

## ANÁLISE DA ADIÇÃO DE N<sub>2</sub> AO GÁS DE PROTEÇÃO E DA VARIAÇÃO DA FREQUÊNCIA DO ARCO PULSADO NA SOLDAGEM DO AÇO INOXIDÁVEL HIPERDUPLEX

Nandara da Silva Alves, nandarasalves@gmail.com<sup>1</sup>

Renato Pereira de Freitas, renato.freitas@ifrj.edu.br<sup>1</sup>

Douglas Santos Rodrigues Ferreira, douglas.ferreira@ifrj.edu.br<sup>1</sup>

André Rocha Pimenta, andre.pimenta@ifrj.edu.br<sup>1</sup>

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

**Resumo.** Os aços hiperduplex, destacam-se por sua resistência à corrosão e aplicação em indústrias químicas e de petróleo. O processo de soldagem TIG autógeno, sem uso de metal de adição, pode causar desequilíbrios nas fases ferrita-austenita e precipitações deletérias, afetando o desempenho destes aços. Este trabalho visa otimizar parâmetros para garantir qualidade e a durabilidade das soldas em aços inoxidáveis hiperduplex, proporcionando um desempenho superior em aplicações industriais, utilizando a adição de N<sub>2</sub> em aços inoxidáveis duplex, especialmente o hiperduplex, com o objetivo de obter juntas soldadas com boas propriedades mecânicas e resistência à corrosão.

**Palavras-chave:** Hiperduplex. Resistência à Corrosão. Soldagem TIG. Parâmetros de Soldagem. Gás de proteção.

**Abstract.** Hyperduplex steels stand out for their corrosion resistance and application in chemical and oil industries. The autogenous TIG welding process, without the use of filler metal, can cause imbalances in the ferrite-austenite phases and deleterious precipitations, affecting the performance of these steels. This work aims to optimize parameters to ensure the quality and durability of welds in hyperduplex stainless steels, providing superior performance in industrial applications, using the addition of N<sub>2</sub> in duplex stainless steels, especially hyperduplex, with the goal of obtaining welded joints with good mechanical properties and corrosion resistance.

**Keywords:** Hyperduplex. Corrosion Resistance. TIG Welding. Welding Parameters. Shielding Gas.

### 1. INTRODUÇÃO

Os aços hiperduplex são aços de última geração que possuem elevados teores de elementos de liga, principalmente cromo, molibdênio e nitrogênio (Dias, 2012). Assim como as gerações anteriores, duplex e superduplex, o aço inoxidável hiperduplex é composto por fases ferrita-austenita e é livre de fases secundárias (Kumar, 2020). O diferencial desses aços é a maior quantidade de elementos de ligas, o que aumenta sua resistência à corrosão. O PREn (Pitting Resistance Equivalent number) é uma forma de prever a resistência à corrosão por pite de um aço inoxidável, e pode ser calculado conforme a Equação 1, a qual temos o Cromo (Cr) e o Molibdênio (Mo), os quais são responsáveis pelo aumento da resistência a corrosão, o Tungstênio (W) é responsável pelo efeito da resistência ao pite e o Níquel (N) promove a formação e estabilização da austenita. Esses materiais têm grande aplicação nas indústrias químicas, de petróleo e gás, entre outras, devido à sua alta resistência mecânica e à corrosão, proporcionada pela microestrutura bifásica composta por ferrita e austenita na proporção 1:1 (Gunn, 1997). No entanto, sua utilização é limitada em ambientes sujeitos a constante corrosão química devido ao alto custo.

$$\text{PREn} = \% \text{ Cr} + 3.3(\% \text{ Mo} + (0.5(\% \text{ Mo})) + 16(\% \text{ N}) \quad (1)$$

O processo de soldagem TIG autógeno utiliza um arco elétrico entre um eletrodo não consumível de tungstênio e a poça de soldagem, sem o uso de metal de adição (Chaves, 2004). Esse processo pode causar desequilíbrios nas proporções de ferrita e austenita, além de precipitações de fases deletérias, nitretos ou carbonetos, prejudicando o desempenho dos aços (Handbook, 1990; Pimenta et al., 2020). Portanto, a avaliação da soldabilidade é crucial para os aços inoxidáveis duplex, pois analisa os efeitos do processo de soldagem nas propriedades do material e no aparecimento de defeitos e descontinuidades (Handbook, 1990). Falhas como o desenvolvimento de fases sigma podem ser evitadas selecionando taxas de resfriamento intermediárias rápidas (Zhang, 2020).

O objetivo deste trabalho visa otimizar parâmetros de soldagem do processo TIG autógeno em aços inoxidáveis duplex, especialmente o aço hiperduplex, para obter uma junta soldada com boas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Desta forma, com a perspectiva de apoiar as indústrias petroquímicas do Estado do Rio de Janeiro, determinando o melhor procedimento de soldagem para aços inoxidáveis duplex, destacando o aço inoxidável hiperduplex, que possui excelentes propriedades e grande potencial de aplicação (Tian et al., 2019).

## 2. METODOLOGIA

Para testar as hipóteses experimentais formuladas, um estudo laboratorial foi realizado. O qual foram realizadas análises microestruturais em diferentes parâmetros. Foi utilizado o aço inoxidável hiperduplex UNS S32707, identificado conforme o Unified Numbering System (UNS), e fornecido pela empresa Alleima sob a marca comercial SAF 2707HD®. A matéria-prima foi entregue na forma de tubos sem costura, no estado recozido, com um diâmetro externo de 19,05 mm e uma espessura de 2,24 mm. Segundo as informações do fabricante, o material deve apresentar uma microestrutura formada por austenita e ferrita na proporção de aproximadamente 1:1, limite de resistência variando entre 920 a 1100 MPa, alongamento mínimo de 25% e dureza de 34 HRC (31,99 HV).

### 2.1. Soldagem

A soldagem TIG autógena pode influenciar significativamente as características macro e microestruturais dos aços inoxidáveis hiperduplex. Estudos indicam que a velocidade de soldagem e o aporte térmico são fatores críticos que afetam a formação e distribuição das fases ferrita e austenita na zona de fusão. Adotou-se o processo de soldagem TIG autógena, o qual não envolve a adição de metal (Ferreira, 2024). A escolha desse processo visou simular uma soldagem de selagem, como a que seria realizada em tubos de trocadores de calor. A soldagem foi executada de forma automatizada, no sentido transversal do tubo, como ilustrado na Figura 01. Os parâmetros de soldagem empregados estão detalhados na Tabela 01. Além dos detalhados foi utilizado arco pulsado, com corrente de base igual a 60% da corrente de pico. Todos os parâmetros foram baseados em um procedimento de soldagem previamente qualificado na indústria para aços de estrutura duplex (TRANSCONTROL, 2008).



Figura 01. Aço UNS S32707 soldado no sentido transversal do tubo

Tabela 01. Parâmetros de soldagem utilizados

Amostra	A	B	C
Intensidade da corrente de pico (I)	30 A	30 A	50 A
Frequência do arco	200 Hz	2000 Hz	200 Hz
Gás de proteção, % de N <sub>2</sub>	5,5	5,5	4,5

### 2.2. Caracterização Microestrutural

A microestrutura de um material influencia diretamente suas propriedades mecânicas, como resistência, dureza, ductilidade e tenacidade. A caracterização microestrutural é um procedimento de extrema importância para a avaliação de materiais como os aços e ferros fundidos. Por meio da análise microestrutural, podemos avaliar a microestrutura dos materiais e entender suas propriedades. Essa análise envolve o estudo detalhado das fases presentes no material, como ferrita, austenita, perlita, cementita, entre outras, e suas distribuições, tamanhos e formas. (Colpaert, 2008)

#### 2.2.1 Microscopia Eletrônica De Varredura E Microscópia Óptica

A caracterização da microestrutura dos corpos de prova foi realizada utilizando o microscópio eletrônico de varredura (MEV). As imagens com ampliação variando de 200x a 1000x, foram obtidas com as amostras devidamente polidas, ou seja, sem ataque químico, utilizando um MEV marca Hitachi, modelo TM3000, operando em 5kV em modo Elétrons Retroespalhados (BSE). A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica avançada que permite a observação detalhada da microestrutura dos materiais em altas ampliações. O modo de Elétrons Retroespalhados (BSE) é particularmente útil para diferenciar fases com diferentes números atômicos, proporcionando um contraste claro entre as diferentes regiões da amostra. O objetivo dessa análise foi revelar as fases presentes e identificar possíveis fases deletérias que poderiam comprometer as propriedades do material.

Além da análise em MEV, as imagens em microscopia ótica foram obtidas com ampliação de 50x a 1000x. As amostras foram novamente lixadas, polidas e atacadas eletroliticamente com solução de 10% NaOH, utilizando um Microscópio Ótico Olympus GX51. A microscopia permite a observação da microestrutura em diferentes escalas, proporcionando uma visão abrangente das características do material. O ataque eletrolítico com NaOH é utilizado para revelar as diferentes fases presentes na amostra, destacando as regiões de ferrita e austenita.

### 2.2.2. Microdureza e quantificação de fases

A microdureza de cada uma das fases, ferrita e austenita, foi medida após o ataque químico para revelar as fases, permitindo localizar os pontos de identação. As medidas foram realizadas com uma força de 5g em um Microdurômetro Vickers Falcon 400 InnovaTest. O procedimento seguiu as diretrizes estabelecidas pela norma ABNT NBR ISO 6507-1 (ABNT, 2023). A medição da microdureza é essencial para avaliar a dureza das diferentes fases presentes no material, fornecendo informações sobre a resistência mecânica e a uniformidade das propriedades ao longo da junta soldada.

Após a análise em MEV, as imagens passaram por uma quantificação da fração volumétrica das fases austenita e ferrita, utilizando duas metodologias distintas. A primeira metodologia seguiu o método ASTM E112 (ASTM, 2021), que é um padrão amplamente reconhecido para determinar a fração volumétrica das fases presentes em materiais metálicos. Este método envolve a contagem manual de pontos em uma grade sobreposta à imagem microestrutural, permitindo a determinação precisa da fração volumétrica das fases. A segunda metodologia utilizou a técnica de processamento digital de imagem, conforme descrito por Gonzalez e Woods (2018), com o auxílio do software ImageJ (ImageJ, 2024). Esta técnica envolve a conversão das imagens microestruturais em dados digitais, que são então processados para identificar e quantificar as diferentes fases presentes. O uso do software ImageJ permite uma análise mais rápida e precisa, reduzindo a imprecisão associada à contagem manual de pontos.

## 3. Resultados

### 3.1. Aspectos Microscópicos

A Figura 02 ilustra a microestrutura observada em 80x na amostra B, onde é possível observar toda a área afetada pelo cordão de solda. As imagens foram obtidas por microscopia de varredura eletrônica (MEV), sem ataque químico, operando em modo BSE (Elétrons retroespalhados). No metal de base observa-se uma estrutura formada por lamelas alternadas das fases de ferrita e austenita, típicas do processo de laminção. A fase ferrita é distinguida por sua coloração mais escura, enquanto a austenita aparece mais clara. Quando operando em modo BSE, o MEV atribui coloração mais escura às regiões com presença de elementos químicos de menor peso atômico (Dias, 2012). Não foram identificadas a presença de fases deletérias na ZTA. Caso houvesse, as fases sigma e chi apareceriam com tonalidade bem mais clara comparativamente às fases ferrita e austenita (Gunn, 1997). É importante verificar a existência de fases deletérias na zona termicamente afetada, pois as condições desta região oferecem meios propícios à formação das fases sigma e chi, que se formam a partir da ferrita, geralmente quando o material é exposto a altas temperaturas.

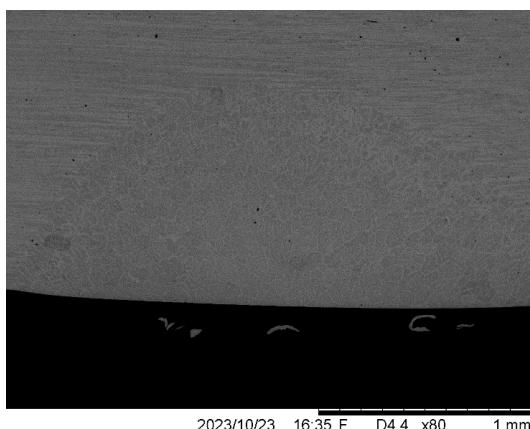


Figura 02: Microestrutura do metal de base, vista em 80x em MEV, sem ataque químico

Para garantir precisão nos resultados, foram realizados dois tipos de ataques químicos: primeiro utilizamos o NaOH 10%, depois realizamos todo o procedimento de preparação metalográfica novamente, incluindo lixamento e polimento, para realizar o Behara II. Foi perceptível que o ataque com NaOH seria o melhor para realizar as indentações para a análise de microdureza Vickers, enquanto o Behara II seria mais eficaz para a análise da quantificação de fases. As Figuras 03 e 04 apresentam a microestrutura, quando atacada em NaOH, das três condições em MEV e MO, respectivamente. As Figuras 05 e 06 apresentam as três condições, quando atacada com Behara II, das três condições em MEV e MO, respectivamente. A zona de fusão entre as três amostras apresenta uma breve semelhança, devido aos seus grãos equiaxiais. É possível visualizar a formação de austenita de Widmänstatten, que ocorre a partir de contornos de grão da ferrita ou austenita e cresce paralelamente ao longo do plano (Villalobos-Vera e Mendoza-Bravo, 2019). Também é possível visualizar a formação da austenita secundária.

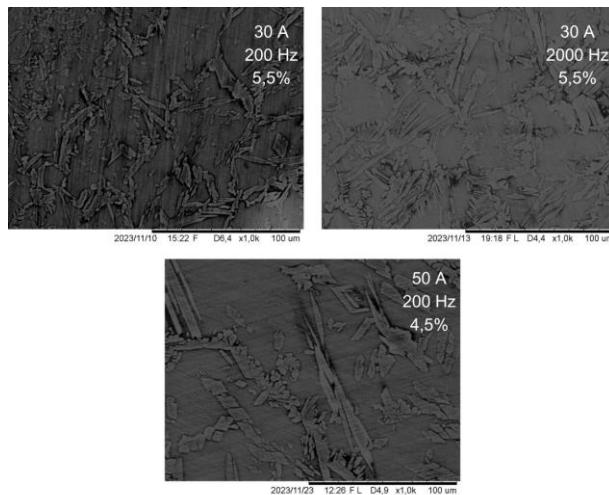


Figura 03: Microestrutura da ZF das 3 condições, vista em 1000x em MEV, com ataque em NaOH

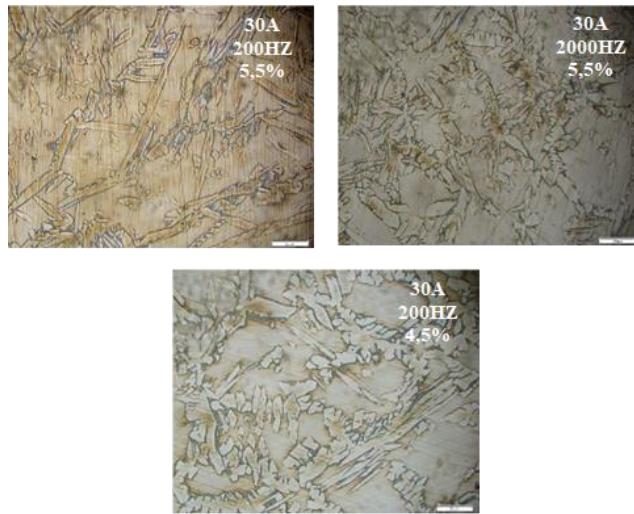


Figura 04. Microestrutura da ZF das 3 condições, vista em 100x em MO, com ataque em NaOH

Ao fazer uma análise visual, torna-se perceptível uma mudança na formação de grãos e um aumento na austenita secundária. Isso pode ocorrer devido ao aumento na concentração de estabilizadores de austenita, neste caso o N<sub>2</sub>, fazendo com que os grãos ferríticos se tornem austenita secundária, uma austenita empobrecida em Cr e Mo. (Kumar, 2020).

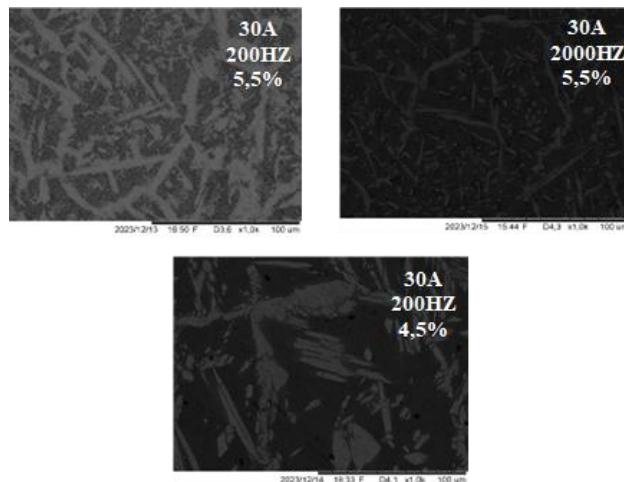


Figura 05. Microestrutura da ZF das 3 condições, vista em 1000x em MEV, com ataque em Behara II

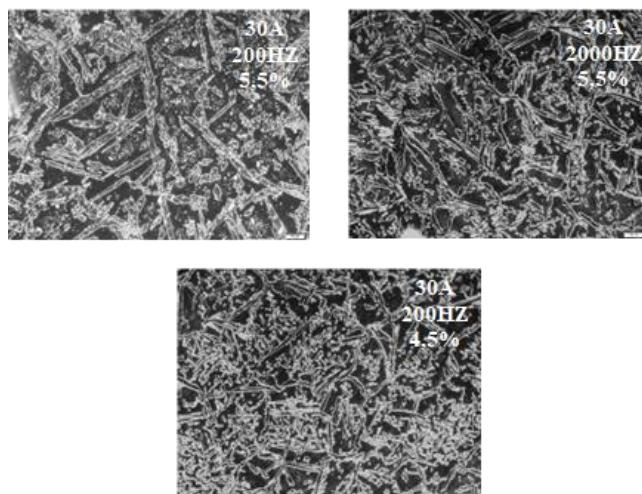


Figura 06. Microestrutura da ZF das 3 condições, vista em 100x em MO, com ataque em Behara II

### 3.2. Quantificação volumétrica

A Tabela 3 apresenta as frações volumétricas medidas pelas técnicas de processamento digital de imagem usando o programa ImageJ e pela norma ASTM E112 para as amostras A, B, C e D. É notório que na zona de fusão houve uma queda no percentual de fração volumétrica de austenita em relação ao metal de base, predominando a ferrita. Primeiramente, podemos observar a amostra A, que foi a que mais se aproximou do metal de base. A baixa frequência de 200Hz e o aumento do percentual de N2 podem ter influenciado neste equilíbrio (Tavares, 2010).

Tabela 2. Quantificação volumétrica de austenita

AREA	AMOSTRA	FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DAS IMAGENS	
		ASTM	PDI
Metal de base		54,25	50,14
ZONA DE FUSÃO	A	53,26	60,87
	B	25,26	34,72
	C	37,49	40,13

A fração volumétrica da austenita varia significativamente entre as diferentes zonas de fusão e o metal de base. A zona de fusão A se aproxima mais do metal de base, com valores de 53,26 (ASTM) e 60,87 (PDI). Em contraste, a zona de fusão B apresenta uma queda acentuada na fração volumétrica da austenita, com valores de 25,26 (ASTM) e 34,72 (PDI). A zona de fusão C também mostra uma redução na fração volumétrica da austenita, com valores de 37,49 (ASTM) e 40,13 (PDI).

### 3.3. Microdureza

O ensaio de microdureza Vickers foi utilizado com a finalidade de medir a dureza individual de cada fase, tanto no metal de base como na zona de fusão. Devido às dimensões estreitas das lamelas de ferrita presentes na zona de fusão, foi necessário que o ensaio de microdureza fosse conduzido com carga de 5 gramas. Desta forma, resultando em uma indentação muito pequena, não sendo possível sua leitura no microdurômetro com a objetiva de 50x, objetiva padrão nos equipamentos disponíveis no laboratório (Alves, 2023). Portanto, após realizar as marcações no microdurômetro, o MEV foi utilizado para documentar as indentações e fazer a medição das diagonais.

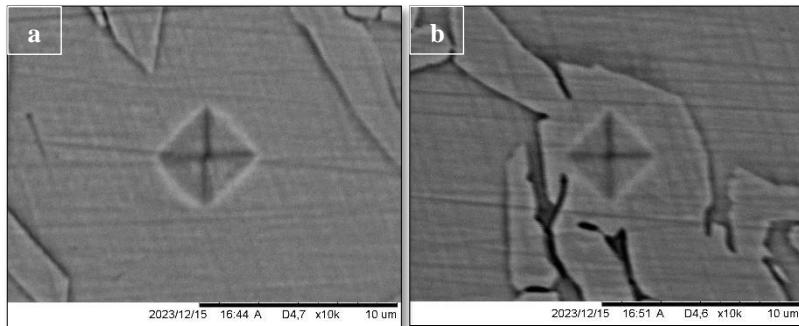


Figura 7– Indentações (a): Ferrita/ (b): Austenita

Tabela 3. Cálculo da dureza Vickers

Dados	A	B	C	MB
<b>Austenita</b>	454,1	448,7	419,0	344,4
<b>DESVPAD</b>	35,5	34,5	27,8	11,2
<b>Ferrita</b>	385,7	390,4	364,0	302,8
<b>DESVPAD</b>	26,6	19,2	21,4	18,5

Os resultados de microdureza indicam que a austenita possui uma dureza ligeiramente superior à ferrita em todas as condições analisadas. A amostra A apresentou a maior média de microdureza para austenita (454,1), enquanto a amostra MB apresentou a menor média (344,4). Para a ferrita, a amostra B apresentou a maior média de microdureza (390,4), enquanto a amostra MB apresentou a menor média (302,8). O grande valor do desvio padrão pode ser atribuído ao fato da carga utilizada ser muito pequena (apenas 5 gramas), resultando em uma indentação pequena e, consequentemente, uma alta imprecisão.

## 4. CONCLUSÃO

A análise revelou alguns dados importantes sobre a influência dos parâmetros de soldagem na formação das fases e nas propriedades mecânicas das juntas soldadas de aço inoxidável hiperduplex. Primeiramente, a influência da frequência do arco foi evidente na amostra B, que utilizou uma alta frequência de 2000 Hz. Esta amostra apresentou uma queda significativa na fração volumétrica da austenita, sugerindo que a alta frequência pode ter influenciado negativamente na formação desta fase. Esse comportamento também se refletiu na microdureza, onde a amostra B teve uma dureza ligeiramente inferior à amostra A, indicando que a alta frequência do arco pode comprometer a integridade da austenita.

Em relação à intensidade da corrente de pico, a amostra C, que foi soldada com uma corrente de pico de 50 A e uma menor concentração de N<sub>2</sub> (4,5%), mostrou uma redução na fração volumétrica da austenita. Isso sugere que a combinação de alta corrente e menor concentração de N<sub>2</sub> pode ter impactado negativamente a formação das fases desejadas. A microdureza da amostra C também foi inferior à da amostra A, reforçando a ideia de que esses parâmetros de soldagem podem não ser ideais para manter a integridade das fases.

Por outro lado, a amostra A, que utilizou uma baixa frequência do arco de 200 Hz e uma maior concentração de N<sub>2</sub> (5,5%), apresentou uma fração volumétrica de austenita mais próxima do metal de base. Isso indica um equilíbrio favorável entre as fases, sugerindo que esses parâmetros de soldagem são mais adequados para a formação de uma microestrutura desejável. Além disso, a microdureza da amostra A foi a mais alta entre as amostras analisadas, destacando a eficácia desses parâmetros na manutenção das propriedades mecânicas do material.

Sendo assim, a escolha dos parâmetros de soldagem, especialmente a frequência do arco e a concentração de N<sub>2</sub>, desempenha um papel crucial na formação das fases e nas propriedades mecânicas das juntas soldadas. A otimização desses parâmetros é essencial para garantir a qualidade e a durabilidade das soldas em aços inoxidáveis hiperduplex, proporcionando um desempenho superior em aplicações industriais críticas.

#### 4. AGRADECIMENTOS

Agradeço a Associação Brasileira de Engenheira e Ciências Mecânicas - ABCM pelas concessão das bolsas de Iniciação Científica nos Editais 2022 e 2023.

#### 5. REFERÊNCIAS

- ABNT NBR ISO 6507-1:2023. Materiais metálicos – Ensaio de dureza Vickers – Parte 1: Método de ensaio. Rio de Janeiro: ABNT, 2023
- Alves, Nandara et. al. 2023. “PARÂMETROS DE SOLDAGEM EM AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX PELO PROCESSO TIG ORBITAL,” <doi: 10.26678/ABCM.CREEM2023.CRE2023-0060>.
- ASTM Designation E112; Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. American Society for Testing and Materials: West Conshohocken, PA, USA, 2021.
- Chaves, P.N., 2004. “Influência do nitrogênio e do hidrogênio no gás de proteção argônio na soldagem TIG autógena de aço inoxidável duplex”, Dissertação de Mestrado, Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ.
- COLPAERT, Hubertus. “Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns”, 4<sup>a</sup> edição revista e atualizada por André Luiz V. da Costa e Silva, Editora Blucher, São Paulo, 2008, ISBN 978-85-212-0449-7.
- Dias, D. F. 2012. “Caracterização de juntas soldadas por TIG autógeno manual com arco pulsado e arco não pulsado do aço inoxidável hiperduplex SAF 2707 HD.,” Jul. 2012.
- Ferreira, Arthur José de Andrade. 2024 “Influência da velocidade da soldagem TIG autógena sobre características macro e microestruturais e dureza de chapas finas de aço inoxidável duplex.”
- Gonzalez, R. C., Woods, R. E. Pearson, 2018. “Digital image processing, Fourth edition. New York, NY.”
- Gunn, R. 1997. Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications. Woodhead Publishing. Handbook, “Welding, Brazing, and Soldering of Sheet.”, Vol. 2. Oct. 1990. ASM International, 10th edition .
- ImageJ.2024. Available: <https://imagej.net/ij/>
- Kumar, Sanjeev & Krisam, Sabine & Jacob, Aurélie & Kiraly, Franz & Keplinger, Andreas & Abart, Rainer & Povoden-Karadeniz, Erwin. (2020). “Microstructures and element distributions in an aged hyper duplex stainless steel and corresponding hardness variation.” Materials & Design. 194. 108951. 10.1016/j.matdes.2020.108951.
- Marques, I. J., Santos, T. F. A. 2016. “CINÉTICA DE PRECIPITAÇÃO DE FASES INTERMETÁLICAS DELETERÍAS EM AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX UNS S32205.”
- Pimenta, A. R., Diniz, M. G., Perez, G., Solórzano-Naranjo, I. G. Jun. 2020. “Nitrogen Addition to the Shielding Gas for Welding Hyper-duplex Stainless Steel,” Soldag. insp., vol. 25, p. e2512, doi: 10.1590/0104-9224/SI25.12.
- Pimenta, A. R. 2016. “Análise da influência de elemento estabilizador da austenita em aço inoxidável hiperduplex UNS S32707 soldado por processo TIG,” Analysis of austenite stabilizing element influence on stainless steel hyperduplex UNS S32707 welded by TIG process., Accessed: May 24, 2024. [Online]. Available: .
- Singh, J., Shahi, A. S. Feb. 2020. “Metallurgical and corrosion characterization of electron beam welded duplex stainless steel joints,” Journal of Manufacturing Processes, vol. 50, pp. 581–595, doi: 10.1016/j.jmapro.2020.01.009.
- Tian, J., et al. Sep. 2019. “Failure analysis of steam jet pump at top of crude oil vacuum distillation tower,” Engineering Failure Analysis, vol. 103, pp. 9–19, doi: 10.1016/j.engfailanal.2019.04.024.
- TRANSCONTROL; Quality certificate. Aprovado pelo controle de qualidade Transcontrol; Engenheiro Rodrigo F. Rodrigues; Emitido 10 de junho de 2008.
- Villalobos-Vera, D. I., Mendoza-Bravo, I. 2019. “Ingeniería, investigación y tecnología”, vol. 20, no. 2, pp. 0–0, doi: 10.22201/fi.25940732e.2019.20n2.024.
- Zhang, S. 2020. “Failure analysis on tee pipe of duplex stainless in an oilfield,” Engineering Failure Analysis, vol. 115, p. 104676, doi: 10.1016/j.engfailanal.2020.104676.

#### 6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.