev. 1983. <https://doi.org/10.1107/S0108768183001974>.

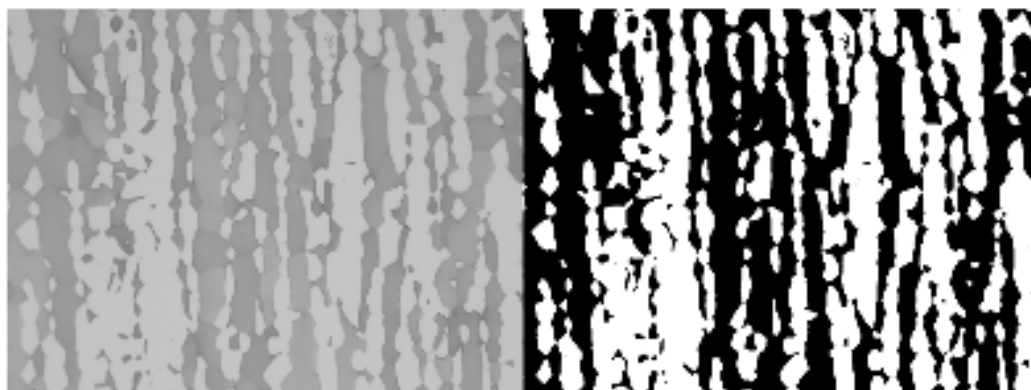
APÊNDICE I: FLUXOGRAMA DO CÓDIGO DE VISÃO COMPUTACIONAL



APÊNDICE II: CÓDIGO E RELATÓRIO PRELIMINAR DE PREVISÃO DE UMA MICROGRAFIA

II.A Relatórios Preliminares

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 0 min

>> Fração Volumétrica

Ferrita: 0.522

Austenita: 0.478

>> Propriedades Estimadas

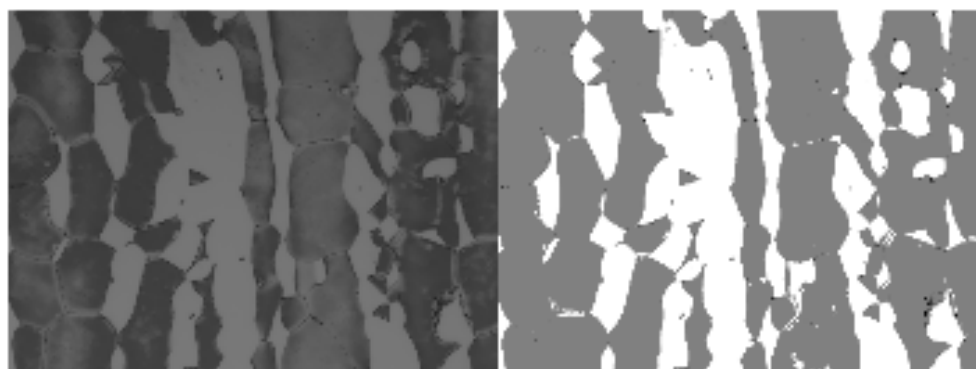
LR: 823.9 MPa

LE: 567.3 MPa (Taylor)

593.9 MPa (Cahoon)

Dureza: 274.1 HV

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 15 min

>> Fração Volumétrica

Ferrita: 0.670

Austenita: 0.328

Sigma: 0.002

>> Propriedades Estimadas

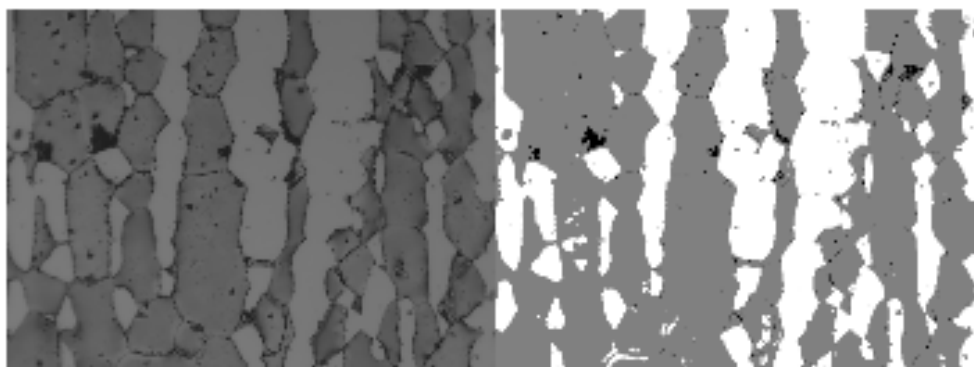
LR: 839.7 MPa

LE: 589.8 MPa (Taylor)

630.0 MPa (Cahoon)

Dureza: 284.6 HV

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 30 min

>> Fração Volumétrica

Ferrita: 0.629

Austenita: 0.362

Sigma: 0.009

>> Propriedades Estimadas

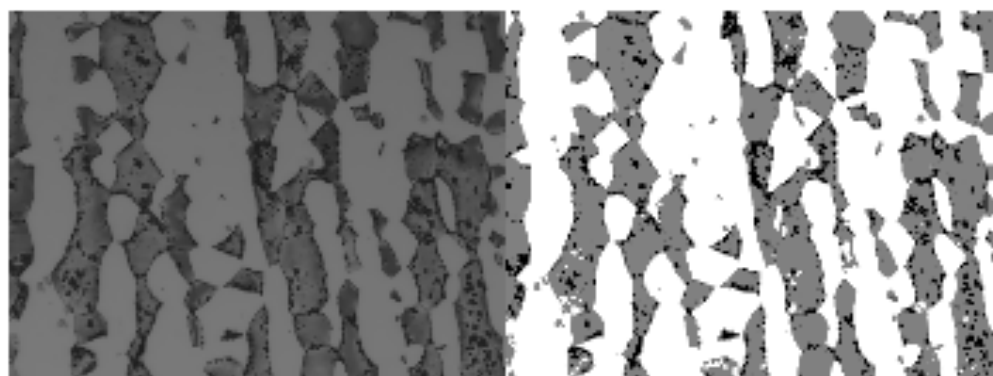
LR: 840.1 MPa

LE: 593.3 MPa (Taylor)

631.0 MPa (Cahoon)

Dureza: 284.8 HV

Relatório Preliminar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 40 min

>> Fração Volumétrica

Ferrita: 0.389

Austenita: 0.556

Sigma: 0.055

>> Propriedades Estimadas

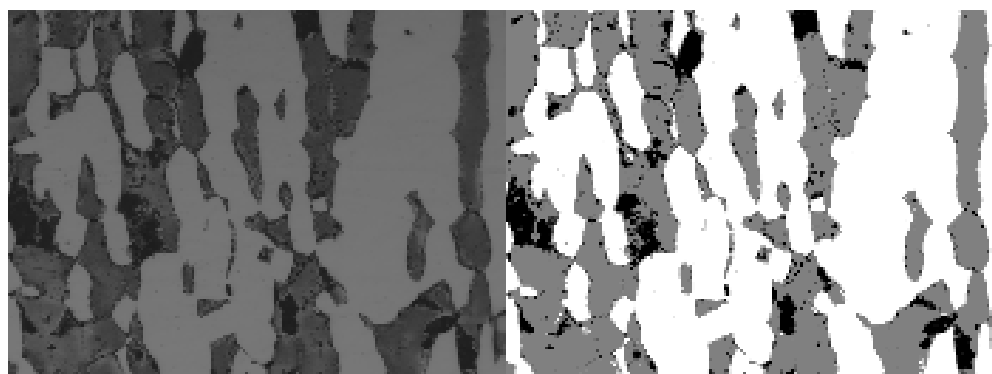
LR: 845.7 MPa

LE: 621.3 MPa (Taylor)

643.7 MPa (Cahoon)

Dureza: 288.5 HV

Relatório Preliminar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 50 min

>> Fração Volumétrica

Ferrita: 0.385

Austenita: 0.553

Sigma: 0.062

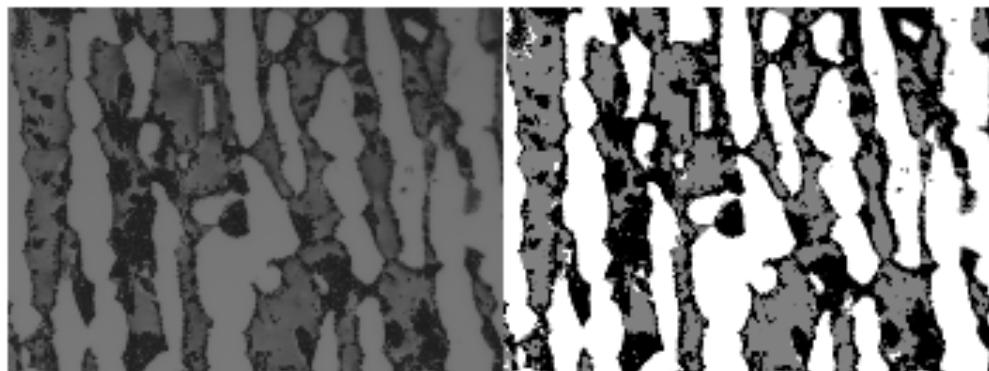
>> Propriedades Estimadas

LR: 849.7 MPa

**LE: 630.1 MPa (Taylor)
652.7 MPa (Cahoon)**

Dureza: 291.2 HV

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 60 min

>> Fração Volumétrica

Ferrita: 0.269

Austenita: 0.450

Sigma: 0.281

>> Propriedades Estimadas

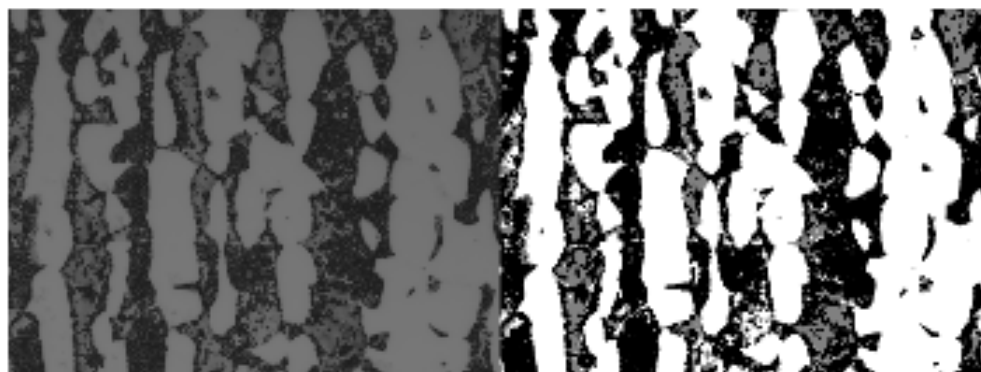
LR: 976.4 MPa

LE: 950.6 MPa (Taylor)

942.9 MPa (Cahoon)

Dureza: 375.2 HV

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 120 min

>> Fração Volumétrica

Ferrita: 0.125

Austenita: 0.525

Sigma: 0.350

>> Propriedades Estimadas

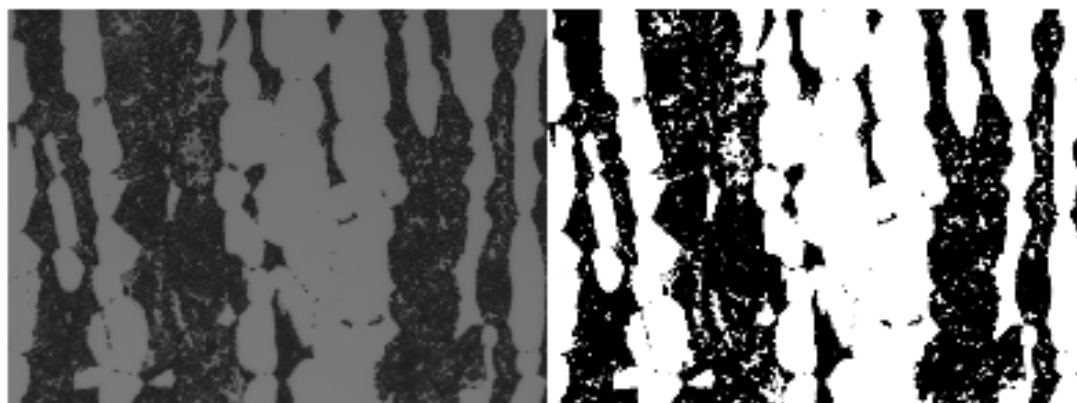
LR: 1005.9 MPa

LE: 1051.5 MPa (Taylor)

1010.6 MPa (Cahoon)

Dureza: 394.8 HV

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 240 min

>> Fração Volumétrica

Austenita: 0.558

Sigma: 0.442

>> Propriedades Estimadas

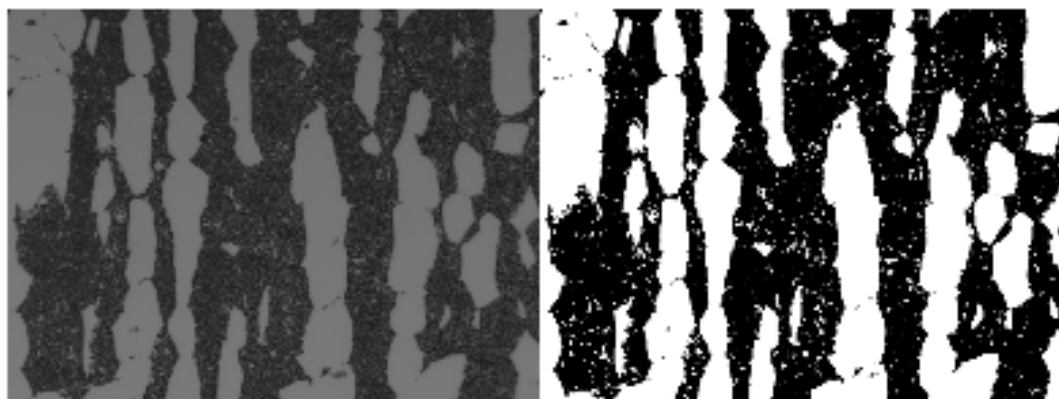
LR: 1051.2 MPa

LE: 1208.3 MPa (Taylor)

1114.2 MPa (Cahoon)

Dureza: 424.8 HV

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 360 min

>> Fração Volumétrica

Austenita: 0.465

Sigma: 0.535

>> Propriedades Estimadas

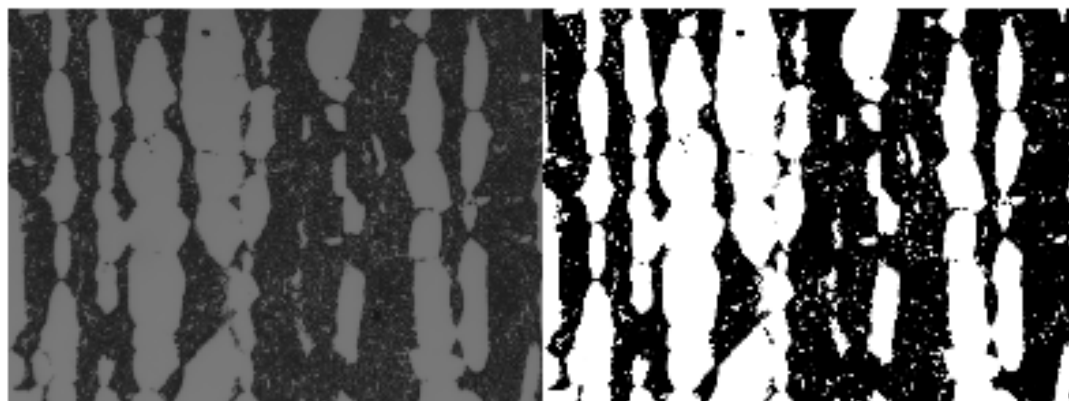
LR: 1110.3 MPa

LE: 1412.0 MPa (Taylor)

1249.6 MPa (Cahoon)

Dureza: 464.0 HV

Relatório Premilinar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 720 min

>> Fração Volumétrica

Austenita: 0.465

Sigma: 0.535

>> Propriedades Estimadas

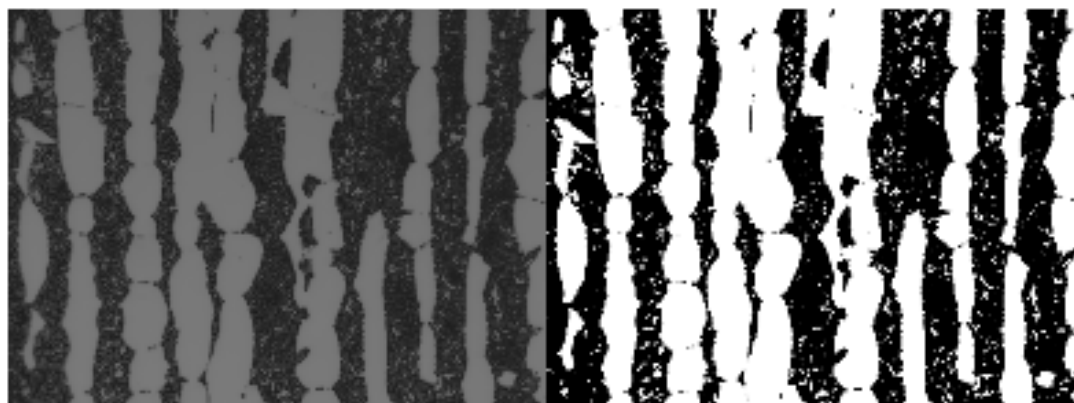
LR: 1110.0 MPa

LE: 1410.8 MPa (Taylor)

1248.9 MPa (Cahoon)

Dureza: 463.8 HV

Relatório Preliminar



Material: UNS S32550

Tratamento Térmico: Envelhecimento

Temperatura: 750 °C; Tempo de Exposição: 1440 min

>> Fração Volumétrica

Austenita: 0.540

Sigma: 0.460

>> Propriedades Estimadas

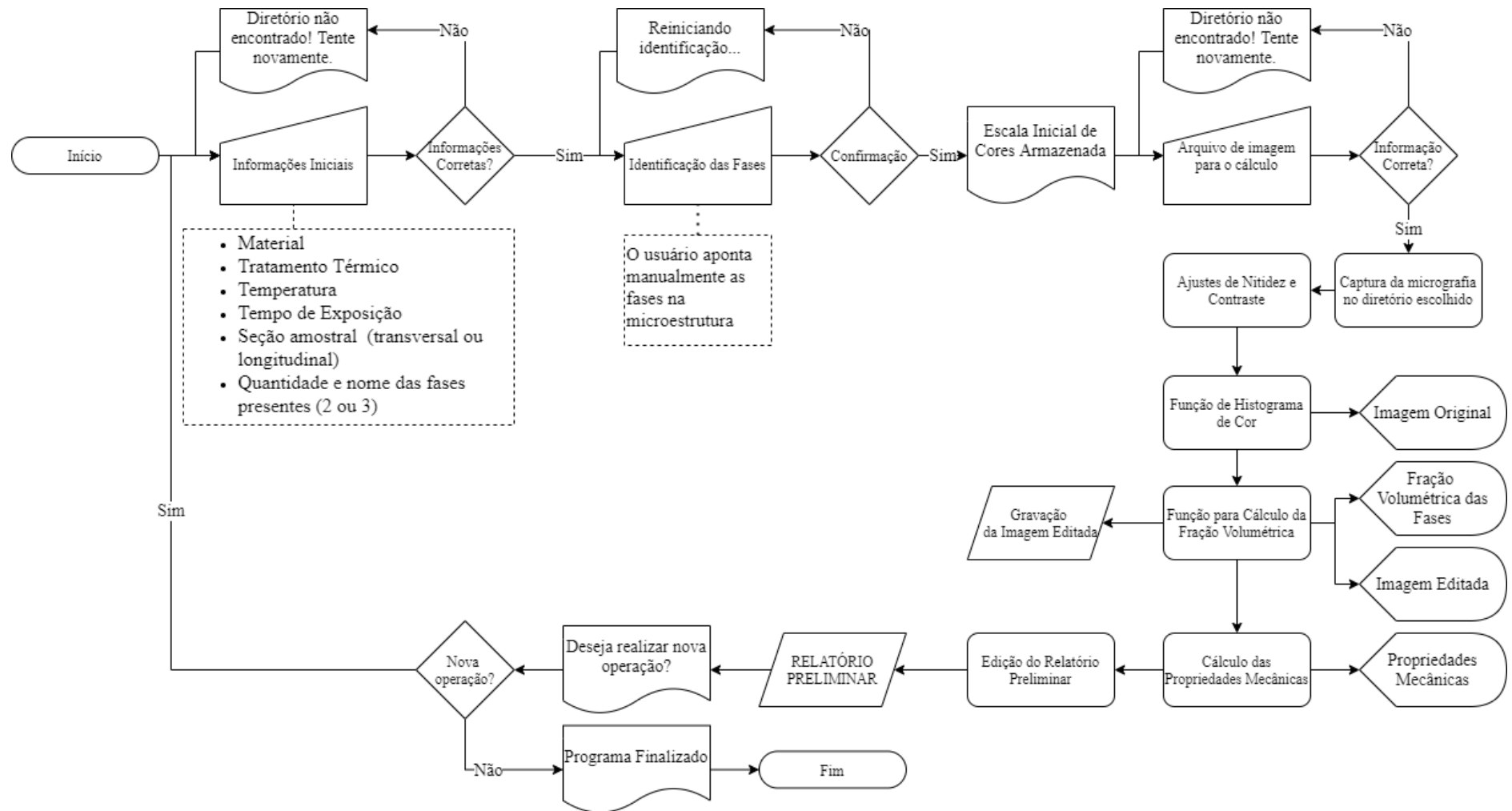
LR: 1062.5 MPa

LE: 1245.5 MPa (Taylor)

1140.1 MPa (Cahoon)

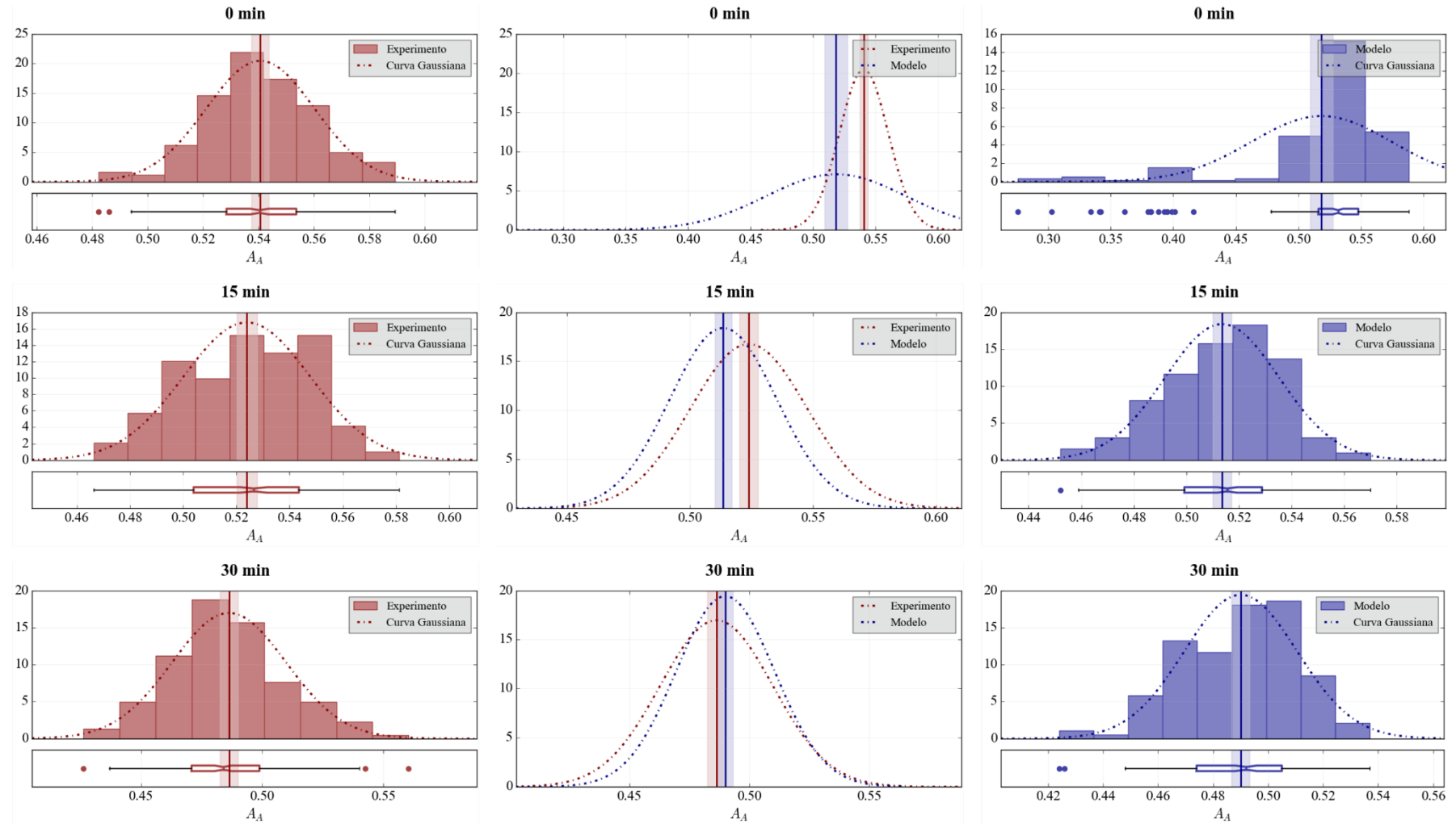
Dureza: 432.3 HV

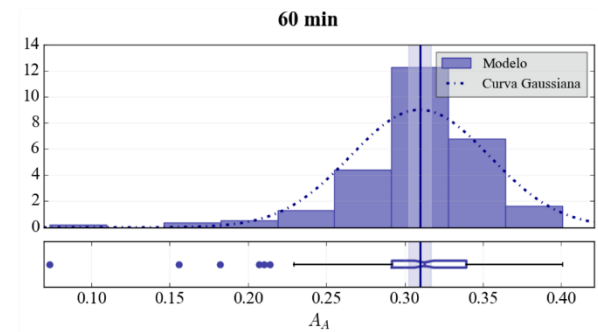
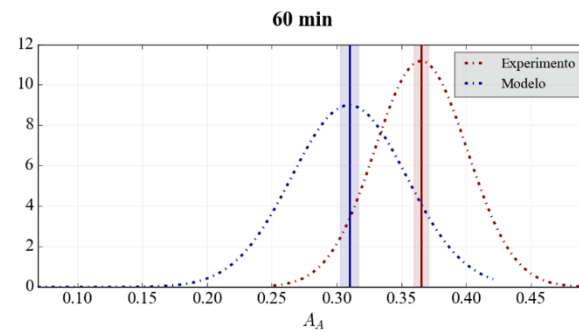
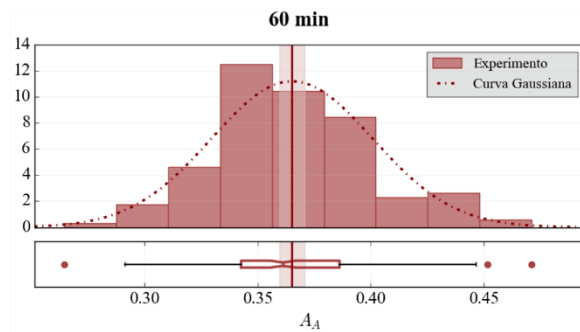
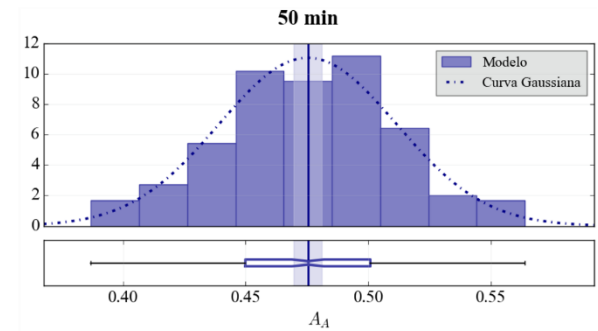
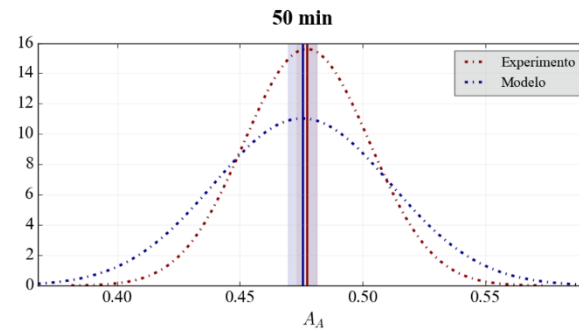
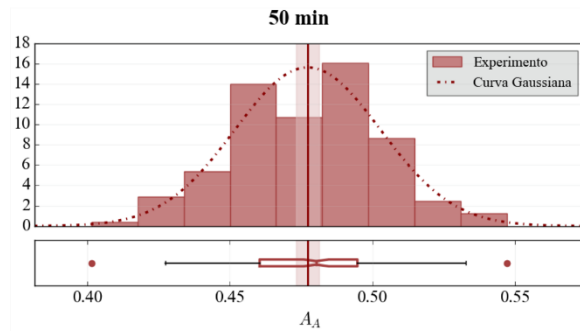
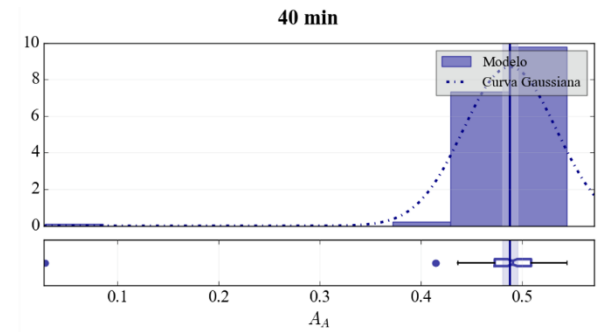
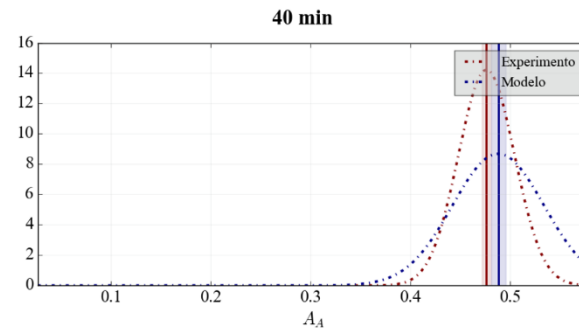
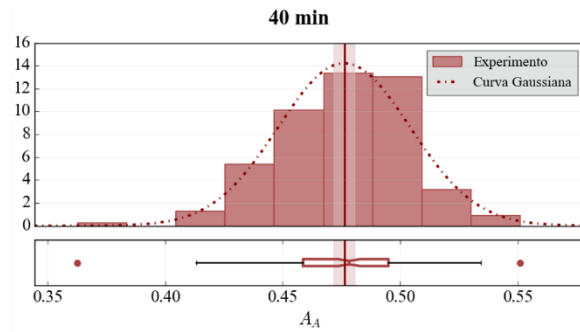
II.B Fluxograma do Código

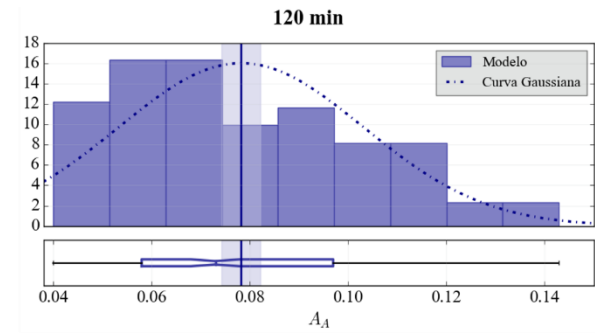
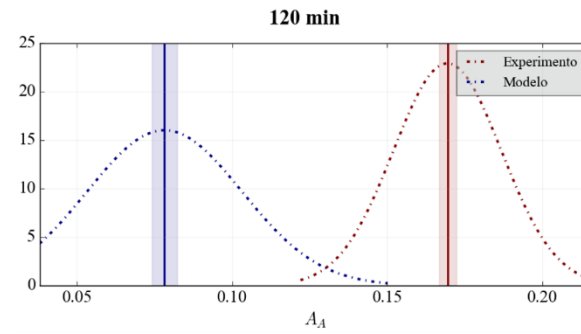
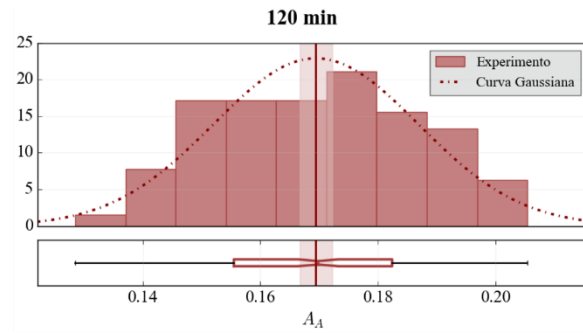


APÊNDICE III: COMPARAÇÃO DOS HISTOGRAMAS DE FRAÇÃO DE ÁREA

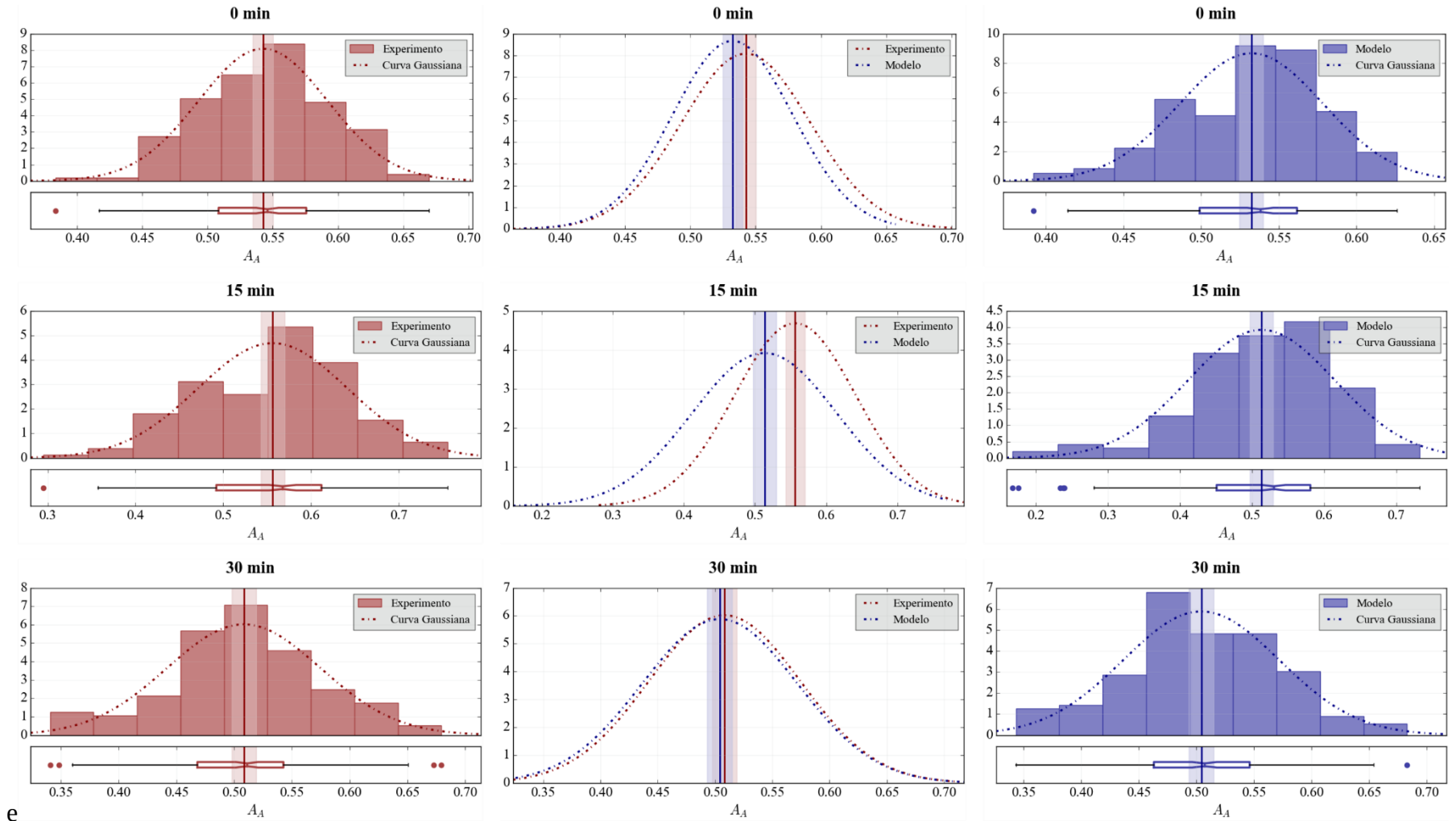
III.A Ferrita – Seção Transversal



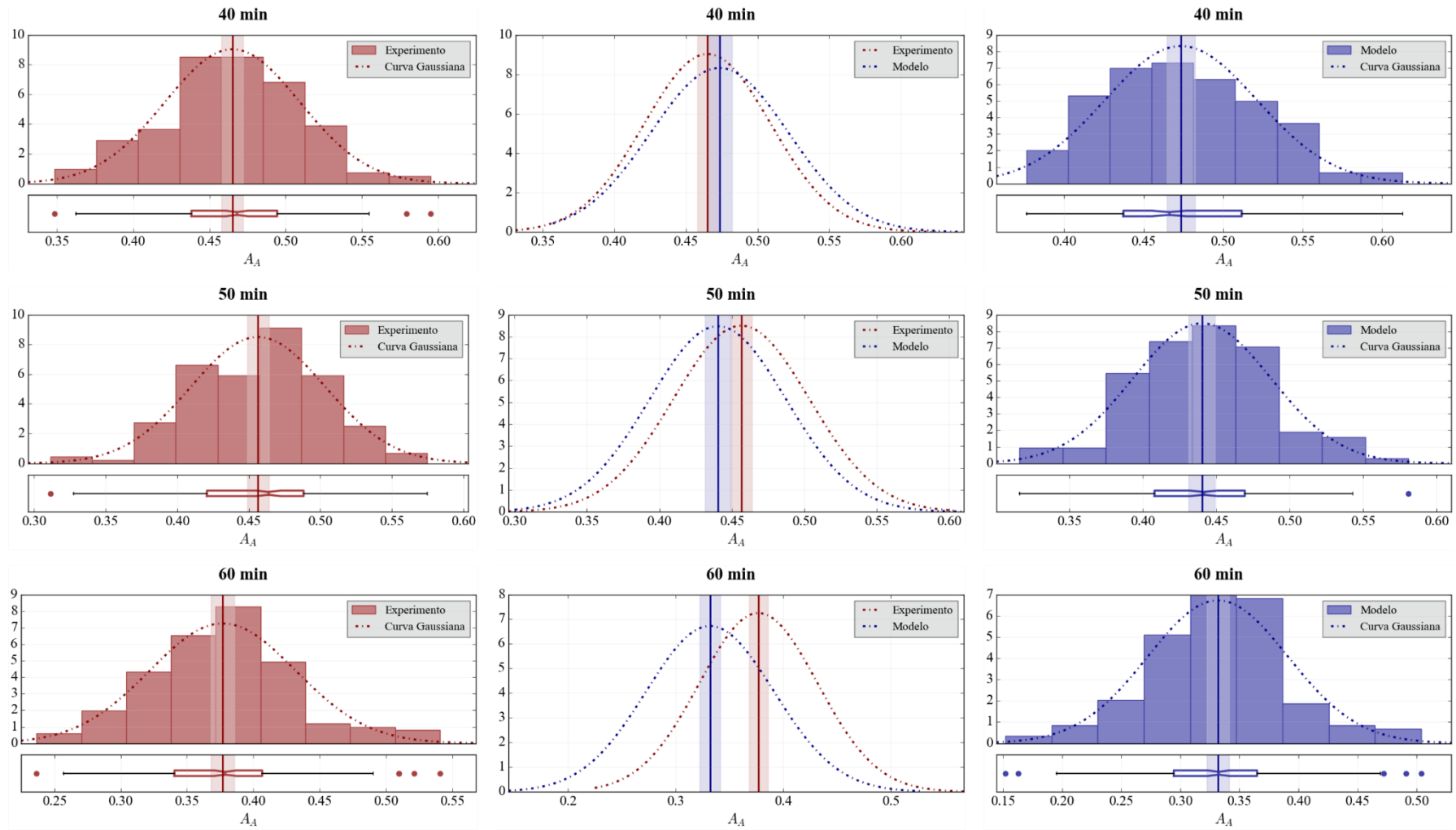


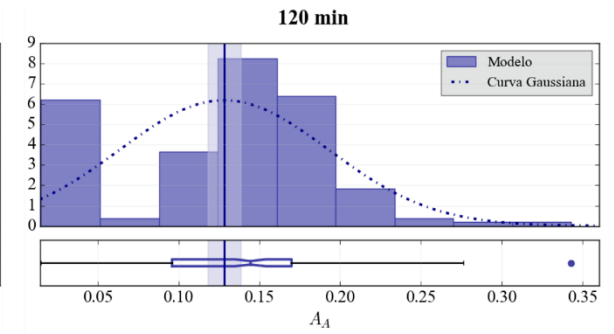
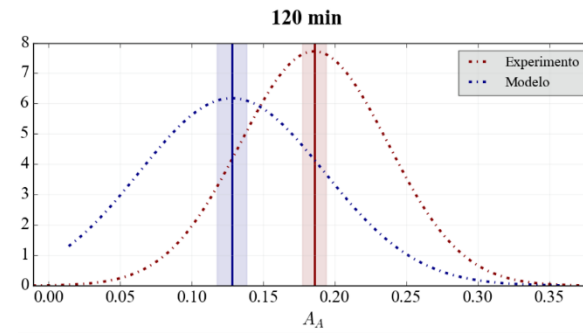
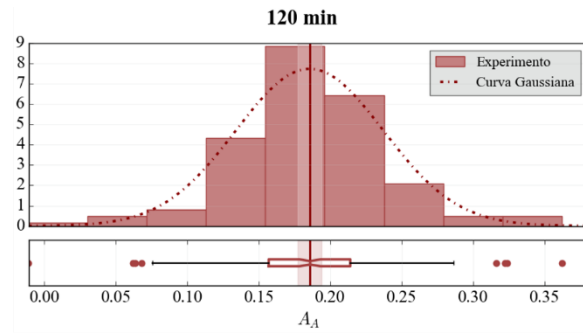


III.B Ferrita – Seção Longitudinal

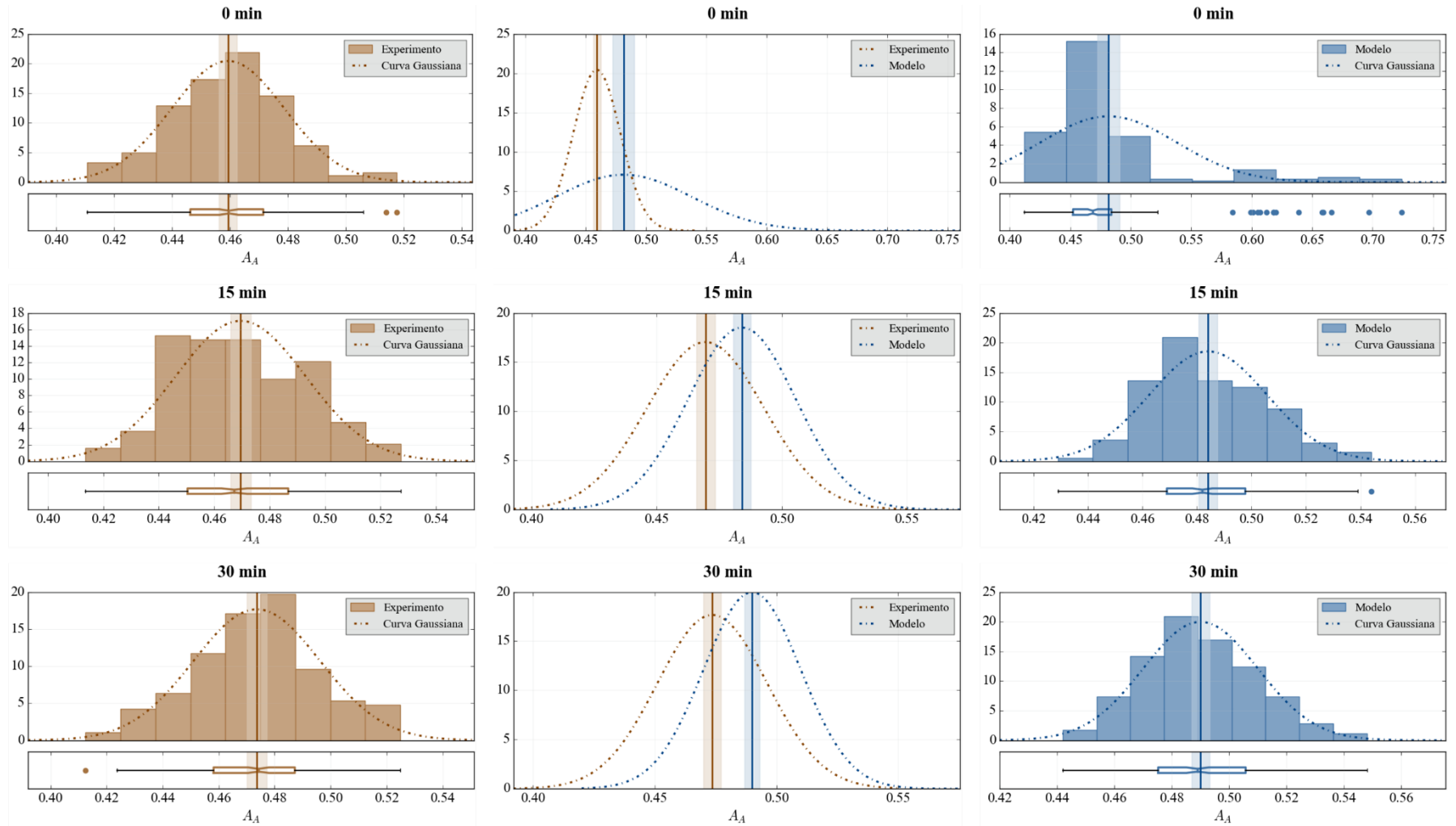


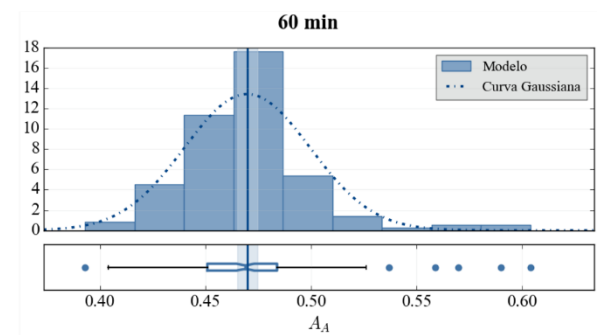
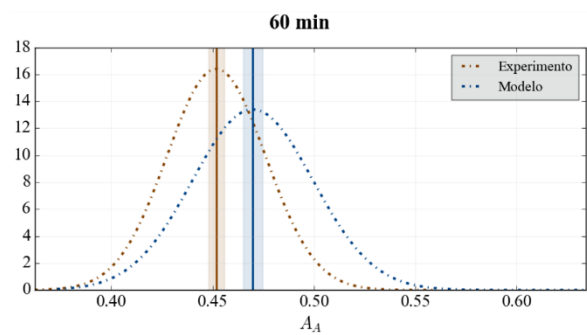
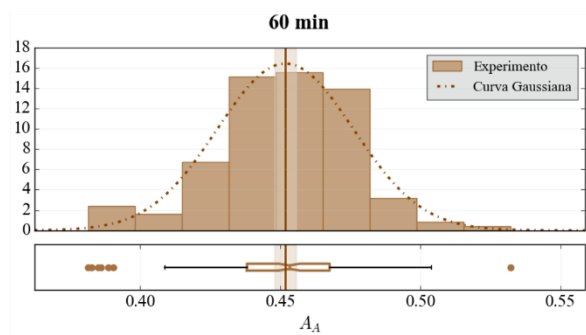
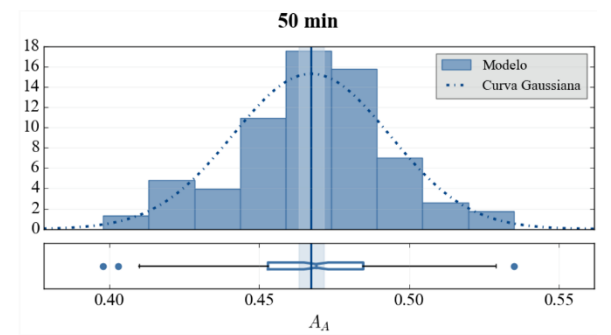
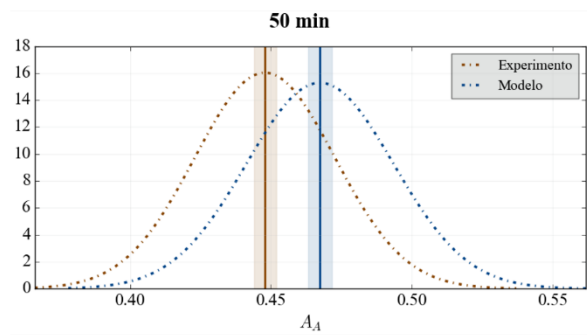
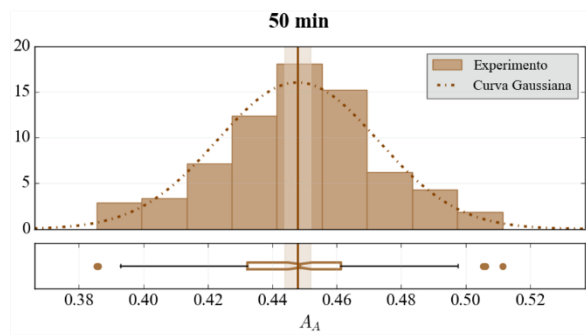
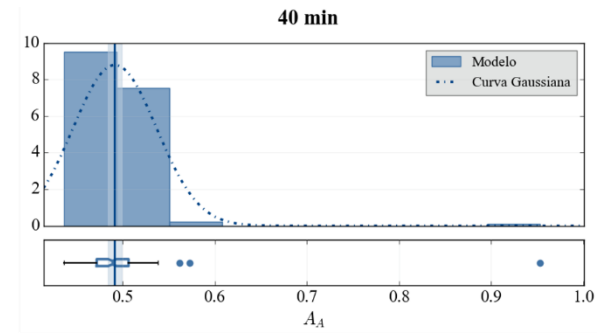
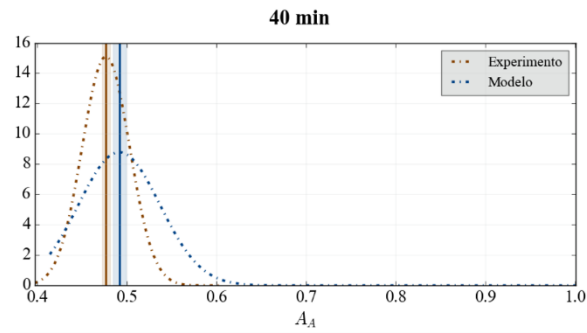
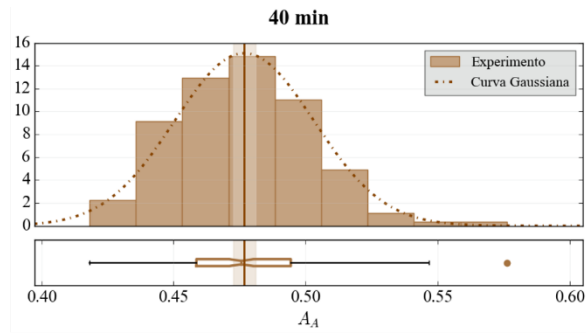
e

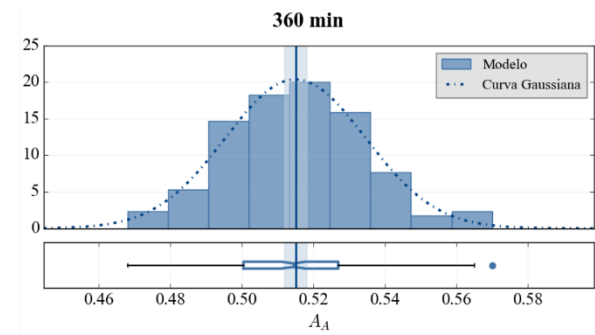
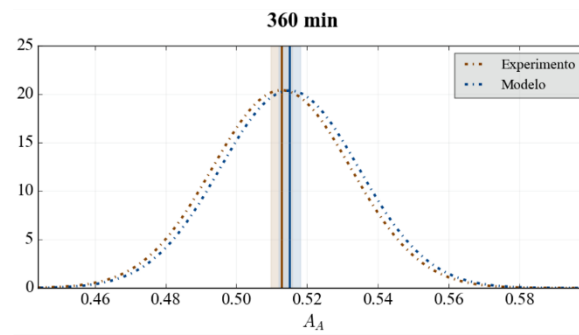
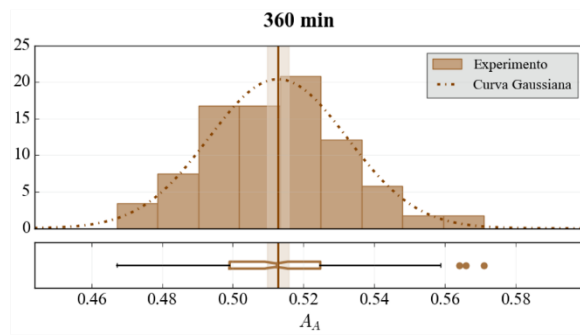
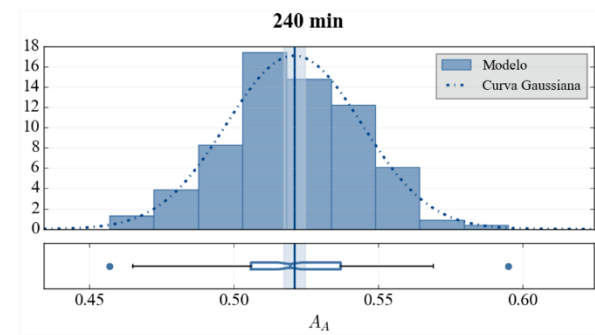
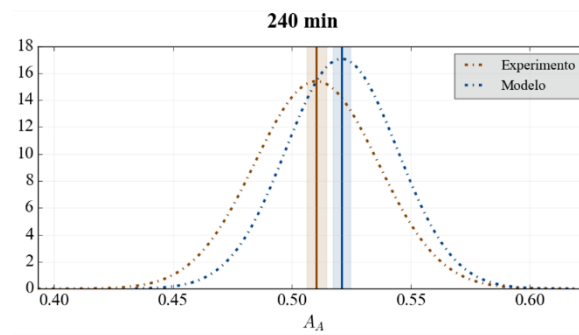
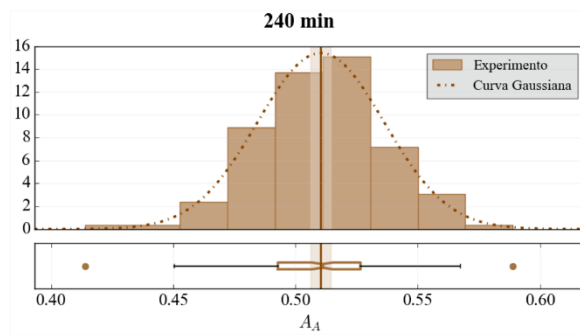
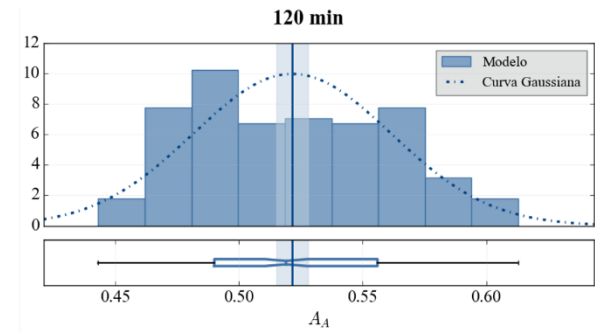
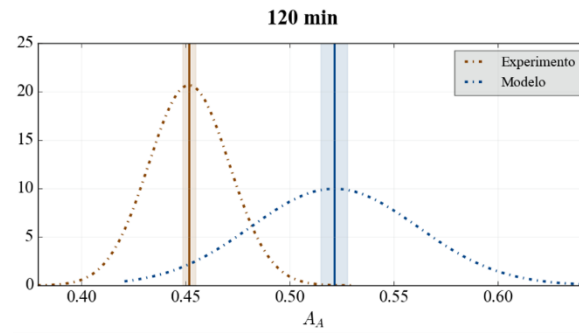
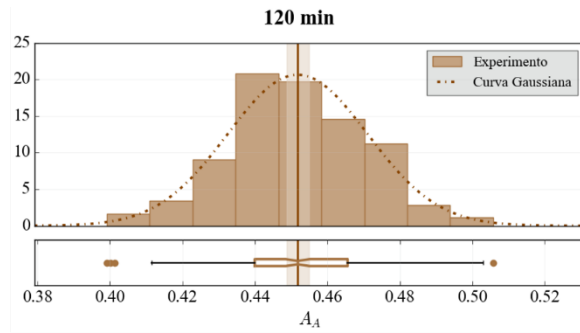


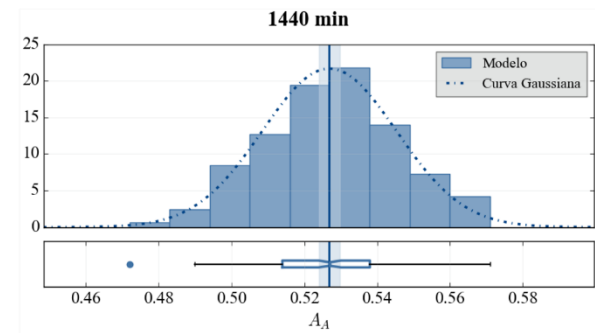
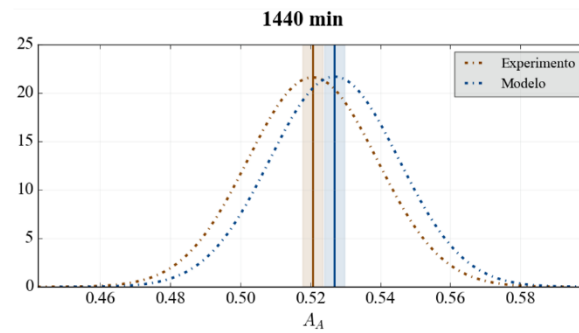
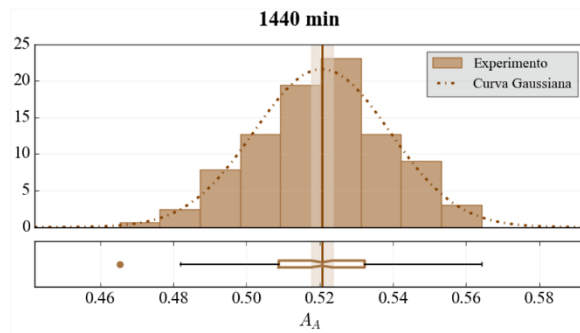
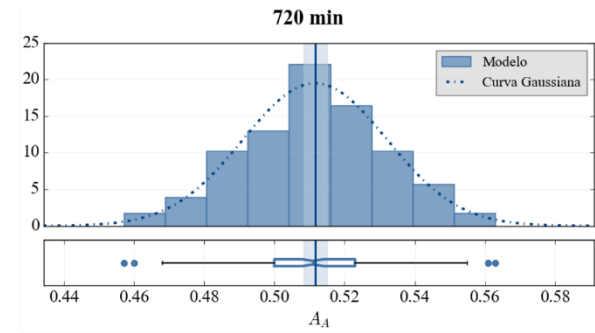
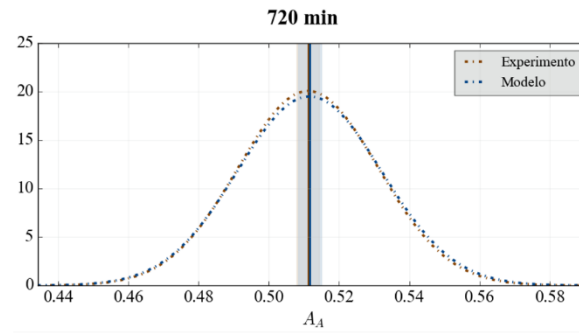
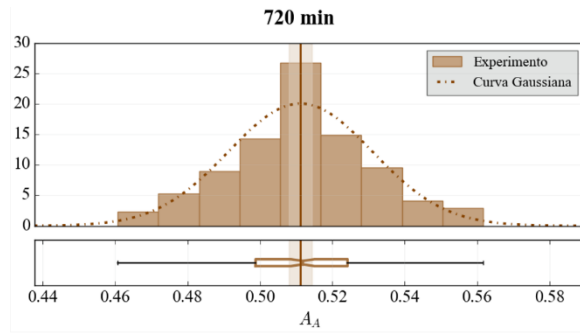


III.C Austenita – Seção Transversal

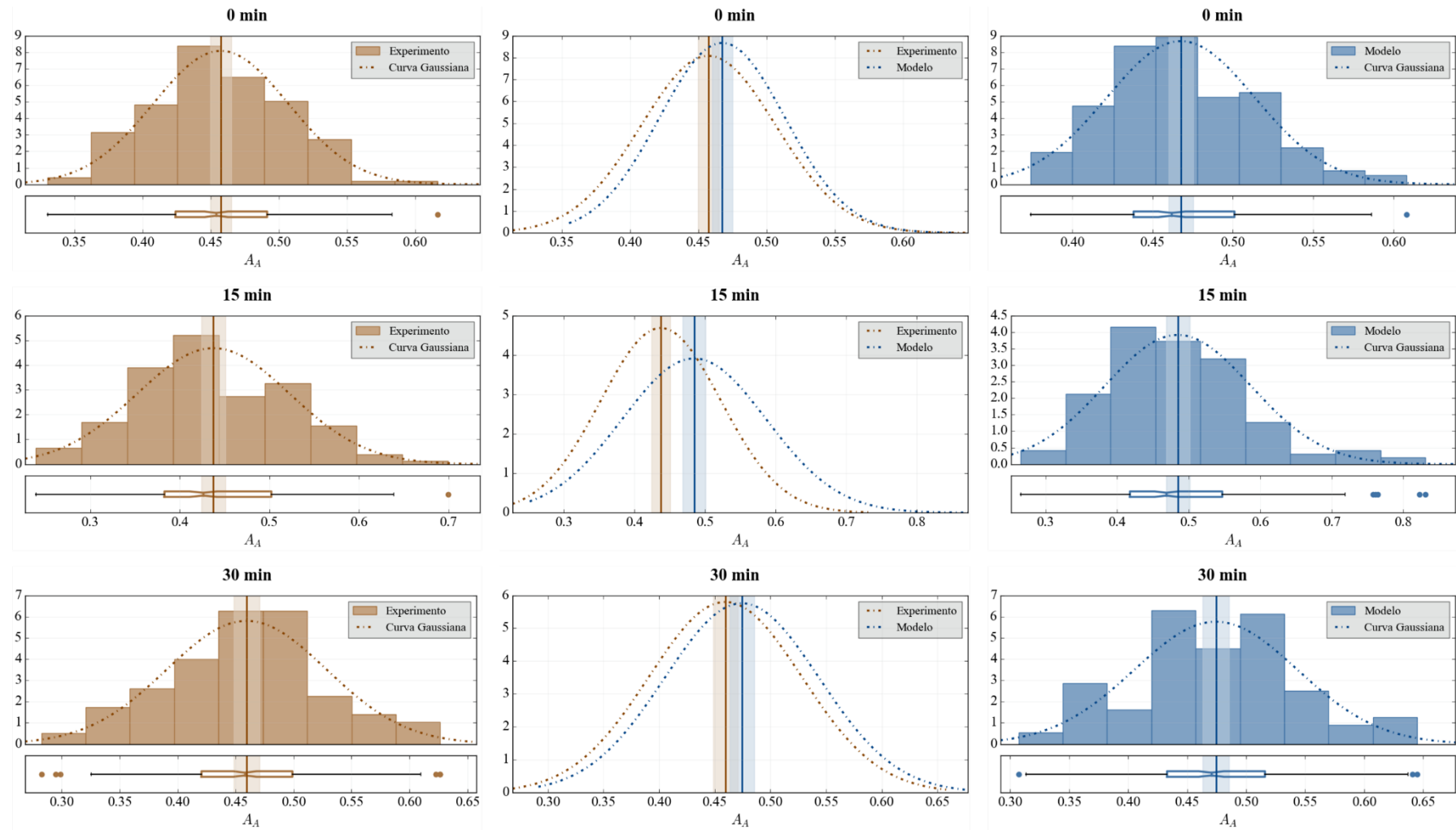


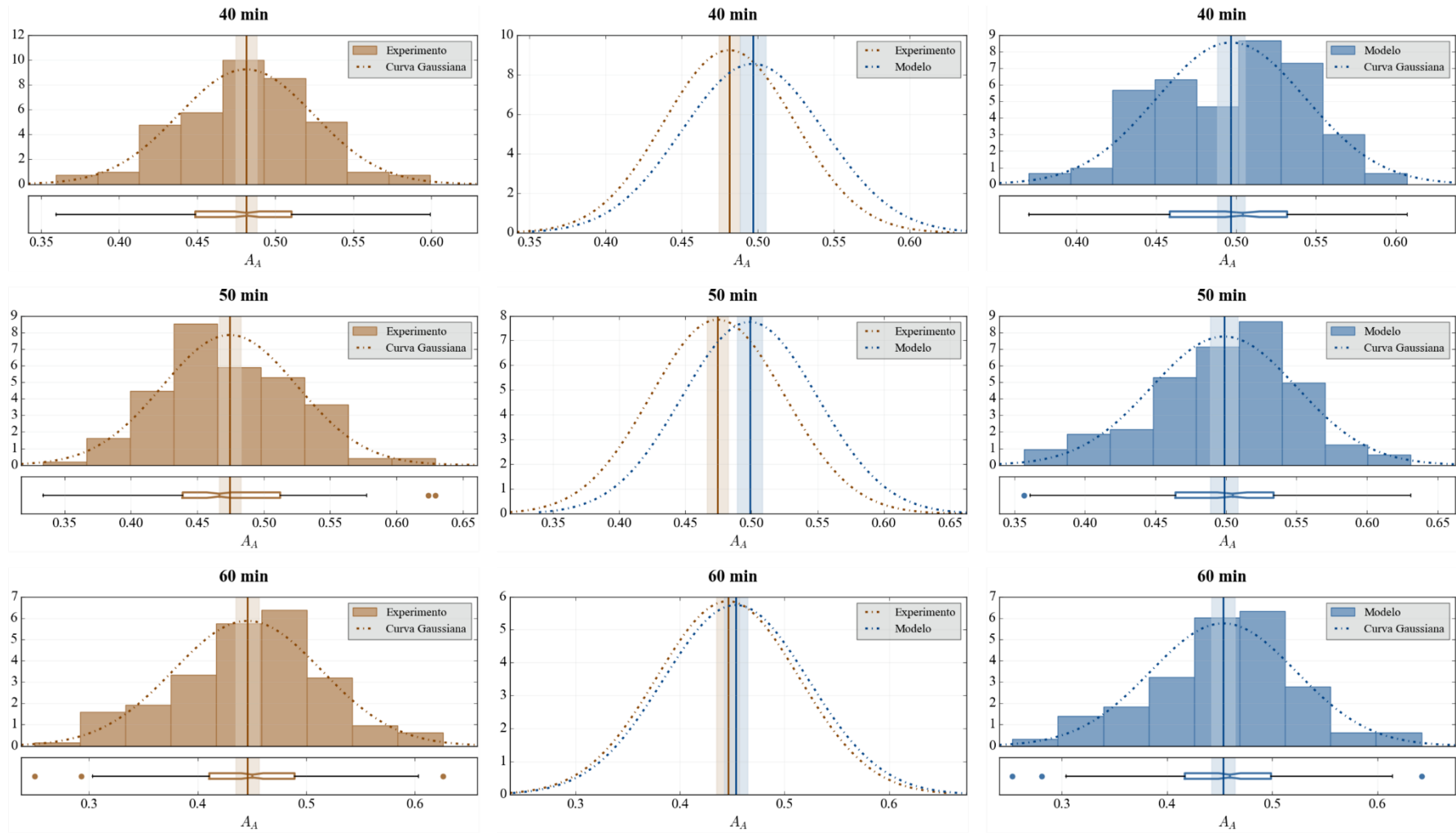


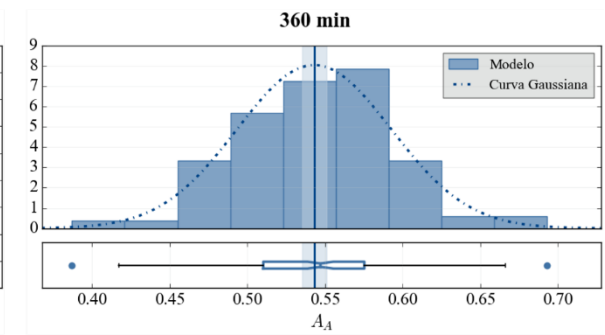
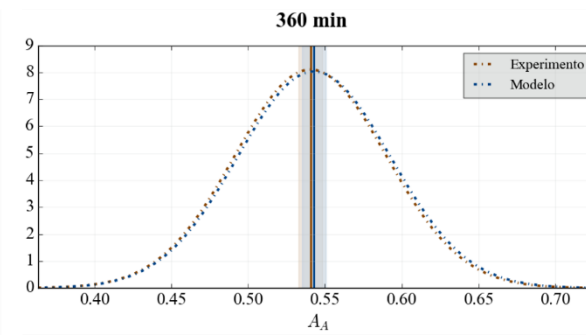
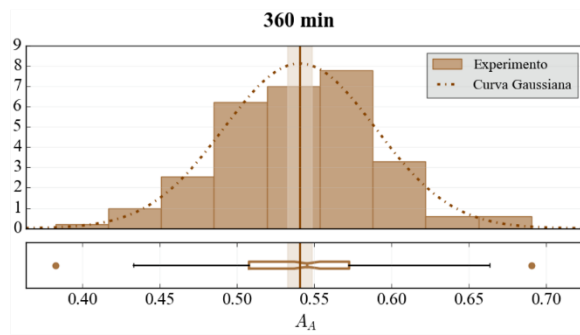
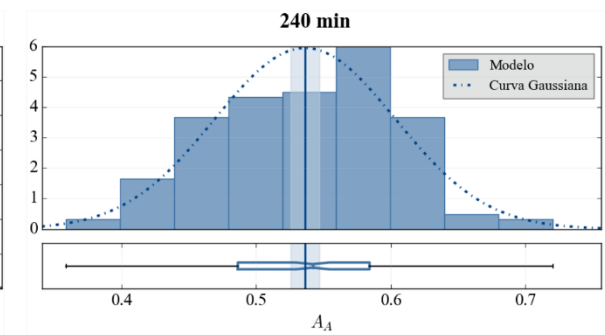
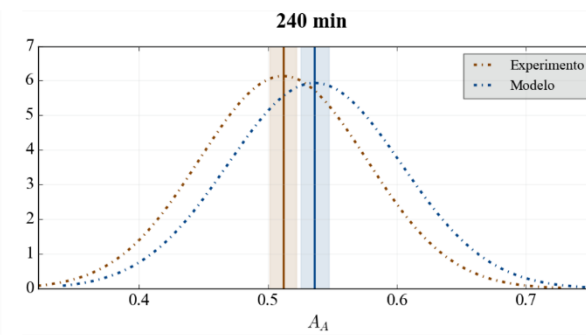
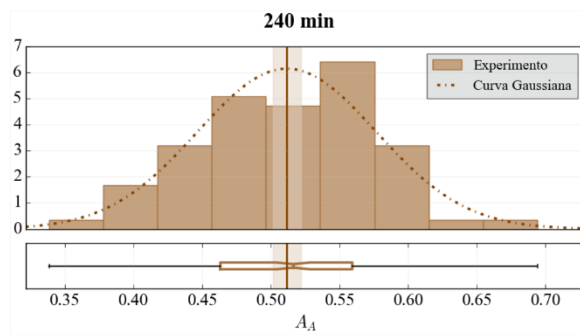
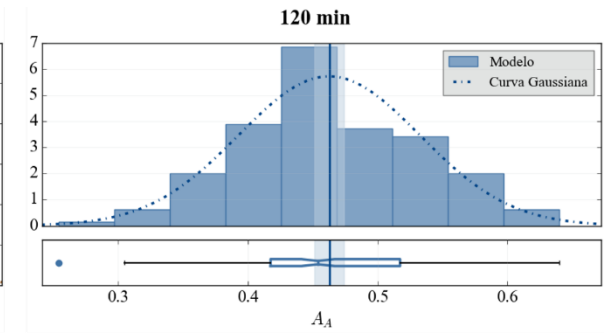
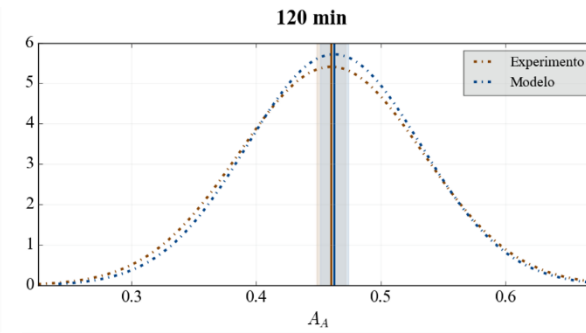
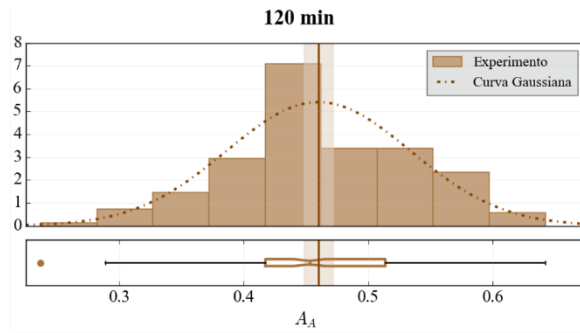


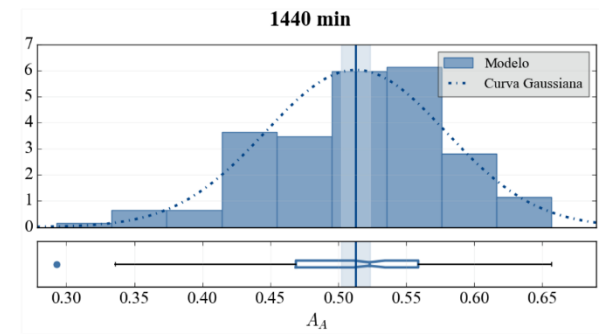
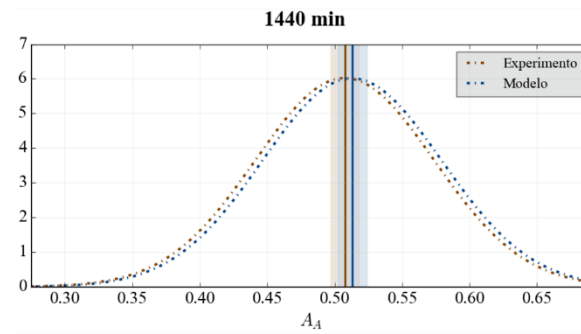
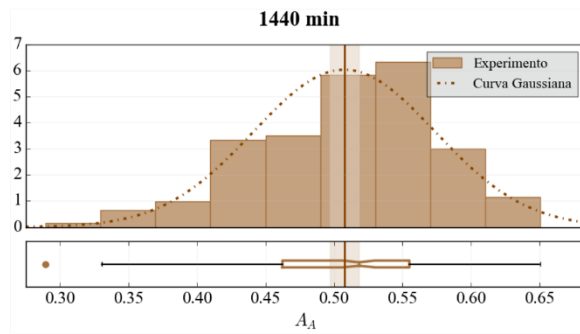
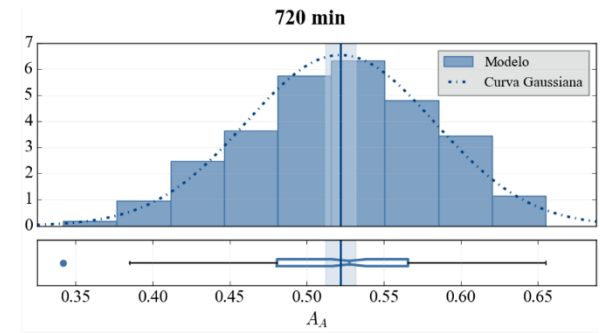
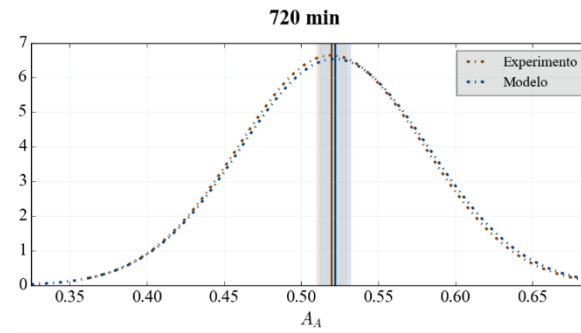
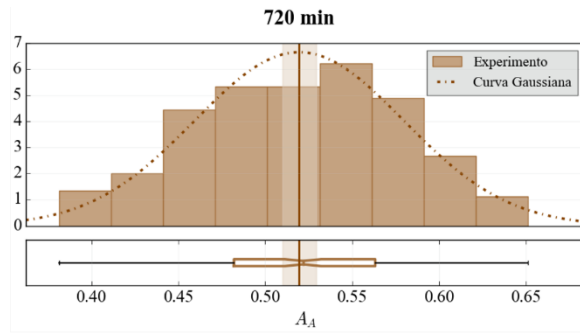


III.D Austenita – Seção Longitudinal

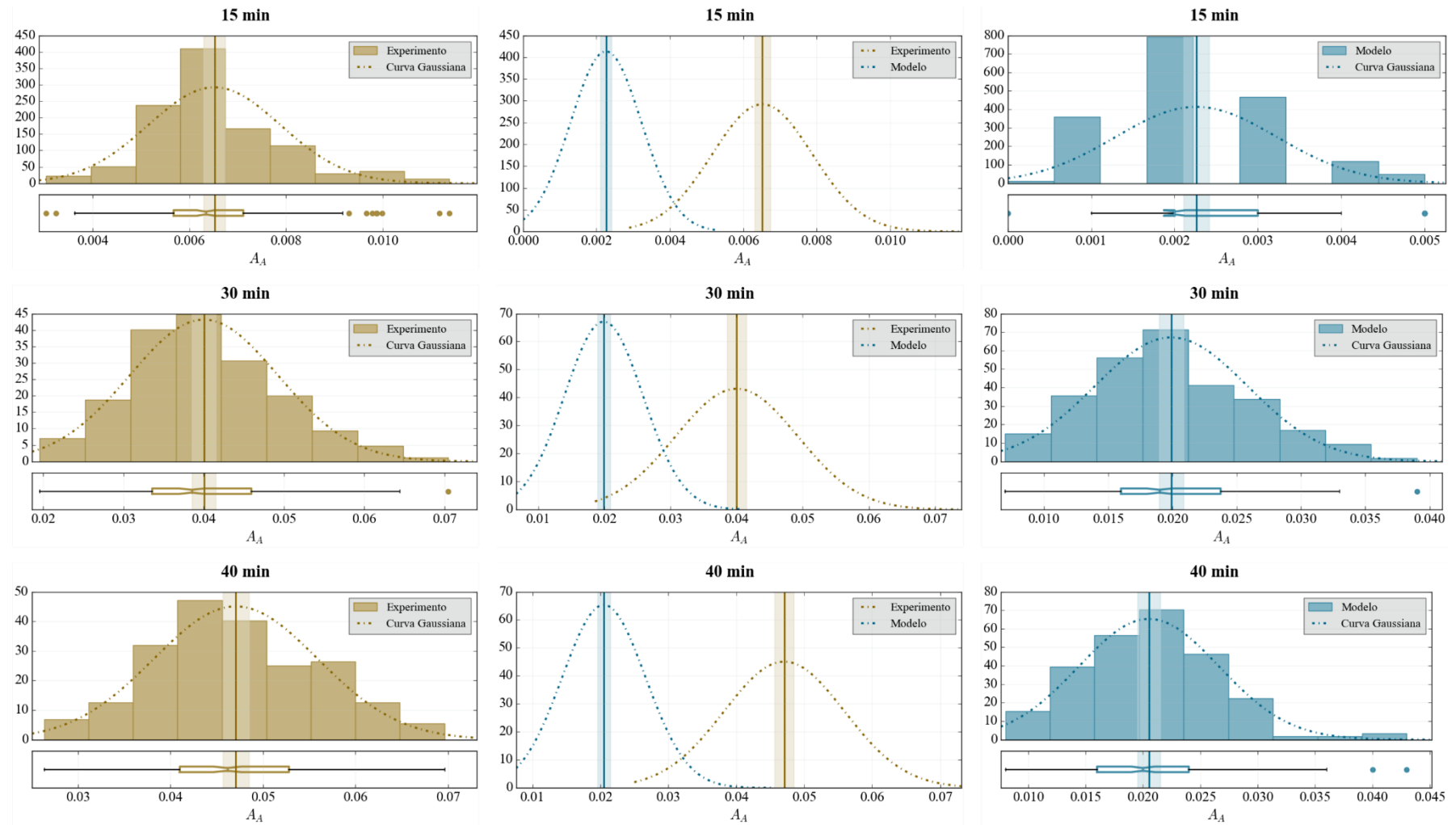


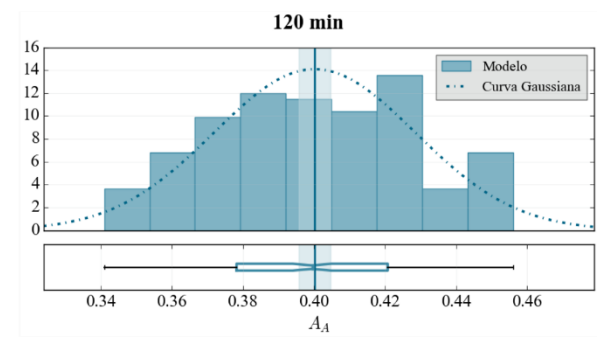
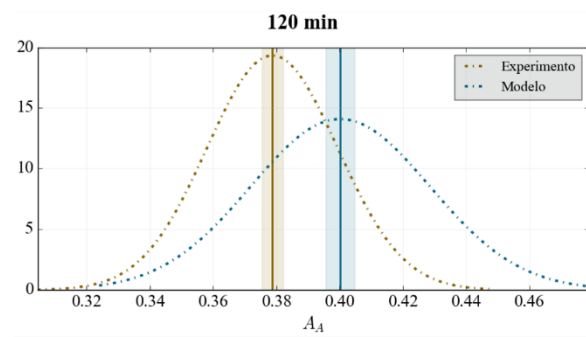
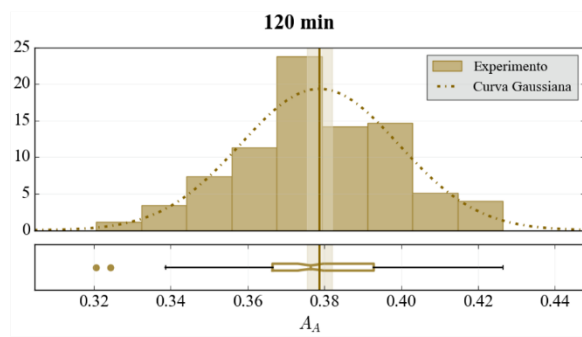
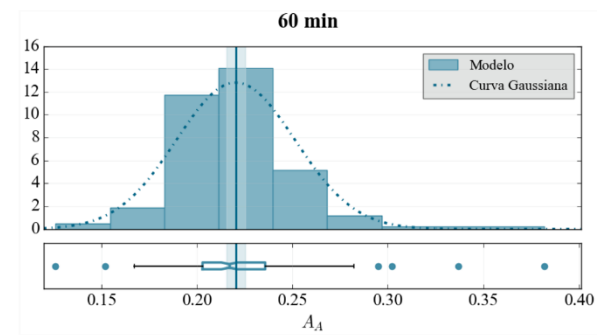
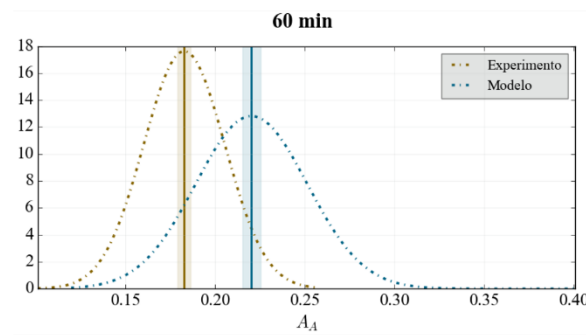
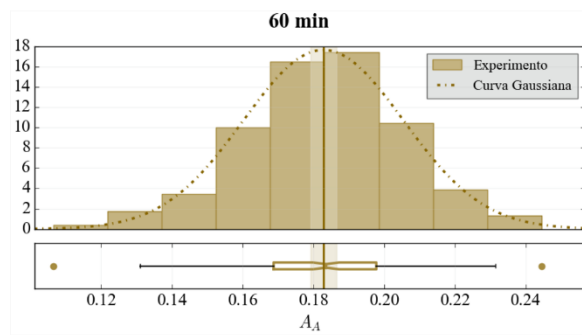
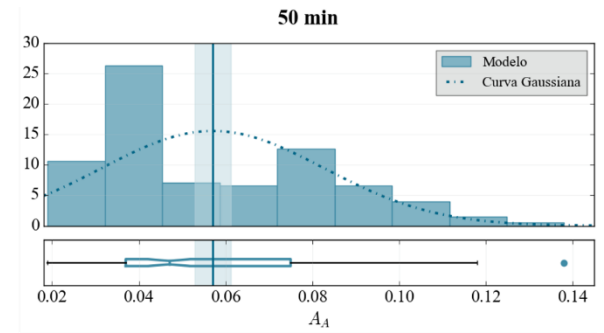
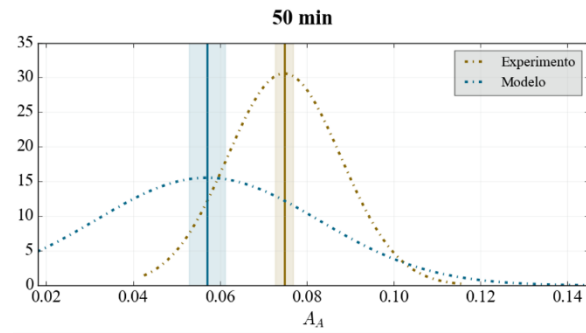
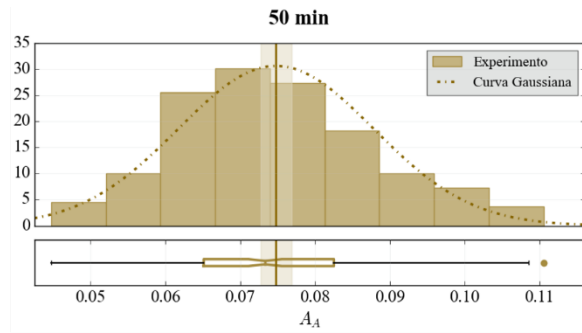


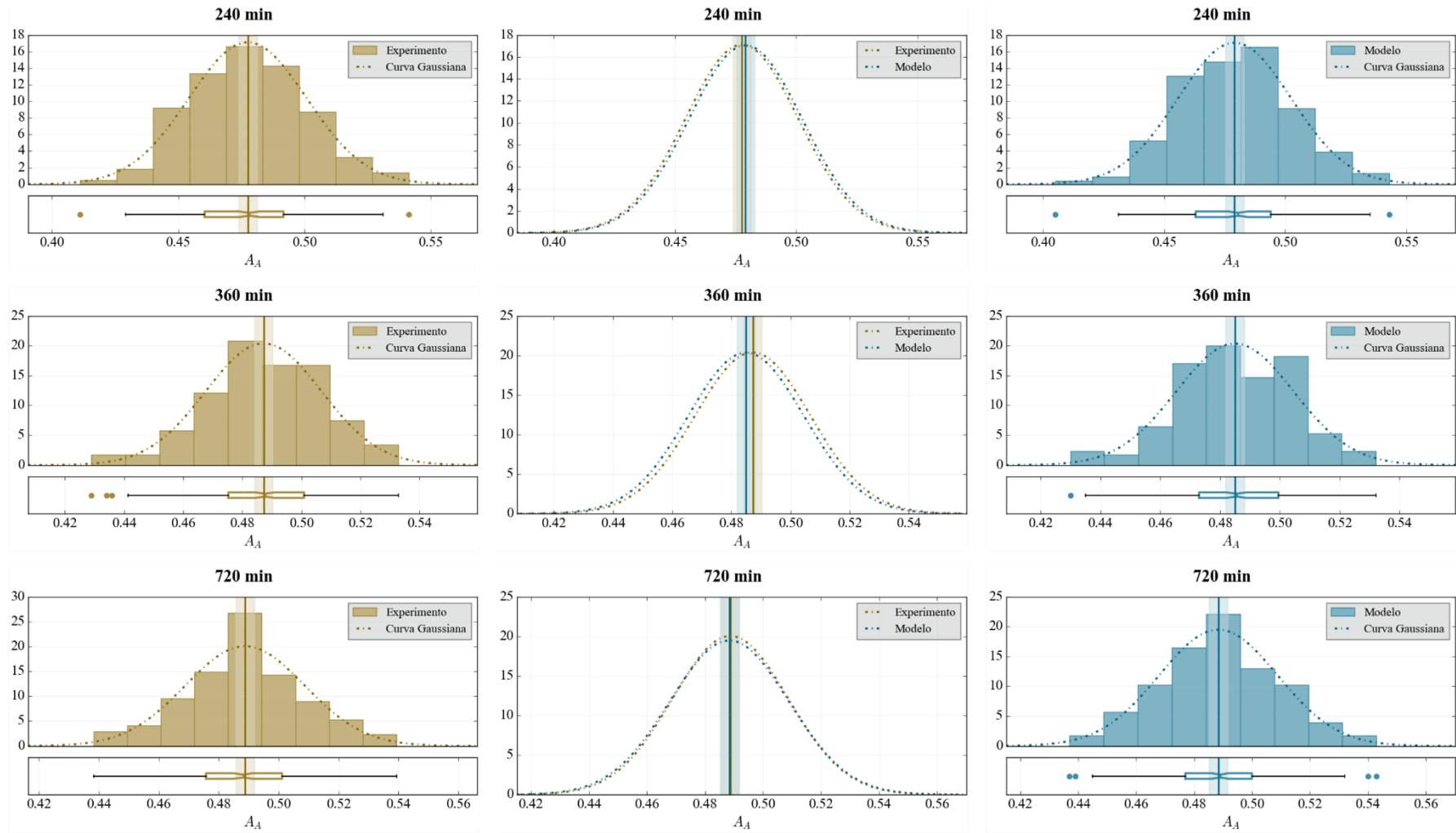


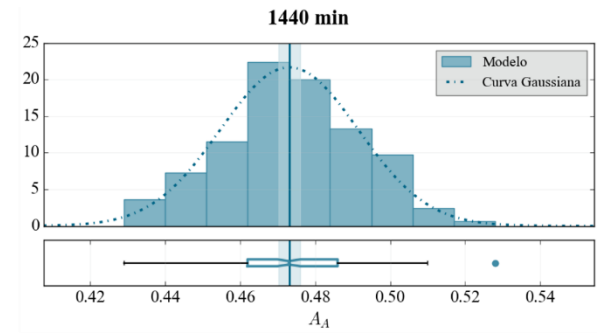
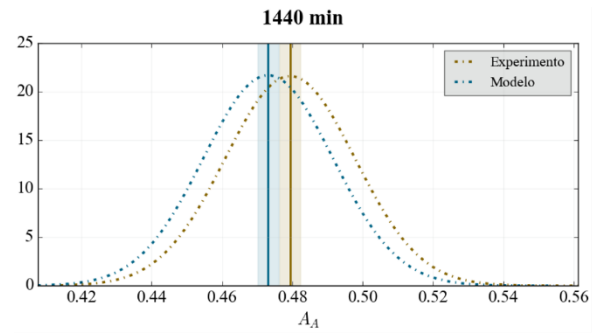
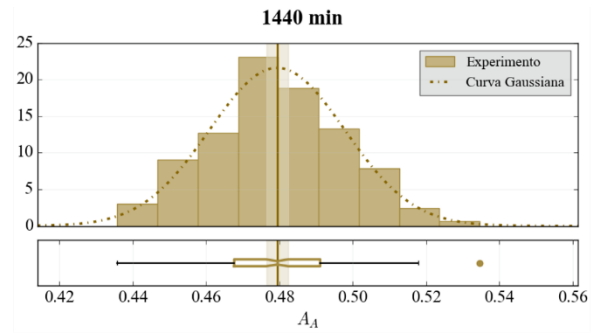


III.E Fase Sigma – Seção Transversal









III.F Fase Sigma – Seção Longitudinal

