

## Microscopia de varredura por sonda (SPM) aplicada a aços inoxidáveis dúplex

Fabricio Simão dos Santos

Engenheiro de Materiais e Mestrando no PPG-CEM/UFSCar

E-mail: fabricio\_ssantos@yahoo.com.br

Simoni Maria Gheno

Dra., Pesquisadora do DEMa/UFSCar

E-mail: ghenom@dema.ufscar.br

Sebastião Elias Kuri

Professor Adjunto do DEMa/UFSCar

E-mail: dsek@power.ufscar.br

### Resumo

Nesse trabalho, a microscopia de varredura por sonda (*Scanning Probe Microscopy* - SPM), nos modos contato (*Atomic Force Microscopy* - AFM) e de força magnética (*Magnetic Force Microscopy* - MFM), foi utilizada para analisar a microestrutura de um aço inoxidável dúplex 2205 solubilizado e envelhecido. Foi feita uma análise por AFM da superfície do aço solubilizado após crescimento de filme passivo. Por AFM, obteve-se indicação de crescimento de filme sobre a microestrutura do aço solubilizado, enquanto por MFM a distribuição de fases pôde ser observada sem a necessidade de ataque da superfície.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável dúplex, crescimento de filme, SPM, microestrutura.

### Abstract

*In this work, Scanning Probe Microscopy (SPM), in the contact (Atomic Force Microscopy - AFM) and magnetic force (Magnetic Force Microscopy - MFM) modes, has been used to analyze the microstructure of a solution-treated and aged 2205 duplex stainless steel. A surface analysis of the solution-treated steel has been performed by AFM after passive film growth. By AFM it was obtained a indication of film growth on the microstructure of the solution-treated steel, while by MFM the phase distribution could be observed without the need of surface etching.*

**Keywords:** Duplex stainless steel, film growth, SPM, microstructure.

## 1. Introdução

Aços inoxidáveis duplex apresentam as fases ferrítica e austenítica. Para otimizar as propriedades, essas fases apresentam frações volumétricas próximas a 50%. Pela combinação de excelentes propriedades mecânicas e alta resistência à corrosão, esses materiais são utilizados em numerosas atividades industriais [1].

Contudo, quando o inoxidável duplex é envelhecido em condições de serviço em baixas temperaturas (em torno de 400°C), ocorre uma degradação de suas propriedades mecânicas e de sua resistência à corrosão, devido à precipitação de fases ricas em Cr ou Mo [2-4].

A microscopia de varredura por sonda (*Scanning Probe Microscopy* - SPM) utiliza uma sonda mecânica para obter imagens a partir de interações entre a ponta e a amostra. A SPM apresenta alta resolução espacial e pode ser utilizada em vários modos de operação, entre eles o modo contato (*Atomic Force Microscopy* - AFM) e a microscopia de força magnética (*Magnetic Force Microscopy* - MFM), que é uma ferramenta importante e avançada, que possibilita a detecção das interações magnéticas [5].

Esse trabalho utiliza a microscopia de varredura por sonda, AFM e MFM, para analisar a estrutura de um aço inoxidável duplex 2205 nas condições solubilizada e envelhecida em baixas temperaturas por tempos prolongados. Além disso, foi feita uma análise da superfície por AFM antes e após crescimento de filme passivo sobre o duplex na condição solubilizada.

## 2. Material e métodos

O material analisado foi um aço inoxidável duplex 2205 com composição química mostrada na Tabela 1.

Foi feita uma solubilização a 1050°C por 1 hora, seguida de resfriamento em óleo. Algumas amostras foram envelhecidas a 400°C por 7000 horas. Foi analisada a seção longitudinal de laminação.

Utilizaram-se dois tipos de amostras: polidas em alumina 1,0 µm e atacadas com ácido oxálico eletrolítico a 1 A/cm<sup>2</sup> por cerca de 20 segundos. Após limpeza com ultra-som, em soluções contendo desengordurante e acetona, foram feitas as análises por MFM e AFM.

O aço solubilizado, com a superfície polida, foi polarizado potenciostaticamente a +400 mV<sub>SCE</sub> (na região passiva) em H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 M por 30 minutos, para crescimento de um filme passivo. Posteriormente, a superfície foi analisada por AFM antes e após o crescimento de filme, para investigar alterações topográficas devido à formação do filme anódico.

As imagens de AFM e MFM foram obtidas utilizando um microscópio de força atômica, Dimension 3000, equipado com um controlador Nanoscope IIIa e um módulo de extensão eletrônica (Veeco Instruments, Santa Barbara, CA). As medidas topográficas e de MFM foram obtidas simultaneamente e em duas etapas (Lift Mode). Na primeira etapa, a ponta (operando em Tapping Mode) varre uma linha topográfica e, então, utilizando o Interlive/Lift Mode, a ponta é afastada a uma altura predefinida para a segunda varredura com o objetivo de remover o efeito da rugosidade da superfície. Nessa segunda varredura, detectam-se as variações de frequência de oscilação do cantilever, registrando a influência das forças magnéticas, usando o prin-

cípio de detecção de gradiente de força. Em todas as análises, utilizou-se uma sonda MESP, recoberta de Co/Cr. A distância de separação entre a ponta e a amostra foi de 75 nm, para minimizar os efeitos das forças de van der Waals.

## 3. Resultados

A Tabela 2 mostra como varia a dureza com o envelhecimento. Após o envelhecimento, observa-se endurecimento da ferrita, o que não ocorre na austenita.

As Figuras 1 e 2 apresentam imagens topográficas das amostras atacadas com ácido oxálico, nas condições solubilizada e envelhecida a 400°C por 7000 h, respectivamente.

A Figura 1 mostra que ocorreu maior dissolução da austenita, representada pelas regiões mais baixas e escuras. Além disso, é possível observar maclas na austenita.

Nas Figuras 2 (a) e (b), observa-se dissolução preferencial da ferrita, representada pelas regiões mais baixas e escuras, contrário ao observado nas imagens da amostra solubilizada (Figura 1).

As Figuras 3 e 4 apresentam imagens de amostras polidas, nas condições solubilizada e envelhecida, respectivamente.

**Tabela 1** - Composição química do aço inoxidável duplex (porcentagens em peso).

| Cr   | Ni   | Mo   | Mn   | Si   | C     | N    | S     |
|------|------|------|------|------|-------|------|-------|
| 22,6 | 5,38 | 2,58 | 1,57 | 0,35 | 0,024 | 0,13 | 0,008 |

**Tabela 2** - Valores de Microdureza Vickers (HV<sub>25</sub>) da ferrita e austenita do aço inoxidável duplex solubilizado e envelhecido, com 10 medidas em cada fase.

| Condição                       | Fase      | Microdureza (HV25) |
|--------------------------------|-----------|--------------------|
| Solubilizada                   | Ferrita   | 268 ± 19           |
|                                | Austenita | 260 ± 22           |
| Envelhecida a 400°C por 7000 h | Ferrita   | 403 ± 55           |
|                                | Austenita | 252 ± 31           |

As imagens topográficas (Figuras 3(a) e 4(a)) mostram superfícies planas, com partículas de contaminação e alguns riscos, não sendo possível observar a distribuição de fases. Observa-se que a ferrita, (Figuras 3b e 4b), apresenta domínios magnéticos, enquanto a austenita revela-se mais clara e uniforme, devido ao seu paramagnetismo.

As Figuras 5(a) e (b) apresentam imagens da superfície polida do dúplex solubilizado, antes e após crescimento de filme anódico. A Figura 5(c) é uma imagem da mesma região atacada. Nas Figuras 5 (a) e (b), as linhas demarcam regiões ao longo das quais foram obtidos os perfis de topografia, mostrados na Figura 5 (d).

Os perfis topográficos sugerem crescimento de filme sobre a microestrutura do aço solubilizado.

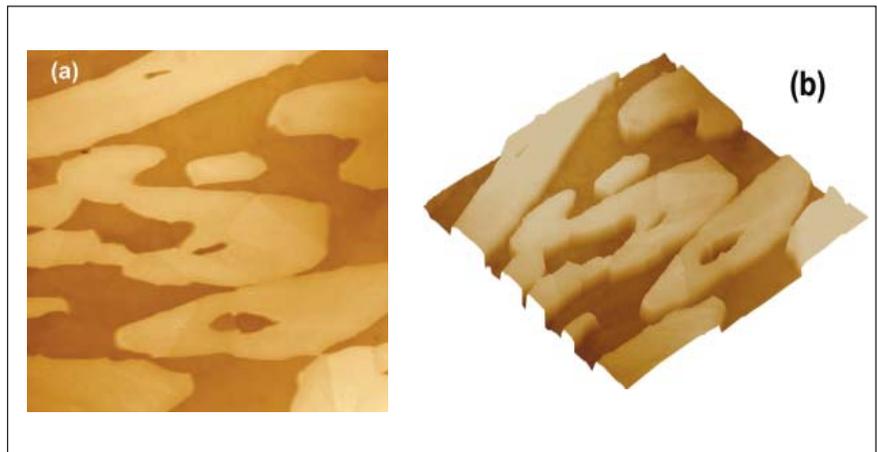
#### 4. Discussão

Na estrutura de ferrita e austenita dos aços inoxidáveis dúplex, é possível ocorrer dissolução preferencial da austenita ou da ferrita, dependendo da composição do meio corrosivo e do potencial eletroquímico [6]. A menor taxa de dissolução da ferrita no aço solubilizado (Figura 1) pode ser atribuída aos maiores teores dos elementos ferritizantes Cr e Mo presentes nessa fase em relação à austenita. Na amostra envelhecida, esse comportamento inverte-se, com foi mostrado na Figura 2. A dissolução preferencial da ferrita pode ser atribuída à diminuição dos teores de Cr e Mo da ferrita devido à formação das fases  $\alpha'$  e  $G$ , descritas na literatura [2-4]. O aumento de dureza da ferrita mostrado na Tabela 2 é ocasionado por essas transformações de fase. Por serem muito finas, essas fases não foram observadas por AFM e MFM.

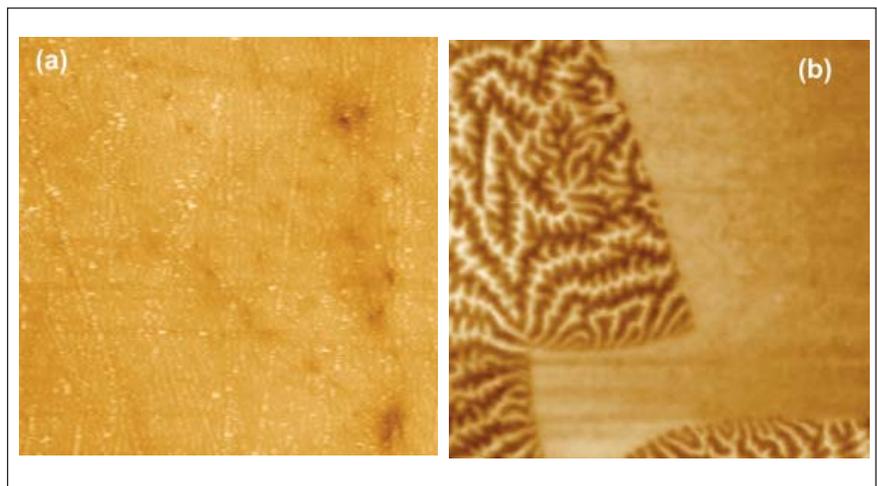
A técnica de MFM é útil na visualização da distribuição de fases do aço inoxidável dúplex, uma vez que permitiu a identificação das fases com um mínimo de preparação de amostra e sem a necessidade de ataque metalográfico. As imagens de MFM, mostradas nas Figuras 3 e 4, são similares àquelas obtidas com dúplex em trabalhos anteriores [7-8].



**Figura 1** - Imagens da superfície do aço inoxidável dúplex solubilizado e atacado ( $60 \mu\text{m} \times 60 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ ): (a) 2D; (b) 3D.



**Figura 2** - Imagens da superfície do aço inoxidável dúplex envelhecido e atacado ( $60 \mu\text{m} \times 60 \mu\text{m} \times 1,5 \mu\text{m}$ ): (a) 2D; (b) 3D.



**Figura 3** - Imagens do aço inoxidável dúplex solubilizado e polido: (a) Topografia ( $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m} \times 0,25 \mu\text{m}$ ); (b) Imagem MFM ( $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m} \times 200 \text{ Hz}$ ).

A análise dos perfis topográficos obtidos por AFM antes e após crescimento de filme (Figura 5d) dá indicação de crescimento de filme sobre a microestrutura ferrítica-austenítica do aço solubilizado. Entretanto o crescimento de filme anódico requer investigação adicional.

## 5. Conclusões

1. As técnicas de AFM e MFM foram utilizadas com sucesso para observar a distribuição de austenita e ferrita em aço inoxidável duplex; particularmente, a MFM não requer ataque metalográfico.

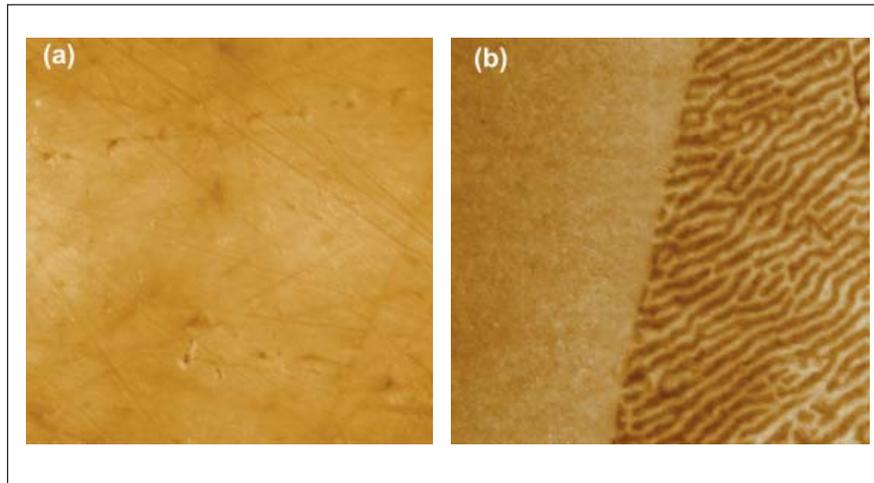


Figura 4 - Imagens do aço inoxidável duplex envelhecido e polido: (a) Topografia ( $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m} \times 0,2 \mu\text{m}$ ); (b) Imagem MFM ( $15 \mu\text{m} \times 15 \mu\text{m} \times 50 \text{Hz}$ ).

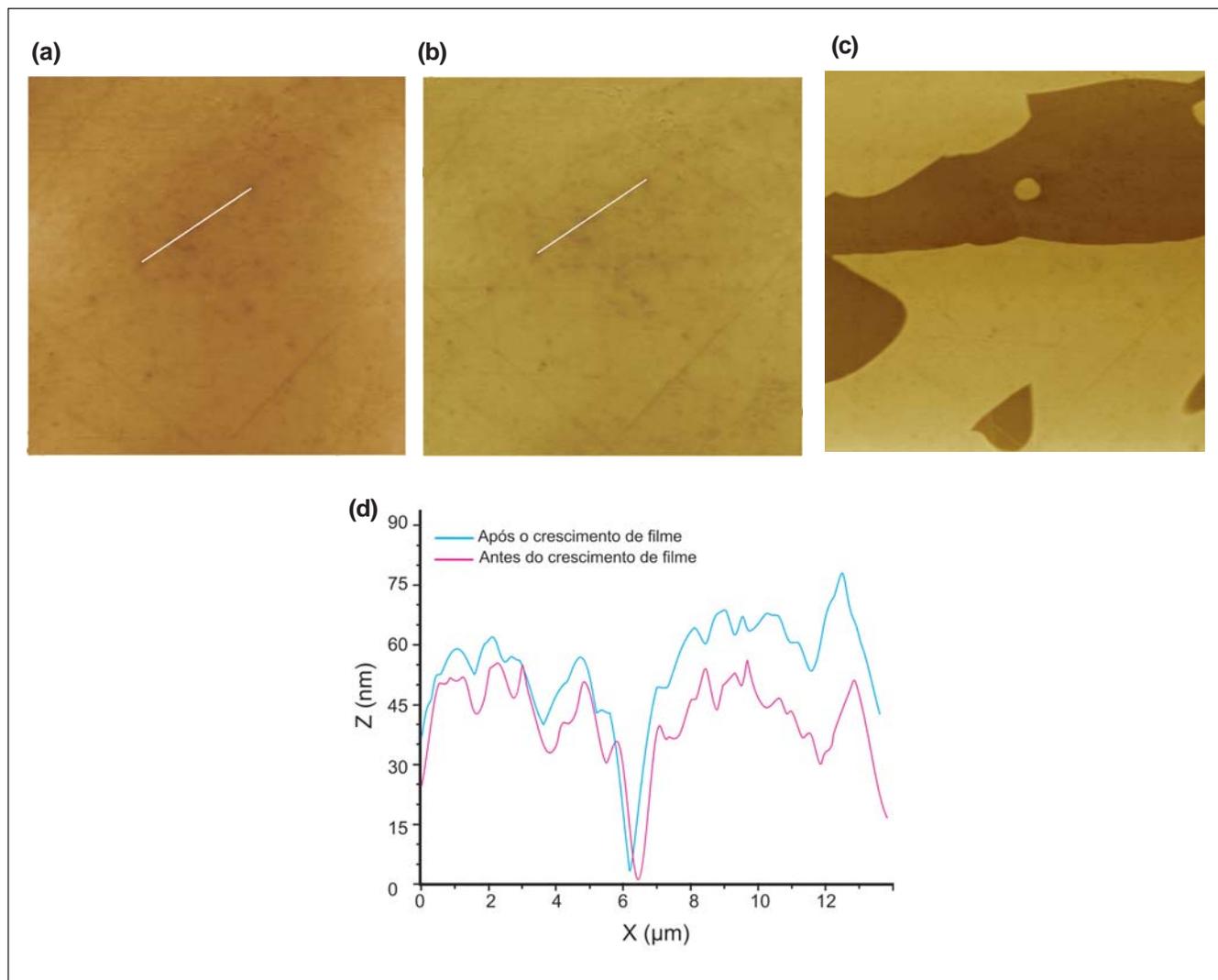


Figura 5 - Imagens da superfície do aço inoxidável duplex solubilizado e polido: (a) antes do crescimento do filme anódico ( $40 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 300 \text{nm}$ ); (b) após crescimento de filme anódico ( $40 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 400 \text{nm}$ ). (c) Imagem da superfície do aço inoxidável duplex solubilizado atacado ( $40 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ ). (d) perfis topográficos antes e após crescimento de filme.

2. Houve dissolução preferencial de uma das fases ferrítica ou austenítica durante o ataque com ácido oxálico, sendo que a topografia resultante depende do tratamento térmico, invertendo-se de uma amostra para a outra.
3. Obteve-se indicação de crescimento de filme sobre a microestrutura do aço solubilizado, o que requer investigação adicional.

## 6. Agradecimentos

À CAPES, FAPESP e CNPq pelo suporte financeiro imprescindível para o desenvolvimento dessa pesquisa.

## 7. Referências bibliográficas

1. NILSSON, J.-O. Super duplex stainless steels. *Materials Science and Technology*, v. 8, n. 8, p. 685-700, 1992.
2. DANOIX, F., AUGER, P., BLAVETTE, D. Hardening of Aged Duplex Stainless Steels by Spinodal Decomposition. *Microscopy and Microanalysis*, v. 10, n. 3, p. 349-354, 2004.
3. IACOVIELLO, F., CASARI, F., GIALANELLA, S. Effect of "475°C embrittlement" on duplex stainless steels localized corrosion resistance. *Corrosion Science*, v. 47, n. 4, p. 909-922, 2005.
4. KURI, S. E., MAY, J. E., MORENO, J. R. S. Induced susceptibility to pitting corrosion in duplex stainless steel due to long aging at low temperatures. *Materials and Corrosion*, v.52, n. 10, p. 785-788, 2001.
5. NEVES, B. R. A., VILELA, J. M. C., ANDRADE, M. S. Microscopia de varredura por sonda mecânica: uma introdução. *Cerâmica*, v. 44, n. 290, 1998.
6. SYMNIOTIS, E. Galvanic effects on the active dissolution of duplex stainless steels. *Corrosion*, v. 46, n. 1, p. 2-12, 1990.
7. FEMENIA, M. et alii. Scanning Kelvin probe force microscopy and magnetic force microscopy for characterization of duplex stainless steels. *Journal of The Electrochemical Society*, v. 150, n. 6, p. B274-B281, 2003.
8. DIAS, A., ANDRADE, M. S. Atomic force and magnetic force microscopies applied to duplex stainless steels. *Applied Surface Science*, v. 161, n. 1-2, p. 109-114, 2000.

Artigo recebido em 30/07/2006 e aprovado em 05/10/2006.

\*\*\*\*\*

Rem - Revista Escola de Minas  
71 anos divulgando CIÊNCIA.

\*\*\*\*\*



[www.rem.com.br](http://www.rem.com.br)