# CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA CELSO SUCKOW DA FONSECA – CEFET/RJ

# Efeitos do Tratamento de Solubilização e Envelhecimento Térmico no Grau de Sensitização do Metal de Solda em Aço AISI 304L

Gelson Luiz Erthal de Freitas Filho Raphael dos Reis Valladares Barbosa

Prof. Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.

Rio de Janeiro Novembro de 2018

# CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA CELSO SUCKOW DA FONSECA – CEFET/RJ

# Efeitos do Tratamento de Solubilização e Envelhecimento Térmico no Grau de Sensitização do Metal de Solda em Aço AISI 304L

Gelson Luiz Erthal de Freitas Filho Raphael dos Reis Valladares Barbosa

Projeto Final apresentado em cumprimento às normas do Departamento de Educação Superior do CEFET/RJ, como parte dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica

Prof. Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.

Rio de Janeiro Novembro de 2018 CEFET/RJ - Sistema de Bibliotecas / Biblioteca Central

F866	<ul> <li>Freitas Filho, Gelson Luiz Erthal de Efeitos do tratamento de solubilização e envelhecimento térmico no grau de sensitização do metal de solda em aço AISI 304L / Gelson Luiz Erthal de Freitas Filho, Raphael dos Reis Valladares Barbosa.—2018. xiii, 55f. : il. (algumas color.), grafs., tabs.; enc.</li> </ul>
	Projeto Final (Graduação) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2018. Bibliografia : f. 53-55 Orientador : Humberto Nogueira Farneze
	<ol> <li>Engenharia mecânica. 2. Soldagem. 3. Metais – Tratamento térmico. 4. Aço inoxidável. I. Barbosa, Raphael dos Reis Valladares.</li> <li>II. Farneze, Humberto Nogueira (Orient.). III. Título.</li> </ol>
	CDD 621

Elaborada pela bibliotecária Lívia Lima CRB-7/5904

# DEDICATÓRIA

Dedicamos esse trabalho ao nossos pais, familiares, amigos e aos professores do CEFET/RJ que nos apoiaram e contribuíram para o nosso desenvolvimento acadêmico, tornando possível que chegássemos até aqui.

# AGRADECIMENTOS

Ao CEFET/RJ pelo seu corpo docente, direção e administração, que não apenas nos deram a oportunidade e ferramentas para vislumbrarmos um horizonte superior, mas nos incentivaram durante todo o nosso caminho.

Ao nosso orientador e grande amigo, o Professor Humberto Nogueira Farneze (D.Sc.), pelo conhecimento transmitido, confiança, compreensão e brincadeiras que foram fundamentais para a realização deste trabalho.

Aos todos os técnicos dos laboratórios que passamos, especialmente o Hiron Akira, pela colaboração e paciência em orientar e cooperar para o andamento das atividades experimentais deste trabalho.

Ao CEFET/RJ Campus Itaguaí por fornecer a junta soldada no qual esse projeto foi elaborado.

Gostaria de agradecer imensamente à minha mãe, Teresa Amorim, por sempre lutar e confiar em mim. Sou grato especialmente à minha avó, Marinette Azeredo, por todo o suporte na minha vida, sem a senhora esse sonho não seria possível. Jamais serei capaz de retribuir todo o amor e incentivo que recebi de vocês. [Gelson]

À minha irmã, Ana Luísa Erthal, por estar sempre ao meu lado, querendo ou não, desde que eu me entendo por gente. [Gelson]

Aos meus queridos tios Bruno Kelson, Cesário Filho, Helena Amorim e Luiza Amorim, muito obrigado. Sem vocês essa graduação não seria possível. [Gelson]

Por fim e não menos importante, a todos os meus professores, da educação infantil ao ensino superior, gostaria de expressar a minha admiração, respeito e carinho. Sempre me lembrarei com amor e ternura de todos os ensinamentos e contribuições -mesmo aquelas que não estão em livros, que contribuíram para o que sou. [Gelson]

A Deus, pois sem ele nada seria possível, por abençoar o meu caminho e colocar esperança e fé em meu coração. [Raphael]

Ao meu avô, Ilcélio Valladares, (em memória) que me incentivou todos os dias e me ajudou de todas as formas possíveis para que eu continuasse os meus estudos mesmo diante das adversidades do dia-a-dia. [Raphael]

A minha mãe, Adriana Valladares, por dar tudo de si para que eu tivesse o necessário para me desenvolver, por me educar e me mostrar o caminho da honestidade e do trabalho, por ser a maior responsável por quem me tornei. [Raphael]

Ao meu pai, Jorge da Silva, que mesmo presente de forma limitada, sempre me passou ótimos ensinamentos de respeito, responsabilidade, e também contribuiu muito para o meu desenvolvimento pessoal. [Raphael]

A minha avó, Isanilde Valladares, que também contribuiu para o meu dia-a-dia e desenvolvimento desde quando eu era apenas uma criança. [Raphael]

A minha noiva, Nadine Araújo, que me apoiou, me deu forças e me incentivou nos momentos de desânimo, também pela paciência e compreensão pelos momentos de minha ausência. [Raphael]

A minha sogra, Regina Araújo, pelo incentivo, motivação e compreensão. [Raphael]

# **RESUMO**

Os aços inoxidáveis austeníticos são fundamentais em diversas aplicações na indústria, principalmente nos meios agressivos. Nesta família destaca-se o aço AISI 304L, que pelo seu baixíssimo teor de carbono, o torna mais indicado que o AISI 304 para aplicações em ambientes altamente corrosivos, como a indústria nuclear e petroquímica. A necessidade de utilizá-lo nos mais diversos ramos exige a aplicação de uniões soldadas e, por requisições de projetos, é necessário que as suas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão na junta soldada preserve as características do material base. Dentro deste contexto, o presente trabalho avaliou o efeito do tratamento de solubilização e envelhecimento térmico sobre o grau de sensitização de uma junta soldada pelo processo de Gas Tungsten Arc Welding (GTAW) de um aço inoxidável austenítico AISI 304L. As amostras passaram por tratamento térmico de solubilização a 1050°C por 1 hora e envelhecimento térmico à 600 °C por períodos de 12 e 24 horas, onde um grupo de amostras somente foi submetido ao envelhecimento térmico e outro grupo foi submetido aos dois tratamentos. Nestas condições, foram realizadas caracterizações microestruturais por microscopia óptica (MO) e permeabilidade magnética. As propriedades mecânicas foram avaliadas por ensaios de microdureza e, por fim, foi realizado o ensaio de polarização eletroquímica de reativação cíclica (PERC) para avaliar o grau de sensitização do metal de solda. Com os resultados desse trabalho foi possível verificar que as amostras que não passaram pelo processo de solubilização apresentaram um maior percentual de ferrita ( $\delta$ ) e, consequentemente, maior dureza. Os resultados obtidos no ensaio de corrosão sugerem que o processo de solubilização é bastante eficaz na redução da sensitização do metal de solda quando exposto à condição de envelhecimento térmico proposta neste trabalho.

Palavras-chave: AISI 304L, GTAW, Solubilização, Sensitização

# ABSTRACT

Austenitic stainless steels are fundamental in various applications at the industry, especially in highly harmful environment. The AISI 304L steel is part of this family and its main characteristic is the very low level of carbon content, which makes it more indicate than the AISI 304 standard steel for applications in highly corrosive environments, such as nuclear and petrochemical industry. The need to use it in several scenarios requires the use of welded joints and the projects requires that this part preserve the physical proprieties and the corrosion resistance of the base metal. This work aims to evaluate the effect of solubilization treatment and thermal aging on sensitization level of a stainless steel AISI 304L welded with Gas Tungsten Arc Welding (GTAW) process. The samples through to a solubilization treatment at 1050 °C for 1 hour and thermal aged at the temperature of 600 °C for periods of 12 and 24 hours. A group of samples was only submitted to a thermal aged treatment and the other was submitted to both. Under these conditions, microstructural characterizations were performed by optical microscopy and magnetic permeability. The mechanicals proprieties were evaluated by microhardness test and the sensitization level of this welded joint were evaluate by cyclic potentiodynamic polarization technique. According to the test results, the samples that did not go through the solubilization process present a higher ferrite percentage ( $\delta$ ) and, therefore, greater hardness. The results of the corrosion tests obtained suggests that the solubilization process is very effective to reduce the sensitization level of welded joint when exposed to the aging treatment proposed in this work.

Keywords: AISI 304L, GTAW, Solubilization, Sensitization

# SUMÁRIO

Capítulo	o 1	1
Introc	dução	1
1.1	Motivação	1
1.2	Justificativa	2
1.3	Objetivos	2
1.4	Metodologia	3
1.5	Organização do Trabalho	3
Capítulo	o 2	5
Revis	aõo Bibliográfica	5
2.1	Aços Inoxidáveis	5
2.2	Aços Inoxidáveis Austeníticos	6
2.3	Elementos de Liga e seus Efeitos	8
2.4	Solidificação das Ligas Fe-Cr-Ni	11
2.5	Modos de Previsão da Microestrutura	13
2	2.5.1 Diagrama de Schaeffler	13
2	2.5.2 Diagrama WRC-1992	14
2.6	Fases formadas nos aços inoxidáveis austeníticos	16
2.7	Tratamento Térmico de Solubilização	17
2.8	Resistência Mecânica dos Aços Inoxidáveis	19
2.9	Resistência à Corrosão dos Aços Inoxidáveis	20
2	2.9.1 Número de Resistência à Corrosão por Pites (PREN)	20
2	2.9.2 Passividade de Aços Inoxidáveis Austeníticos	21
2	2.9.3 Corrosão Intergranular	22
2	2.9.4 Teste Reativação Eletroquímica Potenciocinética (DL-EPR)	24
2.1	0 Aço Inoxidável Austenítico AISI 304	26
2	2.10.1 Aço inoxidável austenítico AISI 304L	28
2.1	1 Processo GTAW	29
Capítulo	o 3	31
3. Ma	ateriais e Métodos	31
3.1	. Material	31
3.2	. Procedimento de Soldagem	31
3.3	. Corte e preparação das amostras	
3.4	. Análise Química	

3.5. Solubilização	34
3.6. Envelhecimento Térmico	34
3.7. Análise Microestrutural	35
3.7.1 Microscopía Óptica	35
3.7.2 Permeabilidade Magnética	36
3.8. Ensaio de Microdureza	37
3.9. Ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC)	38
Capítulo 4	41
Resultados e Discussão	41
4.1 Macrografia	41
4.2 Análise Química	42
4.3 Análise da Microestrutura	46
4.4. Análise do Percentual de Ferrita	48
4.5. Análise da Microdureza	49
4.6. Análise do ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC)	49
Capítulo 5	51
Conclusões	51
Capítulo 6	52
Sugestões para trabalhos futuros	52
Referências bibliográficas	53

# LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: Camada passiva em aços inoxidáveis	. 5
FIGURA 2: Série 400 da AISI	. 6
FIGURA 3: Diagrama Fe-Cr-Ni para 70% Fe 1	11
FIGURA 4: Corte da seção vertical do diagrama Fe-Cr-Ni 70% Fe com os modos o	de
solidificação1	13
FIGURA 5: Diagrama de Schaeffler 1	14
FIGURA 6: Diagrama WRC-1992 para ZF em aços inoxidáveis. A- Austenita; AF – austenit	ta
ferrita; FA - ferrita/austenita; F – ferrita1	5
FIGURA 7: Regeneração da camada passiva. (1) Camada passiva formada. (2) Camada passiv	va
danificada. (3) Camada passiva regenerada 2	22
FIGURA 8: Corrosão intergranular	23
FIGURA 9: Região Empobrecida de Cromo2	24
FIGURA 10: Duplo Ciclo EPR (DL-EPR)	25
FIGURA 11: Aços Inoxidáveis Austeníticos	27
FIGURA 12: Soldagem GTAW: (a) Equipamento GTAW; (b) Vista frontal da soldagem	30
FIGURA 13: Geometria da junta utilizada no processo GTAW	31
FIGURA 14: Soldagem GTAW do AISI 304L	32
FIGURA 15: (a) Amostra Inicial; (b) Amostra cortada longitudinalmente	33
FIGURA 16: Espectrômetro de emissão óptica por centelha pertencente ao laboratório de	
Caracterização Microestrutural do Exército Brasileiro	34
FIGURA 17: Microscópio Óptico do Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ	35
FIGURA 18: Ferritoscópio Helmut Fischer FMP30 cedido pela Nuclebrás Equipamento	os
Pesados – NUCLEP	36
FIGURA 19: Microdurômetro Wilson Instruments® 422MVD	37
FIGURA 20: Localização dos ensaios de microdureza no metal de solda	38
FIGURA 21: Potenciostato Autolab PGSTAT204	39
FIGURA 22: Arranjo da célula eletroquímica	39
FIGURA 23: Amostra preparada para PERC	40
FIGURA 24: Macrografia da junta soldada. Ataque: Ácido oxálico 10%4	41
FIGURA 25: Gráfico comparativo da composição química do metal de base, metal de solda	l e
a vareta utilizada pelo processo de solda GTAW	43

FIGURA 26: Diagrama de WRC-1992 com os valores obtidos no S-OES para o metal de solda
pelo procedimento GTAW
FIGURA 27: Diagrama de SUUTALA e MOISIO para solidificação de ligas Fe-Cr-Ni com os
valores equivalentes do metal de solda GTAW plotados
FIGURA 28: Comparação das micrografias obtidas por microscopia óptica (MO). Ataque
Behara47
FIGURA 29: Variação do teor de ferrita ( $\delta$ ) do metal de solda com o tempo de
envelhecimento
FIGURA 30: Microdurezas médias das amostras analisadas49
FIGURA 31: Comparação das curvas obtidas nos ensaios PERC

# LISTA DE TABELAS

TABELA 1: Composição Química dos Aços Inoxidáveis Austeníticos
TABELA 2: Efeitos dos Elementos de Liga nas Propriedades do Material10
TABELA 3: Faixa de temperatura para solubilização dos principais aços da família 30018
TABELA 4: Propriedades Mecânicas Mínimas do aço AISI 304 e 304L (2D: Laminado a frio
e recozido)
TABELA 5: PREn de aços de microestrutura austenítica
TABELA 6: Correlação de Ir/Ia com o grau de sensitização25
TABELA 7: Comparação da composição química entre aços AISI 304 e AISI 304L
TABELA 8: Propriedades mecânicas dos principais aços da Série AISI 30029
TABELA 9: Parâmetros de soldagem utilizados e energia de soldagem média
TABELA 10: Composição química da vareta GTAW (% em peso). (Fe) balanço 32
TABELA 11: Composição química do metal de base e do metal de solda GTAW (% em
peso). (Fe) balanço
TABELA 12: Valores para cromo e níquel equivalentes para os métodos dos Diagrama de
Schaeffler e WRC-1992
TABELA 13: Comparação das micrografias obtidas por microscopia óptica (MO). Ataque:
Behara

# LISTA DE ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas			
ASTM	American Society for Testing and Materials			
AI	Aço Inoxidável			
AISI	American Iron and Steel Institute			
С	Elemento químico Carbono			
CC	Corrente Contínua			
CCC	Cúbico de Corpo Centrado			
CEFET	Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca			
CFC	Cúbico de Face Centrada			
Cr	Elemento químico Cromo			
$Cr_{23}C_6$	Carbeto de Cromo			
Creq	Cromo equivalente			
CST	Corrosão sob tensão			
CTEx	Centro Tecnológico do Exército			
Fe-C	Liga Ferro-Carbono			
Fe-Cr-Ni	Liga Ferro-Cromo-Níquel			
GDS	Grau de sensitização			
GTAW	Gas Tungsten Arc Welding			
Н	Elemento químico Hidrogênio			
Ia	Corrente de ativação			
Ir	Corrente de reativação			
Mn	Elemento químico Manganês			
Mo	Elemento químico Molibdênio			
Ν	Elemento químico Nitrogênio			
Ni	Elemento químico Níquel			
Nieq	Niquel equivalente			
Р	Elemento químico Fósforo			
PERC	Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica			
PREn	Pitting Resistance Equivalent Number			
S	Elemento químico Enxofre			
SAE	Society of Automotive Engineers			

Si	Elemento químico Silício				
S-OES	Espectrometria de Emissão Óptica por Centelha				
Т	Amostra temperada				
Ti	Elemento químico Titânio				
TIG	Tungsten Inert Gas				
T612	Amostra temperada e envelhecida a 600 °C por 12 horas				
T624	Amostra temperada e envelhecida a 600 °C por 24 horas				
TS	Amostra temperada e solubilizada				
TS612	Amostra temperada, solubilizada e envelhecida a 600 °C por 12 horas				
TS624	Amostra temperada, solubilizada e envelhecida a 600 °C por 24 horas				
WRC	Welding Research Concil				
ZF	Zona fundida				
ZTA	Zona Termicamente Afetada				

# Capítulo 1

# Introdução

Os aços inoxidáveis têm sido usados em diversas aplicações, como indústrias químicas, aeronáutica, em partes estruturais, setor nuclear, equipamentos hidráulicos, na área naval e em muitos componentes que ficam expostos à ambientes ácidos, salinos, altamente corrosivos. Neste contexto se destaca a aplicação do aço inoxidável AISI 304 onde sua composição química garante uma alta resistência à corrosão, aliados ao seu baixo custo e alta disponibilidade, fazendo com que esse aço se torne presente na confecção dos mais diversos equipamentos e acessórios.

Apesar deste aço apresentar boa resistência à corrosão, a resistência para o tipo de corrosão intergranular é garantida apenas até a temperatura de 300 °C, pois o trabalho em temperaturas elevadas provoca pequenas mudanças microestruturais, afetando o comportamento de algumas propriedades do material, como a própria resistência à corrosão. Devido à utilização em diversos setores e equipamentos da indústria, em muitos casos esse material é soldado e este processo de soldagem também pode causar alterações nas propriedades do material, causando a corrosão intergranular, por exemplo, devido à redução localizada da resistência à corrosão, chamada de sensitização. A redução no teor de carbono do aço pode eliminar ou retardar essa dinâmica de redução localizada da resistência à corrosão, então foi criado uma variação do aço com menor índice de carbono, o aço AISI 304L. [1]. Para algumas aplicações deste aço, a temperatura de serviço pode chegar a 450°C ou superior.

Apesar das qualidades inerentes ao aço AISI 304L, seu uso na indústria de processo esbarra em problemas metalúrgicos, devido às mudanças na microestrutura, provocadas por elevadas temperaturas, o que aumenta a suscetibilidade à corrosão intergranular, aliado à precipitação de intermetálicos, tais como a fase sigma ( $\sigma$ ) e carbeto M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, acarretando a degradação das propriedades deste material, principalmente em juntas soldadas expostas a elevadas temperaturas de serviço. [2]

# 1.1 Motivação

Os aços inoxidáveis trouxeram significativas mudanças para inúmeros setores da nossa sociedade devido a sua alta resistência à corrosão, em comparação com os aços carbono comum.

O mais utilizado pelas indústrias atualmente é o aço inoxidável AISI 304. Sua boa combinação de resistência à corrosão, ductilidade, conformação e boa soldabilidade, aliados a alta disponibilidade, fazem dele uma boa opção para muitos casos. Para aplicações que exijam uma maior resistência à corrosão, tais como na fabricação de vasos de pressão, válvulas, tubulações e equipamentos da indústria nuclear, farmacêutica, petrolífera e alimentar, é favorável o emprego de uma das variação desse aço, o aço inoxidável austenítico AISI 304L. Para algumas destas aplicações, a temperatura de serviço pode chegar a 450°C ou superior.

A necessidade da aplicação desta liga nas mais diversas situações em temperaturas elevadas motivaram a realização deste trabalho, de forma a investigar a eficácia do tratamento térmico de solubilização na manutenção das propriedades inoxidáveis da junta soldada pelo processo de soldagem GTAW (Gas Tungsten Arc Welding).

# 1.2 Justificativa

Algumas aplicações requerem o uso de aços inoxidáveis austeníticos em temperaturas que podem chegar a 600 °C. Essa exposição do material a temperaturas elevadas pode provocar o fenômeno de sensitização, em consequência da precipitação de carbetos de cromo nos contornos de grão, deixando o material passível de sofrer corrosão intergranular [3].

Para retardar ou evitar essa dinâmica de precipitação de carbetos de cromo, normalmente é realizado o tratamento térmico solubilização [4]. Dentro desse contexto, o presente trabalho buscou estudar o impacto desse tratamento térmico no metal de solda em aço inoxidável austenítico AISI 304L, produzido pelo processo GTAW, quando submetido à elevada temperatura por diferentes períodos de tempo e um tratamento térmico de solubilização que possa vir a minimizar ou impedir a sensitização do mesmo.

## 1.3 Objetivos

O presente trabalho tem como objetivo o estudo dos efeitos do tratamento térmico de solubilização, e bem como pela exposição à temperatura de 600°C, na dureza e no grau de sensitização do metal de solda em aço inoxidável AISI 304L, produzido pelo processo GTAW.

# 1.4 Metodologia

O material base utilizado neste trabalho foi a junta soldada do aço inoxidável austenítico AISI 304L pelo processo GTAW. Doze amostras foram cortadas e envelhecidas em diferentes intervalos de tempo (6 e 12h) a fim de comparar a diferença no grau de sensitização e dureza desse metal de solda.

Para estudo e análises deste trabalho foram utilizados os seguintes métodos experimentais:

- Análise Química;
- Macrografia
- Microscopia óptica (MO)
- Permeabilidade Magnética (Ferritoscópio)
- Ensaio de Microdureza (Vickers)
- Ensaio Eletroquímico de Reativação Potenciodinâmica (DL-EPR)

#### 1.5 Organização do Trabalho

O estudo realizado neste trabalho está divido em 6 capítulos de modo a melhorar a organização e grau de entendimento. Os seis capítulos estão descritos abaixo.

O Capítulo 1 trata das motivações e justificativas para a escolha do tema e uma prévia da metodologia empregada para obter os resultados do presente trabalho.

O Capítulo 2 trata da revisão bibliográfica, que descreve as características dos aços inoxidáveis austeníticos, especialmente o aço inoxidável austenítico AISI 304L, material base do projeto, suas propriedades, características e os processos utilizados, como o processo de soldagem GTAW e o de solubilização. Também descreve sobre o processo de corrosão nos aços inoxidáveis e a função dos principais elementos de liga.

O Capítulo 3 descreve os materiais e métodos, expondo o detalhamento do procedimento para a confecção das amostras e a metodologia empregada.

No Capítulo 4 são apresentados os dados obtidos pelos ensaios feitos na junta soldada, podendo dessa forma discutir esses resultados, comparando-os com as informações obtidas na literatura.

No Capítulo 5 são apresentadas as conclusões segundo os resultados obtidos no capítulo anterior.

No Capítulo 6 são propostos trabalhos futuros, visando fomentar pesquisas.

# Capítulo 2

#### **Revisão Bibliográfica**

# 2.1 Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são ligas a base de ferro que possuem quantidades significativas de cromo em sua composição. Essas ligas se caracterizam por formar uma camada fina, imperceptível e aderente de óxido de cromo na superfície do material, chamada de camada passiva, de forma a torná-los resistentes à corrosão [2], essa camada é mostrada na Figura 1. Possuindo níveis superiores a 12% de cromo, os aços inoxidáveis tem uma grande diversidade, pelas quais a ASTM identificou mais de 80 tipos diferentes. Dividem-se em quatro grupos principais, de acordo com a microestrutura apresentada: inoxidáveis martensíticos, inoxidáveis duplex, inoxidáveis ferríticos e os inoxidáveis austeníticos, sendo este último o grupo no qual o aço de estudo deste trabalho está inserido. [2]



Figura 1: Camada passiva em aços inoxidáveis [5]

Os aços inoxidáveis ferríticos são basicamente ligas Fe-C-Cr com uma quantidade de cromo variando de 11 a 30% e com até 0,35% de carbono. Esses aços são ferromagnéticos, possuem estrutura Cúbica de Corpo Centrado (CCC), boa capacidade de estampagem e são identificados pelo AISI pela série 400. Esta série também engloba os aços inoxidáveis martensíticos que, em comparação com os ferríticos, possuem uma maior quantidade de carbono e uma menor de cromo. Os aços inoxidáveis martensíticos possuem elevada dureza e, consequentemente, possuem uma resistência ao desgaste muito elevada. [6]

Os aços inoxidáveis martensíticos são conhecidos pela sua alta temperabilidade e sua boa combinação de resistência mecânica e ductilidade. A soldabilidade desses materiais é limitada justamente pela sua alta temperabilidade e pelo teor de carbono e a sua baixa tenacidade costuma limitar seu uso. Junto com os ferríticos compõem a série 400 da AISI, demonstrada na Figura 2.



Aços inoxidáveis da Série 400

Figura 2: Série 400 da AISI

Os aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos (duplex) possuem uma microestrutura constituída de pequenas regiões de austenita distribuídas em uma matriz de ferrita em proporções equivalentes. Sua composição química contém em sua maioria cromo (de 18 a 27%), níquel (de 4 a 7%) e molibdênio (de 1 a 4%). Apresentam tenacidade e resistência mecânica muito superior à dos aços austeníticos e ferríticos [7].

Os aços inoxidáveis austeníticos, representados pela série 300 e 200 da AISI da qual o aço estudado faz parte, serão descritos na próxima seção.

# 2.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos são ligas Fe-Cr-Ni e são os mais comuns entre os aços inoxidáveis, compondo de 65 a 70% do uso total, sendo que seu uso em construções soldadas é superior a 90%. Ocupam essa parcela não apenas devido a sua alta resistência à corrosão e

tenacidade, estabilidade estrutural em temperaturas baixas temperaturas e sua boa soldabilidade. Essas características tornam a família dos aços inoxidáveis austeníticos apta para uma grande variedade de aplicações, desde o seu uso em utensílios e aparelhos domésticos até aplicações específicas na indústria química, energética e de construção. Como não apresentam transição dúctil-frágil, esta família também é bastante utilizada na indústria criogênica. [8]

A microestrutura dos aços inoxidáveis austeníticos é composta exclusivamente por grãos equiaxiais de austenita, contendo algumas maclas. Esses aços são usualmente recozidos no intervalo de temperatura de 912 °C e 1394 °C a fim de se reproduzir recristalização e dissolução de carbetos. Devido a presença de níquel, que estabiliza a austenita, sua estrutura é Cúbica de Face Centrada (CFC). [8]

Devido a estrutura CFC da austenita, esses aços não são ferromagnéticos e, para melhorar sua dureza, normalmente é usado o encruamento. Suas outras propriedades mecânicas podem ser alteradas com a adição de elementos de liga [3]. O efeito dos principais elementos de liga utilizados em aços inoxidáveis estão descritos na seção 2.3.

O AISI classifica os aços inoxidáveis austeníticos em dois grupos, a série 300, que contém os aços com cromo e níquel em quantidade mais elevadas, série a qual o aço estudado neste trabalho faz parte, e a série 200, contendo aços com teores de níquel e manganês mais elevados, conforme mostra a Tabela 1.

Tipo AISI	Tipo AISI C Max Mn Max Si Max Cr Ni Outros						
201	0,15	7,50	1,00	16,00-18,00	3,50-5,50	0,25 máx Ni	
202	0,15	10,00	1,00	1,00 17,00-19,00 4,00-6,00 0,25 máx Ni		0,25 máx Ni	
205	0,25	15,50	0,50	50 16,50-18,00 1,00-1,75		0,32-0,40 máx N	
301	301 0,15 2,00 1,00 16,00-18,00 6.00-8.00						
302	0,15	2,00	1,00	17,00-19,00	8,00-10,00		
302B	0,15	2,00	3,00	17,00-19,00	8,00-10,00		
303	0,15	2,00	1,00	17,00-19,00	8,00-10,00	0,15 mín S	
303(Se)	0,15	2,00	1,00	17,00-19,00	8,00-10,00	0,15 mín S	
304	0,08	2,00	1,00	18,00-20,00	8,00-12,00		
304L	0,03	2,00	1,00	18,00-20,00	8,00-12,00		
304N	0,08	2,00	1,00	18,00-20,00	8,00-10,50	0,10-0,16 N	
305	0,20	2,00	1,00	17,00-19,00	10,00-13,00		
308	0,08	2,00	1,00	19,00-21,00	10,00-12,00		
309	0,20	2,00	1,00	22,00-24,00	12,00-15,00		
309S	0,08	2,00	1,00	22,00-24,00	12,00-15,00		
310	0,28	2,00	1,50	24,00-26,00	19,00-22,00		
310S	0,08	2,00	1,50	24,00-26,00	19,00-22,00		
314	0,25	2,00	3,00	23,00-26,00	19,00-22,00		
316	0,08	2,00	1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,00-3,00 Mo	
316F	0,08	2,00	1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	1,75-2,50 Mo	
316L	0,03	2,00	1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,00-3,00 Mo	
316N	0,08	2,00	1,00	16,00-18,00	10,00-14,00	2,00-3,00 Mo	
317	0,08	2,00	1,00	18,00-20,00	11,00-15,00	2,00-3,00 Mo	
317L	0,03	2,00	1,00	18,00-20,00	11,00-15,00	3,00-4,00 Mo	
321	0,08	2,00	1,00	17,00-19,00	9,00-12,00	3,00-4,00 Mo	
330	0,08	2,00	1,50	17,00-20,00	34,00-37,00		
347	0,08	2,00	1,00	17,00-19,00	9,00-13,00		
348	0,08	2,00	1,00	17,00-19,00	9,00-13,00		
Outros elementos adicionados são os seguintes: Fósforo é 0,03% no tipo 205; 0,06% max nos tipos							
201 e 202; 0,045% máx no tipo 301, 302, 302b, 304, 304L, 304N, 305, 308, 309, 309S, 310, 310S,							
314S, 316, 316N, 3016L, 317L, 321, 330,337 e 348; 0,20% máx nos tipos 303, 303(Se), e 316D,							
Enxofre é 0,03% máx nos tipos 201, 202, 205, 301, 302, 303B, 304, 304L, 304N, 305, 308, 309S,							
310, 310S, 314, 316, 316L, 316N, 317, 317L, 321, 330, 347 e 348; 0,15% máx nos tipos 303; 0,10%							
máx no tipo 316D.							

Tabela 1: Composição Química dos Aços Inoxidáveis Austeníticos [9]

# 2.3 Elementos de Liga e seus Efeitos

O desenvolvimento e aprimoramento dos processos de fabricação e refino de ligas metálicas viabilizou a fabricação de aços inoxidáveis com diferentes composições químicas. Os elementos de liga, que podem ser resultados dos processos de fabricação da liga ou adicionados intencionalmente devido suas influências na composição química do aço, são os principais responsáveis por alterar as propriedades físicas e químicas das fases das ligas metálicas.

Nesse tópico serão abordados os principais elementos de liga dos aços inoxidáveis austeníticos e sua influência.

#### • Carbono (C):

O carbono é o principal responsável pelo aumento na resistência mecânica do aço. Porém o carbono em altas quantidades pode ser prejudicial para as os aços inoxidáveis austeníticos por ser um elemento de liga intersticial que se difunde rapidamente na estrutura e concentra-se nos limites do grão, local preferencial para a precipitação de carbeto de cromo. Como resultado, o empobrecimento de cromo nesta região compromete a resistência à corrosão das ligas de aços inoxidáveis [10]. Por isso o uso de aços inoxidáveis austeníticos com baixo carbono, representados pelo índice "L" e com até 0,03% de C em sua composição, são preferidos e devem ter sua seleção priorizada sempre que possível [11]. A precipitação de carbetos de cromo será abordado no tópico 2.3.

#### • Cromo (Cr)

A adição de cromo nos aços inoxidáveis austeníticos, principalmente em concentrações superiores a 12% do peso, tem como principal objetivo proporcionar um aumento na resistência à corrosão para a liga, através de um efeito chamado passividade que cria uma película óxida na superfície do aço. A presença desse elemento na solução sólida é importante para dar maior estabilidade ao óxido. Valores altos desse elemento podem afetar negativamente algumas propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis austeníticos. A forte tendência de formação de carbeto de cromo, o  $M_{23}C_6$ , que consiste em um intermetálico, tende a causar uma redução localizada da resistência à corrosão. [12][13][14]

# • Níquel (Ni)

O níquel é o segundo elemento mais importante na formação do filme de óxido, principalmente em meios redutores e ácidos. O principal motivo de sua adição é por ser um elemento austenitizante, isto é, que promove a estabilização da fase austenítica no aço. Esse elemento também é adicionado quando se deseja obter uma maior resistência à corrosão sob tensão. [12][14]

#### • Manganês (Mn)

O manganês, assim como o Ni, também auxilia na estabilização da matriz austenítica, principalmente em baixas temperaturas onde ajuda a retardar a transformação de austenita em martensita. Outro motivo do emprego deste elemento é para anular o efeito de algumas impurezas no aço, como a sua forte tendência a se associar com o enxofre e formar o Sulfeto de Manganês (MnS). [10]

### • Molibdênio (Mo)

O molibdênio é normalmente adicionado pois aumenta a resistência à corrosão por pite e por frestas, devido o seu efeito ferritizante que ajuda na estabilidade da camada passiva do aço inoxidável. [14]

# • Nitrogênio (N)

O nitrogênio é adicionado principalmente devido a sua influência para retardar a cinética de formação de fases intermetálicas. Sua adição também contribui com a melhoria da resistência à corrosão por pites da liga. [14]

### • Silício (Si)

O silício contribui para a desoxidação no refino e, em concentrações superiores a 1% do peso da liga, contribui a formação da fase ferrítica. Também contribui para a resistência à corrosão e nas ligas resistentes ao calor aumenta a resistência à descamação do óxido em alta temperatura. [14]

A Tabela 2 mostra resumidamente os efeitos de alguns elementos de liga nas propriedades dos aços.

Tabela 2: Efeitos dos Elementos de Liga nas Propriedades do Material [1][3][10][13	3],
--	-----

Influência na propriedade	С	Mn	Р	S	Si	Ni	Cr	Мо	V	Al
Aumento na dureza	х	х	х		х					
Aumento da						×				
resistência ao impacto						×				
Redução da	v		v	v						
ductilidade	X		X	X						
Aumento da										
resistência em altas						х		х		
temperaturas										
Aumento da	v						v	v		
temperabilidade	~						X	X		
Ação desoxidante		х			х					х
Aumento da						×	v	v		
resistência à corrosão						X	Х	Х		
Aumento da							v			
resistência à abrasão							X			
Redução da	v			v						
soldabilidade	X			X						

adaptado.

### 2.4 Solidificação das Ligas Fe-Cr-Ni

A microestrutura da solda dos aços da série 300 difere em alguma extensão da microestrutura do metal de base. Os aços inoxidáveis austeníticos são ligas Fe-Cr-Ni e formam fase estável de austenita à temperatura ambiente. Isso se dá devido à adição de níquel na liga Fe-Cr que, como visto no tópico anterior, é um elemento austenitizante e sua adição resulta na expansão do campo austenítico da liga. [15]

É possível analisar a microestrutura da ZF com o auxílio do corte da seção vertical (pseudo-binária) do diagrama Fe-Cr-Ni para 70% em peso de ferro para em condições de equilíbrio, representado na Figura 3, é possível compreender inicialmente a metalurgia dos aços inoxidáveis austeníticos.



Figura 3: Diagrama Fe-Cr-Ni para 70% Fe [16]

A estrutura formada ao final do processo de solidificação leva em conta a temperatura inicial e a razão entre os teores de cromo e níquel. Dependendo desses fatores, a liga pode

começar formando ferrita, austenita ou uma mistura de ambas as fases. De modo geral são identificados quatro modos possíveis de solidificação, são eles: [13]

#### • Modo I

Esse modo ocorre para teores aproximados de 5 - 18% de Cr e 12 - 25% Ni, formando apenas austenita devido aos menores coeficientes de difusão dos elementos de liga [15], com uma morfologia dendrítica. Segundo Brooks e Thompsons [17] a relação de Cr/Ni deve ser inferior a 1,5.

### • Modo II

Inicialmente se formam dendritas de austenita, seguida do surgimento de ferrita eutética entre os braços dendríticos por efeito de segregação dos elementos que a promovem, terminando em uma composição de matriz austenítica e ferrita delta.

#### • Modo III

Neste modo as dendritas que solidificam primeiro são de ferrita e, devido uma reação peritética ou uma reação eutética envolvendo a região intermediária trifásica (Ferrita + Austenita + L), começa a formação de austenita na interface ferrita/líquido da liga. Essa é a morfologia mais comum encontrada em soldas de aços inoxidáveis austeníticos [15].

#### • Modo IV

A fase mais estável nesse modo é a ferrita, em tal grau que é a única fase solidificada. Esse processo normalmente ocorre apenas em ligas com composições químicas de aproximadamente 20 a 30% de Cr e 0 a 10% Ni. Segundo Brooks e Thompsons [17] a relação de Cr/Ni deve ser superior a 1,95 e é mais comumente encontrada em soldas de aços inoxidáveis duplex e superduplex [17].

A Figura 4 representa os modos de solidificação apresentados para uma liga Fe-Cr-Ni com um mesmo teor de cromo [13].



Figura 4: Corte da seção vertical do diagrama Fe-Cr-Ni 70% Fe com os modos de solidificação [13]

# 2.5 Métodos de Previsão da Microestrutura

### 2.5.1 Diagrama de Schaeffler

A proporção dos elementos químicos interfere diretamente na microestrutura formada no metal de solda, o que impacta no comportamento da junta soldada com relação a corrosão e dureza, por exemplo. Existem métodos capazes de prever a microestrutura formada no metal de solda relacionando a proporção de alguns elementos presentes, um dos mais empregados atualmente é o Diagrama de Schaeffler.

O Diagrama de Schaeffler é uma ferramenta que foi desenvolvida na década de 50 e que ainda hoje é bastante utilizada na soldagem de aços inoxidáveis. Utilizando os conceitos de cromo equivalente (Creq), composto por elementos de liga alfagênicos que visam estabilizar a ferrita, como o cromo, molibdênio, nióbio e silício e o conceito de níquel equivalente (Nieq), composto por elementos de liga gamagênicos, que tendem a estabilizar a austenita, como o níquel, o carbono, o nitrogênio e o manganês. A partir desses dois conceitos foi possível desenvolver o diagrama para possibilitar a avaliação do metal de solda. [16]

A Figura 5 mostra o Diagrama de Schaeffler, nela também podemos ver as equações de Creq e de Nieq usados para determinar a microestrutura resultante do metal de solda. [16]



Figura 5: Diagrama de Schaeffler [16]

Esse diagrama é o principal instrumento de previsão da microestrutura do metal de solda quando a composição química do mesmo é conhecida. Sua importância para os aços inoxidáveis é comparada à do diagrama Fe-C para os aços-carbono, porém as indicações do diagrama não devem ser levadas como absolutas e sim como referenciais.

# 2.5.2 Diagrama WRC-1992

Há diversos outros diagramas além do Schaeffler para prever a microestrutura de aços inoxidáveis austeníticos. Para o presente estudo vale ressaltar também o Diagrama WRC-1992, apresentado na Figura 6. Este é uma revisão do WRC-1988 onde considera-se a influência do cobre no cálculo do Nieq. O nome do diagrama refere-se ao *Welding Research Council* (WRC) e ao ano em que o conselho validou este diagrama como ferramenta para previsão do teor de ferrita nos aços inoxidáveis austeníticos, duplex e austeno-ferríticos [18].

O Diagrama WRC-1992 foi criado através de cerca de 1000 medições estatísticas de ferrita fornecidas por fabricantes de eletrodos, institutos de pesquisas e indústrias, com base em instrumentos magnéticos calibrados e a análise química das ligas. A seguir as Equações (1) e

(2) para o cálculo os teores de cromo equivalente (Creq) e níquel equivalente (Nieq), respectivamente [18].

$$Creq = \% Cr + \% Mo + 0.7(\% Nb)$$
(1)

$$Nieq = \%Ni + 35(\%C) + 20(\%N) + 0.25(\%Cu)$$
(2)

A diferença do Diagrama WRC-1992 para o Diagrama de Schaeffler é quanto aos elementos usados para calcular os equivalentes de cromo e níquel. Como pode-se ver pela Eq. (1) que o cálculo do cromo equivalente não considera a influência do silício e é considerado uma influência maior para o nióbio. Já o níquel equivalente, mostrado na Eq. (2), considera um peso maior do carbono, omite a influência do manganês e considera os elementos químicos nitrogênio e cobre.



Figura 6: Diagrama WRC-1992 para a zona fundida em aços inoxidáveis. A- Austenita; AF austenita/ferrita; FA - ferrita/austenita; F - ferrita [18]

É importante destacar que os valores de ferrita  $\sigma$  depende não apenas da composição química do material, mas também da velocidade de resfriamento do metal de solda [19].

# 2.6 Fases formadas nos aços inoxidáveis austeníticos

#### • Precipitação de Carbetos

Esse precipitado é mais encontrado nos aços inoxidáveis austeníticos, por isso são os mais estudados. Os carbetos,  $M_{23}C_6$ , onde M simboliza os elementos Cr, Fe, Mo e Ni, possuem estrutura CFC e surgem preferencialmente nos contornos de grão, podendo também aparecer nos contornos incoerentes de macla, nos contornos coerentes de macla e mais raramente no interior dos grãos. Apesar de contribuir para a ocorrência da corrosão intergranular, a presença desse precipitado melhora a ductilidade em fluência pois dificulta o escorregamento dos contornos de grão. [13]

Devido à dissolução do carbono ser um dos responsáveis pela formação desses carbetos, uma solução encontrada para reduzir a perda de resistência à corrosão dos aços inoxidáveis foi a reduzir o teor de carbono da liga, o que originou os aços de índice "L" (Low Carbon), comentados no tópico anterior. Outra medida para reduzir a ocorrência desse precipitado foi a adição de elementos de liga como Nb e Ti que possuem maior interação com o C do que o Cr, ou seja, o C tende a reagir com eles. [13]

É importante observar que os aços inoxidáveis austeníticos, estabilizados ou não, se submetem à uma dissolução parcial de M<sub>23</sub>C6 em longos períodos de envelhecimento. No caso dos aços não estabilizados a dissolução desse carbeto também pode ocorrer se houver uma quantidade considerável de precipitação de fases intermetálicas como a fase  $\sigma$ , fase  $\chi$  e fase Laves, que são fases deletérias com ocorrência mais frequente nos aços inoxidáveis austeníticos. [13] [8]

#### • Fase σ (Sigma)

Possuindo uma estrutura tetragonal, a precipitação dessa fase está diretamente ligada às condições de aquecimento, resfriamento e solidificação, sendo originada principalmente devido ao envelhecimento térmico ou também por meio de indução por radiação. Esse precipitado possui dificuldade de nucleação, o que faz com que a cinética de formação seja muito lenta, tendo como regiões preferenciais de ocorrência os contornos de grão e de macla. [13]

Para que haja precipitação da fase  $\sigma$  é necessário o empobrecimento de elementos intersticiais como carbono, boro e nitrogênio da matriz já que essa fase não dissolve tais

elementos, isso faz com que a precipitação de carbetos e das outras fases ocorram de forma prioritária. O grande fator que torna indesejável a presença dessa fase é contribuição da mesma para a redução de tenacidade e ductilidade da liga, aumentando o risco de fratura frágil. [13]

#### • Fase χ (Chi)

A composição desta fase se assemelha a da fase  $\sigma$  apresentando também diversas morfologias, entretanto, a fase  $\chi$  consegue dissolver o carbono e sua morfologia pode ser coerente com a matriz, diferentemente da fase  $\sigma$ . A fase  $\chi$  já foi encontrar em estruturas como Fe-Cr-Mo e também Fe-Cr-Ni-Ti e apesar de ter sido pouco estudada, seu efeito nas propriedades do material é considerado negativo. [13]

#### Fase Laves

A formação dessa fase acontece para relações elétron/átomo de 6,33 a 8 e a composição dessa fase vai depender da relação de raio atômico, ou seja, para o surgimento dessa fase são considerados fatores eletrônicos e geométricos. De acordo com a composição formada, a estrutura da fase pode ser hexagonal como MgZn<sub>2</sub> ou cúbica de face centrada (CFC) como o MgCu<sub>2</sub>. [13]

# 2.7 Tratamento Térmico de Solubilização

O processo de tratamento térmico para a solubilização é normalmente realizado em peças que apresentam segregação dos elementos de liga da matriz básica após o processo de fabricação, principalmente devido aos ciclos térmicos da soldagem. Por isso, a solubilização é indicada para evitar a corrosão intergranular devido à precipitação de carbonetos e também para recuperar as propriedades mecânicas da liga [20]. No caso do aço AISI 304L se trata do carbeto de cromo  $M_{23}C_6$ .

O tratamento de solubilização consiste em aquecer a peça à uma determinada temperatura suficiente alta para que aconteça a dissolução dos elementos de liga em solução sólida, eliminando os constituintes segregados e tornando a matriz mais homogênea. Após a dissolução, é realizado um resfriamento rápido para evitar a precipitação de intermetálicos [13][17][20].

Os objetivos da solubilização nos aços inoxidáveis são redução de dureza para facilitar a usinagem, redução de tensões geradas por processos de fabricação, melhorar o trabalho à frio, melhorar propriedades como ductilidade e tenacidade, ajustar tamanho de grão, ajustar a cristalografia e também para obter uma determinada microestrutura. No caso do aço AISI 304L, esse tratamento forma uma microestrutura na qual predomina a austenita, para este aço a faixa de temperatura de solubilização está entre 1010 °C e 1120 °C, conforme indicado na Tabela 3. [1]

Tipo	Temperatura (°C)				
301, 302, 3028	-				
303	1010 - 1120				
304, 306, 308	1010 - 1120				
304L	1010 - 1120				
309	1040 - 1120				
310	1040 - 1065				
314	1040 - 1120				
316	1040 - 1120				
317	1040 - 1105				
316L, 317L	1040 - 1105				
321	955 - 1065				
347, 348	980 - 1065				

Tabela 3: Faixa de temperatura para solubilização dos principais aços da família 300 [1]

# 2.8 Resistência Mecânica dos Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis austeníticos são os mais tenazes e dúcteis devido a sua estrutura CFC, diferentemente dos inoxidáveis ferríticos e inoxidáveis martensíticos, este último, por exemplo, possui alta dureza e resistência mecânica devido a presença da martensita em sua composição. Apesar de possuírem o melhor comportamento em resistência ao impacto de todos os tipos de aços inoxidáveis, os austeníticos podem apresentar um certo grau de fragilidade devido a presença de fases deletérias.[2]

Assim como os demais aços, os inoxidáveis também possuem uma dependência entre a propriedade da resistência mecânica e o processo que o material sofreu, térmico ou de conformação à frio ou à quente, por exemplo. Na Tabela 4 observa-se a diferença de comportamento mecânico do aço AISI 304L na condição de recozido e na condição de laminado à frio e recozido. Na Tabela 4 são comparadas as propriedades mecânicas de alguns aços da série 300.

Nome	Condição	UNS	Resistência a alongamento (MPa)	Resistência à tração (Mpa)	Alongamento (%)	Dureza
301	Recozido	S30100	205 min	515 min	40 min	95 Rb max
301	2D	S30100	320	850	49	88 Rb
304	Recozido	S30400	205 min	515 min	40 min	92 Rb max
304	Lam. quente	S30400	335	640	51	86 Rb
304	2D	S30400	265	625	55	81 Rb
304L	Recozido	S30403	170 min	485 min	40 min	92 Rb max
304L	2D	S30403	255	590	53	80 Rb

**Tabela 4**: Propriedades Mecânicas Mínimas do aço AISI 304 e 304L (2D: Laminado a frio erecozido) [21]

# 2.9 Resistência à Corrosão dos Aços Inoxidáveis

Corrosão pode ser definido como deterioração de um material, geralmente metálico, por alguma reação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos [22]. A resistência a corrosão é a capacidade de um material, metálico ou não metálico, de continuar com as suas características e propriedades em um meio corrosivo ou oxidante [3].

Existem diferentes tipos de corrosão, os principais modos de corrosão que ocorrem em aços inoxidáveis austeníticos estão listados abaixo, podendo estes ocorrerem isoladamente ou simultaneamente.

- 1. Corrosão uniforme: Quando há perda uniforme pela espessura do material;
- 2. **Corrosão por pites**: Corrosão extremamente localizada que acontece em ambientes salinos, gera pequenos furos com profundidade, podendo atravessar o material;
- Corrosão intergranular: Ocorre entre os diferentes grãos da microestrutura. A corrosão intergranular que se origina pela precipitação de carbetos de cromo nos contornos de grãos será descrito na seção 2.9;
- 4. Corrosão transgranular: Ocorre dentro do grão da microestrutura;
- 5. **Corrosão em frestas:** Ocorre devido a diferença de concentração de íons em um ambiente ocluso e confinado.
- Corrosão sob tensão (CST): Ocorre em algumas ligas devido a uma tensão constante aplicada a ela em um meio específico, fazendo o surgimento de trincas que podem gerar a ruptura parcial ou total do material.

A resistência à corrosão de um aço aços aumenta, de uma forma geral, com o teor de Cr e Mo, enquanto que a resistência à corrosão sob tensão aumenta com o teor de Mo e Ni.

# 2.9.1 Número de Resistência à Corrosão por Pites (PREN)

O número de resistência equivalente à corrosão por pites é uma maneira teórica de comparar a resistência a corrosão por pite de vários materiais diferentes, criando um ranking entre eles baseado apenas na sua composição química. [23]

A fórmula mais utilizada para o cálculo do PREN está descrita na equação (3). [24].

$$PREN = \%Cr + 3.3(\%Mo) + 16(\%N)$$
(3)

A partir dessa fórmula, pode-se observar o peso de cada elemento químico para a composição da resistência à corrosão por pite de um material. A Tabela 5 mostra alguns aços austeníticos e seus respectivos PREN.

Liga	Cr	Mo	Ν	PREN
304	17.5-19.5	NS	0.11max	17.5-20.8
304L	17.5-19.5	NS	0.12-0.22	19.4-23.0
316/316L	16.5-18.5	2.0-2.5	0.11max	23.1-28.5
316L (2.5% min Mo)	17.0-19.0	2.5-3.0	0.11max	25.3-30.7
316LN	16.5-18.5	2.0-2.5	0.12-0.22	25.0-30.3
904L	19.0-21.0	4.0-5.0	0.15max	32.2-39.9
Sanicro 28	24.0-26.0	3.0-4.0	0.11max	35.9-43.0
254SMO	19.5-20.5	6.0-7.0	0.18-0.25	42.2-47.6
1925hMo	19.0-21.0	6.0-7.0	0.15-0.25	41.2-48.1
4565S	24.0-26.0	4.0-5.0	0.30-0.60	42.0-52.1

**Tabela 5**: PREN de aços de microestrutura austenítica [24]

# 2.9.2 Passividade de Aços Inoxidáveis Austeníticos

O efeito da passividade é o que dá a característica de resistência à corrosão aos aços inoxidáveis. Esse fenômeno é resultado de uma reação química entre elementos do material e da atmosfera, que formam instantaneamente uma camada superficial que protege o material, a camada passiva. A formação dessa camada é amplamente discutida por pesquisadores e, devido suas características como uma espessura de até 30 Å (onde  $1\text{\AA} = 1 \times 10^{-10} \text{ m}$ ), formação instantânea e sua alta resistência mecânica, que dificultam o seu estudo e entendimento, há diferentes interpretações sobre a mesma.

A formação dessa camada passiva nos aços inoxidáveis resulta da reação o metal e a água. O produto dessa reação é um oxi-hidróxido de Cr e Fe, sendo a camada interna, próxima da superfície metálica, formada por óxido e a camada externa, próxima ao meio, formada predominantemente de hidróxido ou sal. Com o passar do tempo a camada de óxido tende a

aumentar e a camada de hidróxido permanece a mesma, causando o enriquecimento da camada passiva. A resistência dessa camada pode ser aumentada pela adição de cromo na liga. [8][9]

Essa camada passiva é formada sobre toda a superfície do material e é termodinamicamente estável, o faz com que ela não reaja com outros elementos para formar novos compostos [8]. Conforme indicado na Tabela 5, os elementos químicos de maior importância na formação desse filme protetor são o cromo, molibdênio e níquel.

Em geral, os aços inoxidáveis apresentam uma boa resistência à corrosão em meios oxidantes pois facilitam a formação e a conservação dos filmes passivos. A resistência destes materiais à corrosão é fraca em meios redutores que não possibilitam a formação destes filmes ou os destroem [9].

A passivação pode ser induzida pela a ação de ácidos fortemente oxidantes mas geralmente esse fenômeno ocorre de forma natural e instantânea, não necessitando de agentes para iniciar o processo [8], por isso, a camada passiva pode se regenerar caso a mesma seja removida por um arranhão ou outro tipo de dano, conforme representado na Figura 7.



Figura 7: Regeneração da camada passiva. (1) Camada passiva formada. (2) Camada passiva danificada. (3) Camada passiva regenerada. [25]

# 2.9.3 Corrosão Intergranular

Também conhecida como corrosão intercristalina, a corrosão intergranular ocorre na vizinhança dos contornos de grãos do material devido ao empobrecimento de cromo nestas regiões, causado pela precipitação de carbetos de cromo nos contornos dos grãos. No caso dos aços inoxidáveis austeníticos, principal carbeto precipitado é o M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Devido ao menor teor

de cromo torna-se mais suscetível à reação oxidante, essa área possui uma energia maior e por isso é uma zona mais reagente [8].

A diferença da resistência à corrosão entre a matriz e o contorno de grãos em aços sensitizados cria um caminho preferencial para a corrosão e torna-se possível observar que os grãos vão se destacando a medida que a corrosão se propaga pelo material, conforme mostra a Figura 8.



Figura 8: Corrosão intergranular. [4]

A dinâmica de sensitização dos aços inoxidáveis acontece durante o seu aquecimento entre 450°C e 850°C devido à tratamentos térmicos ou processo de soldagem [13]. Durante o aquecimento, o carbono, que é um elemento de liga intersticial, começa a se difundir para os limites do grão, se concentrando nos contornos de grão, causando o enriquecendo dessa região em carbono. Tal dinâmica acontece mais lentamente com o cromo, que se difunde mais lentamente que o carbono na austenita. O cromo se funde com o carbono nessas regiões, precipitando em forma de carboneto causando o empobrecimento de cromo nas regiões vizinhas, como demonstrado na Figura 9. É importante ressaltar que a fase sigma ( $\sigma$ ), descrita no próximo tópico, causa um efeito semelhante na liga e pode estar associada a sensitização, porém a corrosão resultante da sensitização pode não necessariamente ser uma corrosão no contorno do grão, podendo acontecer dentro das ferrita delta ( $\delta$ ) [16].

Para exemplificar o impacto do carbono no processo de sensitização de uma liga, um aço com 0,1% de carbono sensitiza em cerca de dois minutos à 650°C, na mesma temperatura outro aço, com a mesma composição química e uma redução de carbono do seu peso percentual

em carbono para 0,06% leva cerca de cinco vezes mais tempo. Quanto maior for o tempo de exposição na temperatura crítica ou maior for a quantidade de carbono, maior será o impacto da sensitização. [8]



Figura 9: Região Empobrecida de Cromo [9]

Para avaliar o grau de sensitização de juntas soldadas de aços inoxidáveis austeníticos, foco deste trabalho, são utilizados métodos eletroquímicos potenciodinâmicos (potencial cinéticos). Estes testes não-destrutivos tem como característica a rapidez com que são realizados em campo e são precisos o bastante para detectar mudanças estruturais em aços inoxidáveis com tratamento térmicos.

# 2.9.4 Teste Reativação Eletroquímica Potenciocinética (DL-EPR)

A técnica eletroquímica de reativação potenciométrica, conhecida como técnica DL-EPR (*Electrochemical Potentiokinetic Reactivation Technique*) com ciclo duplo (double loop) foi apresentado por Cíhal e desenvolvida por Novak como uma técnica rápida e não-destrutiva para estabelecer o grau de sensitização dos aços inoxidáveis austeníticos, conforme a norma ASTM G108. [26]

Os ensaios de DL-EPR, geralmente realizado com célula de 3 eletrodos e solução à base de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com adição de KSCN, se inicia com a amostra no potencial de circuito aberto. Após algum tempo para estabilização deste, inicia-se uma polarização no sentido anódico até um potencial no intervalo de passivação do aço, frequentemente 300 mVSCE. Em seguida, a

direção de varredura é invertida, e a amostra é polarizada, com a mesma velocidade de varredura, de volta ao potencial de circuito aberto. Obtêm-se, assim, duas curvas com pico, conforme apresentado na Figura 10. Na curva de polarização anódica, a densidade da corrente de pico é designada como Ia, e na de polarização catódica, que é uma curva de reativação, tem-se a densidade de corrente de pico Ir. [27]



Figura 10: Duplo Ciclo EPR (DL-EPR) [27]

No ensaio DL-EPR, a medida do grau de sensitização é feita por meio da relação entre as duas correntes de pico, isto é, pela relação Ir/Ia [27]. A Tabela 6 apresenta uma correlação de Ir/Ia com o grau de sensitização da norma ASTM A-262, proposta pelo British Standards Institution. [28]

Valor Ir/Ia	Interpretação do Grau de sensitização
< 0,01	Não sensitizado
0,01 a 0,05	Levemente sensitizado
>0,05	Sensitizado

Tabela 6: Correlação de Ir/Ia com o grau de sensitização [28]

### 2.10 Aço Inoxidável Austenítico AISI 304

O Aço AISI 304 (S30400) é um aço inoxidável austenítico cromo-níquel, não temperável, não magnético. É o aço mais utilizado e versátil entre os aços inoxidáveis [25]. Também conhecido como "18-8", por ter 18% de cromo e 8% de níquel em sua composição. Comparando com o aço AISI 410, o aço AISI 304 tem 6% a mais de cromo que o padrão estabelecido para aços inoxidáveis AISI 410, esse elemento de liga tem um efeito estabilizador que resulta em um campo de austenita estável e uma melhor resistência à corrosão.

Dentre suas características, o aço AISI 304 apresenta uma boa combinação de resistência à corrosão e à oxidação, boa ductilidade, conformação e soldabilidade. Tais fatores aliados a uma boa disponibilidade no mercado fazem com que esse aço inoxidável seja amplamente empregado na indústria, principalmente para a fabricação de equipamentos para hospitais, indústrias químicas, farmacêuticas e petroquímicas. [13]

Mesmo que ele tenha uma boa resistência à corrosão, ele não é o mais resistente entre os aços da família dos inoxidáveis austeníticos e a adição de elementos químicos abrem um leque de possibilidade devido aos ganhos em diversas propriedades. Na Figura 11, pode-se observar as modificações feitas a partir do aço AISI 304 com o intuito de atingir melhores propriedades. [29]



Figura 11: Aços Inoxidáveis Austeníticos. [29]

Um dos grandes problemas que acabam limitando a aplicação do AISI 304 é o seu teor de 0,08% de carbono (Tabela 7). Conforme descrito no tópico 2.8.1, esse aço está sujeito ao processo de corrosão intergranular, principalmente processos a altas temperaturas, como o processo de soldagem. Algumas técnicas de solda fazem com que esse problema seja minimizado e até mesmo evitado, mas se houver oxidação, outro aço deve ser usado, como o 304L [8].

Além do aço AISI 304L, há também o aço AISI 304N, que conta com adição de nitrogênio para melhorar a sua resistência à corrosão por pite e por fenda e o aço AISI 304H, para trabalhos a quente. [8]

### 2.10.1 Aço inoxidável austenítico AISI 304L

Como todo aço inoxidável da série AISI 300, o AISI 304 possui 0,08% de carbono em sua composição enquanto o AISI 304L possui até 0,03% [13], conforme mostra a Tabela 7. Como indicado pelo índice "L", o que difere a composição química entre o aço AISI 304 e o AISI 304L é somente a quantidade percentual de carbono na composição do peso total do aço. Essa diferença percentual impacta na resistência à corrosão intercristalina do aço e também faz com que o aço possa ser submetido a soldagem sem que aconteça a perda de sua passividade. Com isso, o aço AISI 304L aumenta a gama de aplicação do aço, tornando-o apto a ser utilizado em ambientes mais corrosivos e oxidantes. Devido a sua boa resistência intercristalina, o aço AISI 304L é utilizado principalmente em indústrias de alimentos, bebidas, nuclear e farmacêutica. [1]

С	Mn	Р	S	Si	Ni	Cr	Ν
máx.	máx.	máx.	máx.	máx.			máx.
0,08	2,00	0,045	0,030	0,75	8,00 -	18,00 -	0,10
					10,50	20,00	
0,03	2,00	0,045	0,030	0,75	8,00 - 10,50	18,00 - 20,00	0,10
	C máx. 0,08 0,03	C         Mn           máx.         máx.           0,08         2,00           0,03         2,00	C         Mn         P           máx.         máx.         máx.           0,08         2,00         0,045           0,03         2,00         0,045	C         Mn         P         S           máx.         máx.         máx.         máx.           0,08         2,00         0,045         0,030           0,03         2,00         0,045         0,030	CMnPSSimáx.máx.máx.máx.máx.0,082,000,0450,0300,750,032,000,0450,0300,75	CMnPSSiNimáx.máx.máx.máx.máx.máx.0,082,000,0450,0300,758,00 - 10,500,032,000,0450,0300,758,00 - 10,50	C máx.Mn máx.P máx.S máx.Si máx.Ni cCr0,082,000,0450,0300,758,00 - 10,5018,00 - 20,000,032,000,0450,0300,758,00 - 10,5018,00 - 20,00

 Tabela 7: Comparação da composição química entre aços AISI 304 e AISI 304L [13]

Devido a grande semelhança entre as composições químicas, é esperado que suas propriedades mecânicas também sejam semelhantes, como mostra a Tabela 8. Nota-se apenas uma leve redução no limite de escoamento devido a redução do carbono [9]. O principal motivo da escolha do AISI 304 em detrimento do AISI 304L é o valor.

Propriedades Mecânicas							
	0,2% Módulo de	Resistência à	Alongamento	Temperatura do tratamento			
	Elasticidade (MPa)	tração (MPa)	(%)	(resfriado em água) (°C)			
302	215	490-690	45	1050			
304	195	490-690	45	1050			
304L	185	470-670	45	1050			
304N	250	550	45	1025			
309	240	540	30	1120			
314	240	540	30	1120			
316	205	500-700	45	1075			
316L	195	480-680	45	1075			

 Tabela 8: Propriedades mecânicas dos principais aços da Série AISI 300

# 2.11 Processo GTAW

No processo de soldagem GTAW (Gas Tungsten Arc Welding), também conhecido como TIG (Tungsten Inert Gas), o calor necessário para efetuar a soldagem é oriundo de um arco elétrico. O arco elétrico é aberto entre a peça e um eletrodo não consumível de tungstênio. Durante o processo, a poça de fusão é protegida por uma atmosfera inerte. A soldagem GTAW pode ser utilizada em todas as posições de soldagem e em todos os tipos de juntas, a utilização de metal de adição é facultativa. O processo pode ser automático ou manual. A Figura 12(a) mostra os equipamentos envolvidos e a (b) o processo. [30]



Figura 12: Soldagem GTAW: (a) Equipamentos GTAW; (b) Vista frontal da soldagem [30]

A principal vantagem do processo GTAW é a elevada qualidade das soldas, exceto em materiais com baixo ponto de fusão. Além da elevada qualidade, outras vantagens como a possibilidade de ser automatizado, menor aquecimento da peça soldada, bom acabamento do cordão de solda, ausência de respingos, controle de penetração no passe de raiz e baixa sensibilização à corrosão intergranular, tornam esse método de soldagem excelente para os aços inoxidáveis austeníticos. [30]

A principal desvantagem quanto o processo de soldagem GTAW é a sua produtividade. Destaca-se também como desvantagem o maior custo comparado com outros processos e a necessidade de maior habilidade do soldador em soldagens manuais. [30]

Os aços inoxidáveis austeníticos normalmente são soldados através do método GTAW com utilização de corrente contínua e eletrodo negativo. [31]

# Capítulo 3

# 3. Materiais e Métodos

# 3.1. Material

O material utilizado como metal de base neste trabalho foi o aço inoxidável austenítico AISI 304L cedido pela Nuclebrás Equipamentos Pesados S.A. (NUCLEP), na forma de chapa laminada cortada e usinada nas seguintes dimensões: 165mm x 585 mm x 15 mm.

# 3.2. Procedimento de Soldagem

A solda foi realizada em uma junta de topo com chanfro em V em conformidade com as práticas recomendadas para soldagem GTAW, conforme a norma AWS C5.5-80. O processo de soldagem utilizado foi o GTAW convencional realizado por profissional qualificado. A Figura 13 mostra as dimensões geométricas da junta utilizada.



Figura 13: Geometria da junta utilizada no processo GTAW

A soldagem multipasses respeitou os 150°C de temperatura interpasse, verificada por pirômetro de contato, e o argônio com 99,9% de pureza foi utilizado como gás de proteção. Os parâmetros de soldagem foram medidos com multímetro aferido, nos terminais da fonte de energia, e são apresentados na Tabela 9. A velocidade de soldagem foi calculada a partir do tempo de arco aberto. A Figura 14 mostra os detalhes na execução da soldagem.

A energia de soldagem ( $E\Box$ ) foi inferior nos passes de raiz e não variou significativamente durante os passes de enchimento realizados, situando-se na faixa indicada na Tabela 9. A Tabela 10 mostra a composição química da vareta GTAW.

Tabela 9: Parâmetros de soldagem utilizados e energia de soldagem média

Processo	<b>\$</b> (mm)	Polaridade	Corrente (A)	Tensão (V)	E (kJ/mm)	Nº Passes
GTAW	1,5	CC-	80-150	11-15	0,802±0,2	18

 $\phi$  - diâmetro da vareta de soldagem; E $\Box$  - energia de soldagem

Tabela 10 - Composição química da vareta GTAW (% em peso). (Fe) balanço

Consumível	С	Mn	Si	S	Р	Cr	Ni	Мо
AWS A 5.9 ER 308L	0,022	1,800	0,400	0,003	0,020	19,700	9,100	0,030



Figura 14: Soldagem GTAW do AISI 304L

# 3.3. Corte e preparação das amostras

As amostras utilizadas nos ensaios foram obtidas a partir do corte das fatias das chapas soldadas nas seguintes dimensões: 60 mm x 6 mm x 15 mm, neste passo inicial da preparação, foi utilizada uma serra de fita horizontal Diplomat® 3001 modelo DPT-180, do Laboratório de Pesquisas de Usinagem (LABUS) do CEFET/RJ, com a qual os cortes foram realizados de forma transversal ao cordão de solda, gerando 12 amostras. A Figura 15(a) mostra a junta soldada antes do corte e a Figura 15(b) após o corte.



Figura 15: (a) Amostra Inicial; (b) Amostra cortada longitudinalmente

Para o desenvolvimento do trabalho, as amostras foram separadas em dois grupos. O grupo 1 composto das amostras que passariam pela análise metalográfica, permeabilidade magnética e ensaio de microdureza, e o grupo 2 das amostras que fariam o ensaio de corrosão. As amostras do grupo 1 passaram pelo processo convencional de embutimento, lixamento e polimento mecânico, ao passo que as amostras do grupo 2 foram destinadas à preparação de eletrodos de trabalho, que foram utilizados nos ensaios de DL-ERP, onde a fabricação se deu através da fixação de um fio de cobre na amostra da região de solda, embutimento a frio e lixamento. Todas as máquinas utilizadas para preparação das amostras foram do Laboratório de Materiais do CEFET/RJ (LAMAT).

#### **3.4.** Análise Química

O objetivo da análise química foi obter os teores dos principais elementos químicos presentes tanto no metal de solda quanto no metal de base. O método utilizado foi a

Espectrometria de Emissão Óptica. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Caracterização Microestrutural do Centro Tecnológico do Exército (CTEX), em corpos-de-prova extraídos do metal base e da junta soldada. A Figura 16 mostra o equipamento utilizado.



**Figura 16**: Espectrômetro de emissão óptica pertencente ao laboratório de Caracterização Microestrutural do Exército Brasileiro

# 3.5. Solubilização

O Tratamento foi realizado no Laboratório de Pesquisas de Soldagem do CEFET/RJ em um forno de atmosfera não controlada. As amostras foram tratadas a 1080 °C, dentro do intervalo de 1010 a 1120 °C, por 50 minutos e resfriadas bruscamente em água a temperatura ambiente. Durante o processo de solubilização a temperatura do forno foi controlada por um termômetro acoplado ao forno.

# 3.6. Envelhecimento Térmico

Para simular os efeitos do trabalho em altas temperaturas pelo aço AISI 304L, as amostras foram aquecidas para acelerar o processo de sensitização que tende a acontecer na liga. O tratamento de envelhecimento térmico foi feito em um forno do Laboratório de Pesquisas de Soldagem do CEFET/RJ a uma temperatura de 600 °C por 6 e 12 horas, tanto nas

amostras que passaram pelo processo de solubilização quanto nas que não passaram. As amostras foram resfriadas bruscamente em água a temperatura ambiente para evitar a precipitação de fases intermetálicas [20]. Durante o tratamento de envelhecimento a temperatura do forno foi controlada através de um termômetro acoplado ao forno.

# 3.7. Análise Microestrutural

# 3.7.1 Microscopía Óptica

As seis amostras do grupo 1 foram analisadas no microscópio ótico Olympus modelo BX60M, do Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ, mostrado na Figura 17. A preparação das amostras consistiu na técnica convencional de lixamento e polimento mecânico seguido de ataque químico para revelar a microestrutura. O ataque químico utilizado foi com o reagente de Behara, que consiste em uma solução aquecida composta de 20 ml de HCl em 100 ml de H<sub>2</sub> O destilada + 0,3 a 0,6g de metabissulfito de potássio. Cada amostra foi imersa nessa solução por 20 segundos. O objetivo deste ataque é revelar as fases ferrita ( $\delta$ ) e austenita ( $\gamma$ ), caracterizando as mudanças microestruturais nas amostras.



Figura 17: Microscópio Óptico do Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ

# 3.7.2 Permeabilidade Magnética

A permeabilidade Magnética ( $\mu$ ) descreve a interação do material com um campo magnético e estabelece uma relação constitutiva entre a indução magnética B resultante e o campo magnetizante H aplicado, isto é,  $\mu$  = B/H. A partir desse princípio, torna-se possível quantificar a decomposição da ferrita  $\delta$ , que ocorre devido à precipitação de fases intermetálicas através da utilização do ferritoscópio, cuja medida é baseada na permeabilidade magnética da fase ferrítica. [32]

As amostras foram analisadas com o ferritoscópio Helmut Fischer® FMP30 (Figura 18) cedido pela NUCLEP, através do equipamento, foram obtidos valores percentuais de teor de ferrita para amostras soldadas por GTAW, submetidas a todos os tratamentos térmicos propostos.



Figura 18: Ferritoscópio Helmut Fischer FMP30 cedido pela Nuclebrás Equipamentos Pesados - NUCLEP

# 3.8. Ensaio de Microdureza

A propriedade mecânica analisada foi a dureza. Para tal, foram realizados ensaios de microdureza Vickers para identificar os efeitos de cada tratamento térmico na dureza da junta soldada. O equipamento utilizado foi o microdurômetro modelo 422MVD da empresa Instron Wilson® do laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ, mostrado na Figura 19.



Figura 19: Microdurômetro Wilson Instruments® 422MVD

Cada amostra do grupo 1 teve um total de 6 indentações, começando da superfície do metal de solda até a sua raiz, conforme apresentado na Figura 20. Foi mantido uma distância de 2 mm das bordas das peças e cada indentação foi espaçada em 2,2 mm entre si. O microdurômetro foi configurado para aplicar 4,9N (0,5gf) de carga por um período de 15 segundos em cada indentação.



Figura 20: Localização dos ensaios de microdureza no metal de solda

# 3.9. Ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC)

A avaliação da susceptibilidade do material à corrosão intergranular, ou seja, o seu grau de sensitização, em todas as condições, foi realizada por testes de polarização eletroquímica de reativação cíclica (PERC ou "DL-ERP"), utilizando um potenciostato galvanostato Autolab modelo PGSTAT204 e o software NOVA 2.1, pertencente ao Laboratório de Materiais (LAMAT), do CEFET/RJ (Figura 21). A célula eletroquímica empregada consistiu de um eletrodo de trabalho, um contra eletrodo de platina e um eletrodo de referência de calomelano saturado (Figura 22), conforme a norma ASTM G108. [26]



Figura 21: Potenciostato Autolab PGSTAT204



Figura 22: Arranjo da célula eletroquímica

Nos ensaios de DL-EPR foi utilizado uma solução aquosa, segundo norma ASTM G108 [26], contendo  $0.5M H_2 SO_4 + 0.01M KSCN$ . Os eletrodos de trabalho foram lixados até lixa de granulometria 400. As laterais e vértices do corpo de prova foram cuidadosamente recobertas com esmalte incolor, selecionando sempre uma janela de 5x5 mm de exposição localizada nos passes de enchimento pelo processo GTAW, ou seja, no centro do metal de solda, conforme apresentado na Figura 23. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente (25°C). A varredura foi iniciada em alguns minutos após a estabilização do potencial de circuito aberto. Em seguida, o potencial foi aumentando no sentido anódico com uma taxa de 1mV/s até atingir 300 mVSCE. Atingindo este valor, a varredura foi invertida no sentido catódico, até retornar ao valor inicial do potencial de circuito aberto. A perda de resistência à corrosão devido às regiões empobrecidas em cromo, foi avaliada a partir da relação entre o pico da corrente de reativação (Ir) e de corrente de ativação (Ia) na varredura anódica, como apresentado no item 2.9.4. Os dados gerados pelos ensaios foram exportados e tratados no software OriginPro® versão 8.



Figura 23: Amostra preparada para PERC

# Capítulo 4

# Resultados e Discussão

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos experimentalmente durante o desenvolvimento deste trabalho e discutidos com base na revisão bibliográfica do assunto. A discussão seguirá a sequência: Macrografia, Análise química, microestrutural, percentual de ferrita, microdureza e Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC).

# 4.1 Macrografia

Realizada uma inspeção visual, foi possível constatar que a junta soldada pelo processo GTAW não possui defeitos operacionais ou metalúrgicos. Também não foram encontrados poros, inclusão de escória, trincas ou qualquer tipo de defeito ou descontinuidade. A macrografia da junta soldada pode ser observada na Figura 24.



Figura 24: Macrografia da junta soldada. Ataque: Ácido oxálico 10%

# 4.2 Análise Química

A Tabela 11 apresenta os principais elementos químicos presentes do metal de base e do metal de solda, determinados por análise química por espectrometria de emissão óptica por centelha conforme descrito no item 3.4.

**Tabela 11**: Composição química do metal de base e do metal de solda GTAW (% em peso).(Fe) balanço.

Amostra	С	Mn	Si	S	Р	Cr	Ni	Мо
Metal Base	0,0164	1,29	0,53	0,004	0,036	18,4	9,45	0,113
GTAW	0,0127	1,58	0,55	0,013	0,025	19,7	10,10	0,030

A Figura 25 compara a composição química do metal de base, metal de solda e vareta GTAW, é possível verificar que no metal de solda os teores de cromo e de molibdênio são iguais aos teores presentes na composição do metal de adição, o que pode ser justificado devido à baixa diluição no procedimento de soldagem GTAW [30]. Também se pode notar um aumento no teor de enxofre depois do processo de soldagem, provavelmente proveniente da contaminação da vareta GTAW ou do ambiente, todavia, o aumento não é considerado prejudicial à junta pois o valor alcançado não ultrapassa o limite aceitável para o material.



Figura 25: Gráfico comparativo da composição química do metal de base, metal de solda e a vareta utilizada pelo processo de solda GTAW

A partir dos valores apresentados na Tabela 12, é possível prever a microestrutura da junta soldada utilizando os métodos do Diagrama de Schaeffler e Diagrama WRC-1992, apresentado nos tópicos 2.5.1 e 2.5.2 deste trabalho, respectivamente. A Tabela 12 mostra os valores do cromo equivalente e níquel equivalente que serão utilizados para a previsão em ambos os métodos, usando os valores da tabela 11. As equações utilizadas para os cálculos do cromo e níquel equivalente do Schaeffler estão na Figura 5 e para o WRC-1992 foram utilizados as Eq. (1) e Eq. (2).

Schaeffler	Metal Base	GTAW
Creq	19,3%	20,8%
Nieq	10,6%	11,0%

 Tabela 12: Valores para cromo e níquel equivalentes para os métodos dos Diagrama de

 Schaeffler e WRC-1992

WRC-1992	Metal Base	GTAW
Creq	18,5%	20,0%
Nieq	10,0%	10,5%

A Figura 26 mostra os valores de cromo e níquel equivalentes do metal de solda pelo processo de GTAW aplicados no diagrama de WRC-1992. Analisando o diagrama podemos observar que o modo de solidificação esperado para a junta soldada do AISI 304L é o modo IV (F), porém o tópico Solidificação das Ligas. indica que esse modo ocorre em aços com com uma relação Cr/Ni maior de 1,95, como os aços duplex e superduplex.



Figura 26: Diagrama de WRC-1992 com os valores obtidos no S-OES para o metal de solda pelo procedimento GTAW

Os pesquisadores SUUTALA e MOISIO [33], através de métodos experimentais em mais de 50 juntas soldadas de aços inoxidáveis austeníticos da Série AISI 300, desenvolveram um diagrama semelhante utilizando os mesmos valores de cromo e níquel equivalente do WRC-1992 [33]. A Figura 27 mostra esse diagrama com os valores de cromo e níquel equivalentes aplicados. Este diagrama indica que o modo de solidificação é o modo III, que condiz com a descrito para tal modo no tópico Solidificação das Ligas.



Figura 27: Diagrama de SUUTALA e MOISIO para solidificação de ligas Fe-Cr-Ni com os valores equivalentes do metal de solda GTAW plotados.

# 4.3 Análise da Microestrutura

A Tabela 13 apresenta os aspectos microestruturais por MO das amostras nas condições analisadas. É possível observar que a microestrutura do metal de solda, na condição como soldado consiste em austenita ( $\gamma$ ) e ferrita ( $\delta$ ). Observa-se que a ferrita possui morfologia dendrítica, conforme esperado e indicado no tópico 2.4 para a solidificação de ligas Fe-Cr-Ni modo III. Também é possível observar que as amostras solubilizadas apresentam menor quantidade de ferrita e o aspecto da ferrita também difere das amostras não solubilizadas, devido à dissolução e esferoidização da mesma após o tratamento de solubilização. As imagens também mostram possíveis precipitações de fases intermetálicas (FI) na ferrita ( $\delta$ ) em todas as amostras analisadas.



Figura 28: Comparação das micrografias obtidas por microscopia óptica (MO). Ataque:

Behara

# 4.4. Análise do Percentual de Ferrita

A Figura 28 mostra a variação do teor de ferrita ( $\delta$ ) do metal de solda GTAW nas condições analisadas neste trabalho. O teor de ferrita ( $\delta$ ) no metal de solda na condição como soldado foi de 7,5%±1,6, o tratamento térmico de solubilização provocou uma redução desse percentual para 1,1%±0,3, tal fato se deve ao efeito deste tratamento que pode eliminar a precipitação de fases intermetálicas que surgem devido aos sucessivos ciclos térmicos durante a soldagem e bem como dissolver parte da ferrita ( $\delta$ ). [30].

Fazendo uma comparação entre as amostras solubilizadas e envelhecidas por 12 horas (TS612) e 24 horas (TS624), nota-se que não houve grande variação do teor de ferrita ( $\delta$ ), com um percentual em torno de 0,5%.



**Figura 29**: Variação do teor de ferrita ( $\delta$ ) do metal de solda com o tempo de envelhecimento

# 4.5. Análise da Microdureza

A Figura 29 apresenta as microdurezas médias de todas as condições estudadas. Verifica-se que quando comparadas as amostras não solubilizadas, as solubilizadas apresentam uma grande redução de microdureza média, tal fato se deve à dissolução dos precipitados e da ferrita ( $\delta$ ). Também é possível observar que o envelhecimento térmico não provocou variação significativa na microdureza média das amostras solubilizadas e não solubilizadas.



Figura 30: Microdurezas médias das amostras analisadas

# 4.6. Análise do ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC)

A Tabela 14 apresenta as curvas obtidas nos ensaios PERC, em todas as condições analisadas. Os resultados indicam que apenas a amostra não solubilizada e envelhecida à 600 °C por 24 horas se encontra levemente sensitizada, com grau de sensitização 0,02. Nas demais amostras os graus de sensitização foram inferiores à 0,01, mostrando que não houve sensitização, conforme indicado pelo British Standards Instituition. [28]



Figura 31: Comparação das curvas obtidas nos ensaios PERC

# Capítulo 5

# Conclusões

A análise e comparação dos resultados nas amostras com tratamentos de solubilização e envelhecimento térmico a 600° C por 12 e 24h para a microestrutura, dureza e grau de sensitização da junta soldada do aço inoxidável AISI 304L, permitiu as seguintes conclusões:

- A utilização do método de previsão pelo Diagrama WRC-1992 para microestrutura da zona fundida propôs o modo de solidificação como Modo IV, porém esse modo de solidificação não é coerente. A modificação do diagrama proposto por SUUTALA e MOISSIO com base em experimentos se mostra mais coerente ao indicar o modo III. Este modo de solidificação é coerente com o indicado pela bibliografia e com o encontrado na análise da microestrutura.
- Na permeabilidade magnética foi notada a dissolução da ferrita nas amostras solubilizadas, onde os teores deste elemento foram bastante reduzidos, convergindo com os resultados apresentados nas análises por microscopia óptica.
- 3) O efeito do tratamento de solubilização tem grande impacto na microdureza do metal de solda do aço AISI 304L soldado pelo método GTAW. Já o processo de envelhecimento térmico a 600 °C por períodos de 12 e 24 horas não apresentaram impactos singinificativos na microdureza deste.
- O metal de solda em aço AISI 304L somente sofreu leve sensitização na condição de não solubilizado e envelhecimento por 24 horas.
- 5) O processo de solubilização reduziu consideravelmente o grau de sensitização (GDS) das amostras que sofreram envelhecimento térmico a 600 °C, demonstrando que o processo de solubilização contribui para evitar ou diminuir a sensitização do material.

# Capítulo 6

# Sugestões para trabalhos futuros

Esse capítulo visa sugerir a criação de novos projetos e pesquisas para dar continuidade aos estudos aqui iniciados a respeito do aço inoxidável AISI 304L e suas propriedades de resistência à corrosão. Com os resultados dos ensaios e análises realizados neste trabalho, abaixo estão listadas algumas propostas para trabalhos futuros:

Avaliar os efeitos dos processos de solubilização e envelhecimento a 600 °C por 6 e
 horas na tenacidade do metal de solda do aço AISI 304L pelo processo GTAW.

2) Avaliar o efeito do envelhecimento térmico no metal de solda do aço AISI 304L para maiores tempos e em maiores temperaturas.

3) Estudo da diferença na resistência à corrosão dos metais de solda do aço AISI 304L pelo processo GTAW e SMAW.

4) Realizar estudos por microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas condições deste trabalho, para melhor caracterização das fases intermetálicas precipitadas.

# **Referências bibliográficas**

[1] CHIAVERINI, V. Aços e Ferros Fundidos, 7 ed. ABM, 2005

[2] AMERICAN WELDING SOCIETY. Welding Handbook. Miami: AWS, v. 4, 8a ed, 2002.

[3] CALLISTER, J. . W. D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 7 ed.Rio de Janeiro: LTC, 2008.

[4] LALGUDI V. R. Corrosão e Seu Controle. Hemus, 1997

[5] FOLKHARD, E. Welding Metallurgy of Stainless Steels. Springer-Verlag Wien, New York, 1988.

[6] CARBÓ, H M. Aço Inoxidável Aplicações e Especificação, São Paulo: Acesita 2001.
 Disponível em:< http://www.nucleoinox.org.br>. Acesso em: 07 Jun. 2018.

[7] SILVA, A. L. V. D. C. E.; MEI, P. R. E. Aços e Ligas Especiais. São Paulo: Blucher,2008.

[8] SCHWEITZER, P. A. Fundamentals of metallic Corrosion. Atmospheric and media Corrosion of Metals. Corrosion Engineering Handbook. CRC. New York. 1996.

[9] KHATAK, H. S.; RAJ, B. Corrosion of Austenitic Stainless Steels: Mechanism,Mitigation and Monitoring. UK: Woodhead Publishing Limited, 2002.

[10] SOUZA, S. A. D. Composição Química dos Aços. São Paulo: Edgar Blucher, 2009.

[11] ASHBY, M.F.; JONES, D.R.H. **Engenharia de Materiais, Volume I**, 3 ed, Tradução de Arlete Smille Marques, Rio de janeiro: Elsevier, 2007

[12] MODENESI, J. P. **Descontinuidades e Inspeção em Juntas Soldas**. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Minas Gerais: 2001.

[13] PADILHA, A. F. Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e propriedades,
2ed. São Paulo: Hemus, 2007

[14] HIGGINS, R.A. Propriedades e Estruturas dos Materiais em Engenharia, SãoPaulo: Difel 1982

[15] MODENESI, J. P. Soldabilidade dos aços Inoxidáveis. São Paulo, SENAI-SP, 2001.

[16] LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. EUA: John Wiley & Sons, Inc, 2005.

[17] BROOKS, J.A. Thompson, A.W. "Microstructural Development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds". International Material Reviews, 36, 1991.

[18] LAKE, F. A New Constitution Diagram For Predicting Ferrite Content ofStainless Steel Weld Metals. Materials & Design, Hanover, PA 17331, EUA, 14, 1993.

[19] DELONG, T. W. **"Ferrite in Austenitic Stainless Steel Weld Metal"**. Welding Journal. v.53, n.7, 1974.

[20] SILVA, G.F; TAVARES, S.S.M.; PARDAL, J.M.; SILVA, M.R.; ABREU, H.F.G.
"Influence of Heat Treatments on Toughness and Sensitization of a Ti-Alloyed Supermartensitic Stainless Steel". Journal of Materials Science. vol. 46. P. 7737 – 7744, 2011.

[21] MCGUIDE, M. F. Stainless steels for design engineers. Ohio: ASM International,2008.

[22] GENTIL, V. Corrosão. 3 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011.

[23] GEMELLI, E. Corrosão de Materiais Metálicos e sua Caracterização. 1 ed. São Paulo: LTC, 2001.

[24] GUNN, Robert N. Duplex Stainless Steels: Microstructure, Properties and Applications. Cambridge, England: Abington Pub, 1997.

[25] SHEFFIELD R. C. Pickling and Passivating Stainless Steel, 2 ed. Materials and Applications Series, Vol. 4. UK, 2007

[26] ASTM INTERNATIONAL. G 108. Standard Test Method for Electrochemical Reactivation (EPR) for Detecting Sensitization of AISI Type 304 and 304L Stainless Steels, 2010.[1] [2]

[27] HERCULANO, L. F. G. Desenvolvimento de uma metodologia de ensaio eletroquímico não destrutivo para avaliação da sensitização nos aços inoxidáveis austeníticos. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Ceará, 2004.

[28] BRITISH STANDARDS INSTITUTION. ASTM A-262 Corrosion of Metals and alloys: electrochemical potentiokinetic reactivation measurement using the douple loop method (based on Cihal's method). London: BSI, 2008

[29] SCHWEITZER, P.A. Corrosion Resistance Tables, Vols. 1–4, 5th ed., New York: Marcel Dekker. 2004

[30] EMÍLIO, W.; BRANDI, S.D.; MELLO, F. D. H. Soldagem - Processos eMetalurgia; editora Edgar Blucher Ltda, 1995.

[31] AWS C5.6-89: Recommended Practices for Gas Metal Arc Welding. 1979.

[32] P.A.G. DIAS; L.P.SILVA NETO; J.O. ROSSI. Caracterização de

Propriedades Magnéticas de Ferritas em Alta Frequência, São José dos Campos, SP, p. 49
- 53, setembro 2014. ISSN ISSN:1983 7402

[33] SUUTALA, N.; MOISIO, T. "Solidification Technology in the Foundry and Cast House." Coventry: Metals Society, 1980.

[34] ISO 12732:2008(E): Corrosion of metals and alloys - Electrochemical
 potentiokinetic reactivation measurement using the double loop method (based on
 Cíhal's method). Suíça, 2006.

[35] TEKIN, A.; MARTIN, J.W.; SENIOR, B.A. "Grain Boundary Sensitization and Desensitization During The Ageing of 316L (N) Austenitic Stainless Steels." Journal of Materials Science. vol. 26. P. 2458-2466, 1991.