

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

**Influência dos Tratamentos de Solubilização e
Envelhecimento Térmico na Resistência à Corrosão
do Aço Inoxidável AISI 317L**

João Paulo Poyares de Mello Bhering

Leonardo Samir Severiano do Prado

Thales Silva Rabello de Souza

Professor Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.

Rio de Janeiro

Junho de 2019

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

**Influência dos Tratamentos de Solubilização e
Envelhecimento Térmico na Resistência à Corrosão
do Aço Inoxidável AISI 317L**

João Paulo Poyares de Mello Bhering
Leonardo Samir Severiano do Prado
Thales Silva Rabello de Souza

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

Professor Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.

**Rio de Janeiro
Junho de 2019**

CEFET/RJ – Sistema de Bibliotecas / Biblioteca Central

B575 Bhering, João Paulo Poyares de Mello
Influência dos tratamentos de solubilização e envelhecimento
térmico na resistência à corrosão do aço inoxidável AISI 317L /
João Paulo Poyares de Mello Bhering, Leonardo Samir Severiano
do Prado [e] Thales Silva Rabello de Souza.—2019.
xii, 55f. : il. (algumas color.) , grafs. , tabs. ; enc.

Projeto Final (Graduação) Centro Federal de Educação
Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2019.
Bibliografia : f. 53-55
Orientador : Humberto Nogueira Farneze

1. Engenharia mecânica. 2. Corrosão. 3. Aço inoxidável
austenítico. 4. Resistência dos materiais. I. Prado, Leonardo Samir
Severiano do. II. Souza, Thales Silva Rabello de. III. Farneze,
Humberto Nogueira (Orient.). IV. Título.

CDD 620.1

Elaborada pela bibliotecária Mariana Oliveira CRB-7/5929

DEDICATÓRIA

Dedicamos esse trabalho aos nossos pais e professores pelos ensinamentos e por todo apoio que eles nos deram ao longo da nossa formação pessoal, acadêmica e profissional.

AGRADECIMENTOS

Ao CEFET/RJ pelo seu corpo docente, direção e administração, que foram fundamentais para a nossa formação.

Ao nosso orientador e grande amigo, o Professor Humberto Nogueira Farneze (D.Sc.) por todo o conhecimento transmitido, e por ser um orientador sempre presente e atencioso.

Agradeço à minha família. Em especial, aos meus pais, Albina Poyares de Mello Bhering e Silvio Barge Bhering, e aos meus irmãos Pedro Poyares de Mello Bhering e Ana Clara Poyares de Mello Bhering, que sempre estiveram ao meu lado me apoiando ao longo de toda a minha trajetória. [João Paulo]

Agradeço também aos meus amigos e professores por fazerem parte de forma tão importante na minha trajetória pessoal e profissional. [João Paulo]

Agradeço imensamente aos meus pais, Samir Francisco de Assis do Prado (em memória) e Terezinha Severiano do Prado, por todos os ensinamentos e por todo esforço e dedicação para que esse sonho fosse possível. [Leonardo]

Aos meus irmãos, Rodrigo Severiano do Prado, Raytsa Cecilia Severiano do Prado e Davi Emanuel Severiano do Prado por estarem ao meu lado em todos os momentos da minha vida. [Leonardo]

À minha avó, Terezinha do Prado, por toda a contribuição para o meu desenvolvimento pessoal desde que eu era apenas uma criança. [Leonardo]

A todos os meus tios e primos que estiveram comigo em muitos momentos ao longo da minha vida. [Leonardo]

A todos os meus professores, desde a educação infantil até o ensino superior. Sempre serei grato por todos os ensinamentos que eu recebi de cada um, mesmo aqueles que não estão nos livros, que contribuíram significativamente para a minha formação pessoal e acadêmica. [Leonardo]

Agradeço imensamente aos meus pais, Omar e Sheyla, à minha irmã, Lara, por apoio e confiança e por proporcionarem o privilégio de só precisar estudar. [Thales]

Aos meus avós, tios, familiares que fizeram parte da minha formação como um todo e tiveram entendimento dos momentos em que não pude estar presente para que isso acontecesse.

[Thales]

A todos meus professores e colegas de turma por contribuírem nesse processo desde a educação básica. [Thales]

RESUMO

Os aços inoxidáveis austeníticos formam o maior grupo de aços inoxidáveis em uso, representando cerca de 65 a 70% do total produzido. Nesse grupo, destaca-se o desenvolvimento do aço inoxidável AISI 317L, que possui boa soldabilidade e boa resistência à fluência, o que faz com que ele possua diversas aplicações nas indústrias de processos. Esse aço é muito utilizado para confecção de tubos e de revestimentos tipo “clad” empregados nas refinarias. Porém, apesar das qualidades inerentes ao aço AISI 317L, seu uso na indústria de processo esbarra em problemas metalúrgicos. Quando exposto a determinadas temperaturas, algumas fases deletérias podem precipitar, o que poderá prejudicar as propriedades mecânicas e de corrosão dessas ligas, além de gerar instabilidade microestrutural desse aço. Neste contexto, o presente trabalho buscou respostas para os questionamentos que envolvem os aspectos da exposição em elevadas temperaturas e a influência dos tratamentos de solubilização e envelhecimento térmico na resistência à corrosão do aço inoxidável austenítico AISI 317L. Nesse estudo foram realizados os tratamentos de solubilização à 1070°C por 40 minutos e envelhecimento térmico à 600°C por 192 horas. Posteriormente foram realizadas caracterizações microestruturais por microscopia ótica (MO) e permeabilidade magnética. As propriedades mecânicas foram avaliadas por ensaios de microdureza. A resistência à corrosão foi avaliada por ensaios de polarização eletroquímica de reativação cíclica (PERC) e ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica. Com isso foi possível avaliar, além da microestrutura do material, as suas propriedades mecânicas, a susceptibilidade do material à corrosão por pites, e o seu grau de sensitização. Pelos resultados obtidos foi possível constatar que as amostras tratadas termicamente não sofreram sensitização. Foi observado que as amostras solubilizadas apresentaram resistência à corrosão por pites superior às demais amostras deste estudo. E evidenciou-se, também, inferior resistência à corrosão por pites nas amostras envelhecidas. Sendo assim, foi possível concluir que o tratamento térmico de solubilização influenciou positivamente, e o tratamento de envelhecimento térmico influenciou negativamente a resistência à corrosão por pite do aço inoxidável AISI 317L.

Palavras-chave: AISI 317L, Solubilização, Sensitização, Corrosão por Pites.

ABSTRACT

Austenitic stainless steels form the largest group of stainless steels in use, accounting for about 65 to 70% of the total produced. In this group, the development of stainless steel AISI 317L stands out, which has good weldability and good creep resistance. Therefore, it has several applications in the process industries. This steel is widely used for making pipes and clad type coatings used in refineries. However, despite the inherent qualities of AISI 317L steel, its use in the process industry faces some metallurgical problems. When exposed to certain temperatures, some deleterious phases may precipitate, which may impair the mechanical and corrosion properties of these alloys, besides generating microstructural instability of this steel. In this context, the present work sought answers to the questions that involve the aspects of the exposure at high temperatures and the influence of the solubilization and thermal aging treatments on the corrosion resistance of AISI 317L austenitic stainless steel. In this study, the solubilization treatments were carried out at 1070°C for 40 minutes and thermal aging at 600°C for 192 hours. Subsequently, microstructural characterizations were performed by optical microscopy (OM) and magnetic permeability analysis. The mechanical properties were evaluated by microhardness tests. The corrosion resistance was evaluated by Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation (DL-EPR) test, and cyclic potentiodynamic test. This way, it was possible to check, besides the microstructure of the material, its mechanical properties, the susceptibility of the material to pitting corrosion, and its degree of sensitization. It was possible to verify that the thermally treated samples were not sensitized. It was observed that the solubilized samples showed a higher pitting corrosion resistance than the other ones. Also, it was observed lower resistance to pitting corrosion in the aged samples. Therefore, it was possible to conclude that the solubilization heat treatment has influenced positively, and the thermal aging treatment has influenced negatively the pitting corrosion resistance of AISI 317L stainless steel.

Keywords: AISI 317L, Solubilization, Sensitization, Pitting Corrosion.

SUMÁRIO

1. Introdução	1
1.1. Motivação	2
1.2. Justificativa	2
1.3. Objetivo do trabalho	3
1.4. Metodologia	3
1.5. Organização do trabalho	4
2. Revisão bibliográfica	6
2.1. Aços Inoxidáveis Austeníticos	6
2.2. O Aço Inoxidável Austenítico AISI 317L	7
2.3. Elementos de Liga e seus Efeitos	8
2.3.1. Cromo (Cr)	9
2.3.2. Níquel (Ni)	10
2.3.3. Carbono (C)	10
2.3.4. Silício (Si)	11
2.3.5. Manganês (Mn)	11
2.3.6. Molibdênio (Mo)	11
2.4. Microestrutura do Aço Inoxidável Austenítico	12
2.5. Principais Fases Formadas Durante o Envelhecimento Térmico	14
2.5.1. Carbeto	14
2.5.2. Fases intermetálicas	16
2.6. O Tratamento de Solubilização	19
2.7. Resistência Mecânica do Aço Inoxidável Austenítico	22
2.8. Resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos	23
2.8.1. Passividade	24
2.8.2. Corrosão Intergranular	25
2.8.3. Corrosão por pites	27
3. Materiais e Métodos	32
3.1. Material	32
3.2. Preparação das amostras	32
3.3. Procedimentos de Solubilização	33

3.4.	Envelhecimento Térmico	33
3.5.	Análise Microestrutural.....	34
3.5.1.	Preparo das Amostras	34
3.5.2.	Microscopia Ótica (MO)	34
3.5.3.	Permeabilidade Magnética	34
3.6.	Ensaio de Microdureza.....	36
3.7.	Ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC).....	37
3.8.	Ensaio Potenciodinâmico Cíclico	38
4.	Resultados e Discussão.....	40
4.1.	Análise Microestrutural.....	40
4.2.	Permeabilidade Magnética.....	43
4.3.	Análise de Microdureza	44
4.4.	Ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC).....	45
4.5.	Ensaio Potenciodinâmico Cíclico	47
5.	Conclusões	51
6.	Sugestões para trabalhos futuros.....	52
7.	Referências Bibliográficas.....	53

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Diagrama de blocos para o controle das atividades do projeto.	5
Figura 2: Composição típica dos principais aços inoxidáveis austeníticos	7
Figura 3: Diagrama de fase binário Fe – Cr	9
Figura 4: Influência do teor de cromo na taxa de corrosão de uma liga Ferro - Cromo	10
Figura 5: Diagrama pseudobinário para Fe-Cr-Ni para 70%	13
Figura 6: Diagrama Schaeffler de 1949, usado ainda hoje	14
Figura 7: Imagem obtida por MET, apresentando a morfologia do $M_{23}C_6$ no contorno de grão de um aço inoxidável austenítico	16
Figura 8: Precipitação da fase sigma (σ) na ferrita (δ)	17
Figura 9: Precipitação da fase sigma (σ) no contorno de grão da austenita	18
Figura 10: Metalografia do aço AISI 316L com tratamento de solubilização (200X). Ataque: ácido oxálico 10%.....	21
Figura 11: Análise de imagem de amostras do aço inoxidável austenítico AISI 316L: a) com tratamento térmico de solubilização e b) sem tratamento térmico de solubilização (500X).....	21
Figura 12: Tipos mais frequentes de corrosão em aços austeníticos 18Cr-8Ni.....	24
Figura 13: Regiões empobrecidas, adjacentes aos precipitados. Estas regiões causam diferentes potenciais eletroquímicos (E).....	26
Figura 14: Curvas típicas obtidas através da técnica PERC para o material não sensibilizado (a) e material sensibilizado (b).....	27
Figura 15: Esquema dos vários eventos que ocorrem durante o crescimento de pites	28
Figura 16: Várias formas de pite, segundo a ASTM.....	30
Figura 17: Curvas representativas da polarização potenciodinâmica cíclica de duas ligas distintas.	31
Figura 18: Ferritoscópio Helmut Fischer®.....	35

Figura 19: Princípio de funcionamento do ferritoscópio.....	35
Figura 20: Esquema da célula eletrolítica.....	38
Figura 21: Eletrodo de trabalho.....	38
Figura 22: Aspecto microestrutural da amostra na condição de CR observado por MO. Ataque: Behara.	40
Figura 23: Aspecto microestrutural da amostra na condição de solubilizada a 1070°C por 40 minutos observado por MO. Ataque: Behara.	41
Figura 24: Aspecto microestrutural da amostra na condição de envelhecida a 600°C por 192 horas observado por MO. Ataque: Behara.....	42
Figura 25: Aspecto microestrutural da amostra na condição de solubilizada a 1070°C e envelhecida a 600°C por 192 horas observado por MO. Ataque: Behara.....	42
Figura 26: Teor de ferrita (δ) para cada condição.	43
Figura 27: Microdureza média de cada condição.....	44
Figura 28: Gráfico obtido no ensaio PERC na amostra como recebida.	46
Figura 29: Gráfico obtido no ensaio PERC na amostra envelhecida a 600°C por 192h.	46
Figura 30: Gráfico obtido no ensaio PERC na amostra solubilizada a 1070°C.....	47
Figura 31: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra como recebida.....	48
Figura 32: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra envelhecida a 600°C por 192 horas.	49
Figura 33: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra solubilizada a 1070°C por 40 minutos	49
Figura 34: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra solubilizada a 1070°C por 40 minutos e envelhecida a 600°C por 192 horas..	50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Faixas de temperaturas de solubilização de alguns aços inoxidáveis austeníticos.....	20
Tabela 2: Composição química do aço inoxidável austenítico AISI 316L (% em peso).....	20
Tabela 3: Propriedades mecânicas de alguns aços inoxidáveis austeníticos à temperatura ambiente, conforme a norma ASTM A240.	22
Tabela 4: Correlação Ir/Ia com grau de sensitização.....	27
Tabela 5: Composição química do aço AISI 317L utilizado	32
Tabela 6: Distribuição e identificação das amostras.....	33
Tabela 7: Resultados do ensaio PERC	45
Tabela 8: Parâmetros obtidos das curvas de polarização potenciodinâmica cíclica.....	50

LISTA DE SÍMBOLOS

AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
χ	Fase chi
σ	Fase sigma
MO	Microscopia Ótica
PERC	Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica
UNS	<i>Unified Numbering System</i>
PREN	<i>Pitting Resistance Equivalent Number</i>
δ	Fase ferrita delta
α	Fase ferrita alfa
η	Fase de Laves
MEV	Microscopia Eletrônica de Transmissão
γ	Microscopia Eletrônica de Transmissão
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
EPR	<i>Electrochemical Potentiokinetic Reactivation Technique</i>
DL - EPR	<i>Double-loop electrochemical potentiokinect reactivation</i>
HV	Dureza Vickers
E_{pca}	Potencial de circuito aberto
E_{pite}	Potencial de pites
E_{rep}	Potencial de repassivação

Capítulo 1

Introdução

Os aços inoxidáveis austeníticos formam o maior grupo de aços inoxidáveis em uso, representando cerca de 65 a 70% do total produzido. Dentre as propriedades evidenciadas nestes tipos de aços, destacam-se a boa resistência mecânica, bem como, satisfatória resistência à corrosão à temperaturas elevadas, permitindo a sua utilização em temperaturas consideravelmente superiores à temperatura máxima de serviço de aços baixa liga ou de aços inoxidáveis martensíticos e ferríticos. Estas características são conseguidas principalmente em aços inoxidáveis austeníticos ligados com molibdênio ou silício [1].

Existe uma variedade de aços inoxidáveis austeníticos. Os aços convencionais são classificados pelo AISI (*American Iron and Steel Institute*), onde a série 300 é a mais importante. Os aços contendo molibdênio (tipos AISI 316 e 317) destacam-se por possuírem melhor resistência à fluência e melhor resistência à corrosão (principalmente em meios ácidos) em relação aos outros aços austeníticos [2].

Neste contexto, salienta-se o desenvolvimento do aço inoxidável AISI 317L, bastante utilizado na confecção de tubos e revestimentos tipo “*clad*” empregados nas refinarias. A demanda por este material cresceu pela constatação de que os aços AISI 316L estavam sendo fornecidos com teores de molibdênio muito próximos ao limite inferior da especificação, ou seja, 2,00%. Dada a importância deste elemento para a resistência à corrosão, o aço austenítico AISI 317L, que possui faixa de molibdênio entre 3,00 e 4,00% passou a ser requisitado, mesmo sabendo-se que os teores das chapas fornecidas seriam também próximos ao limite inferior, ou seja, 3,00% [3].

O material, inicialmente importado sob a forma de chapa plana laminada a quente e a frio, tornando-se posteriormente tubos com costura, começou recentemente a ser fabricado no Brasil em uma siderúrgica de Minas Gerais (antiga ARCELOR MITTAL INOX DO BRASIL, atual APERAM). As chapas laminadas a quente fabricadas em Timóteo-MG são processadas pela SCHULZ MILLS do Brasil em Campos dos Goitacazes (RJ) e são transformadas em tubos com costura de espessura média (8 a 15 mm). Alternativamente, o AISI 317L pode atuar como material de revestimento tipo “*clad*” em tubos com ou sem costura [3].

Apesar das qualidades inerentes ao aço AISI 317L, seu uso na indústria de processo esbarra em problemas metalúrgicos. Durante as etapas de processamento (soldagem, conformação à quente e tratamento térmico) ou durante o seu uso (envelhecimento isotérmico), por estarem expostas à determinadas faixas de temperatura, as fases deletérias podem precipitar, tais como as fases chi (χ), sigma (σ), além de carbeto, o que poderá prejudicar as propriedades mecânicas e de corrosão dessas ligas, além de gerar instabilidade microestrutural desse aço [3].

Neste âmbito, o presente estudo buscou respostas para os questionamentos que envolvem os aspectos da exposição em elevadas temperaturas e a influência dos tratamentos de solubilização e envelhecimento térmico na resistência à corrosão do aço inoxidável austenítico (AIA) AISI 317L. Estes questionamentos estão inseridos no objetivo geral deste trabalho.

1.1. Motivação

O aço inoxidável austenítico AISI 317L é um dos mais indicados para ser usado em ambientes corrosivos, uma vez que o molibdênio (Mo) aumenta a resistência à corrosão, e o baixo teor de carbono minimiza as chances de ocorrer sensitização no aço. Além disso, possui boa soldabilidade e boa resistência à fluência, o que faz com que ele possua diversas aplicações nas indústrias de processos, especialmente de processos químicos e petroquímicos [4, 5]. A existência de alguns problemas metalúrgicos, que ainda permeiam a utilização do aço AISI 317L e bem como na sua aplicação em equipamentos que estarão expostos à elevadas temperaturas de serviço, motivaram a realização deste trabalho, com análise deste aço, de forma a investigar o desempenho deste material durante aplicações adversas.

1.2. Justificativa

Tubos fabricados com o aço AISI 317L experimentam temperaturas acima de 500°C em fornos nas refinarias. Nestas condições, este material entra na faixa de temperaturas de sensitização, que pode acarretar uma diminuição da resistência à corrosão intergranular [3]. Tal fato demandará estudos que investiguem tratamentos térmicos que possam evitar ou minimizar os efeitos da sensitização do aço inoxidável AISI 317L, em temperaturas de serviço que ocorram esse fenômeno. Dentro deste contexto, o presente trabalho buscou respostas para os questionamentos que envolvem o comportamento do aço AISI 317L, quando submetido à

elevada temperatura e um tratamento térmico de solubilização que possa vir a minimizar ou impedir a sensitização do mesmo.

1.3. Objetivo do trabalho

Esse trabalho tem como objetivo o estudo da influência dos tratamentos de solubilização e envelhecimento térmico na resistência a corrosão do aço inoxidável AISI 317L, realizando tratamentos térmicos de solubilização a 1070°C e envelhecimento térmico a 600°C.

1.4. Metodologia

Para realizar uma boa avaliação e obter as conclusões sobre a influência dos tratamentos de solubilização e envelhecimento na resistência à corrosão do aço AISI 317L, foram utilizados os seguintes procedimentos nas análises das amostras: realização do tratamento térmico de solubilização, que estimula a redução do teor de ferrita do aço, cujas amostras foram solubilizadas por 40 minutos na temperatura de 1070°C; e foi simulada a aplicação do aço quando submetido ao tratamento de envelhecimento térmico, que estimula a formação de carbeto e de fases intermetálicas, na qual as amostras foram envelhecidas por 192 horas, na temperatura de 600°C.

Para realizar os estudos e análises deste trabalho foram utilizados os seguintes procedimentos experimentais:

- Análise Microestrutural:
 - Microscopia Ótica (MO);
 - Permeabilidade Magnética;
- Ensaio de Microdureza (Vickers);
- Ensaio Potenciodinâmico Cíclico;
- Ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC).

1.5. Organização do trabalho

A fim de facilitar o entendimento deste estudo, este trabalho foi organizado em seis capítulos:

O primeiro capítulo trata da introdução, apresentando os motivos, as justificativas e o objetivo da realização deste trabalho, além da metodologia e da organização do mesmo.

O segundo capítulo trata da revisão bibliográfica, que serve como base teórica para a realização dos procedimentos e descreve um pouco das características e propriedades dos aços inoxidáveis austeníticos, em especial o AISI 317L, material utilizado no projeto.

O terceiro capítulo é composto pelos materiais e métodos utilizados na preparação das amostras e nos ensaios realizados para a obtenção dos resultados.

O quarto capítulo apresenta os resultados obtidos nos ensaios experimentais e as suas discussões. Os resultados devem ser coerentes com as informações presentes na literatura.

O quinto capítulo traz as conclusões, com base nos resultados obtidos.

O sexto, e último, capítulo, é destinado a sugestões para trabalhos futuros, visando servir de base para futuras pesquisas.

A Figura 1 apresenta o diagrama de blocos para o controle das atividades do projeto.

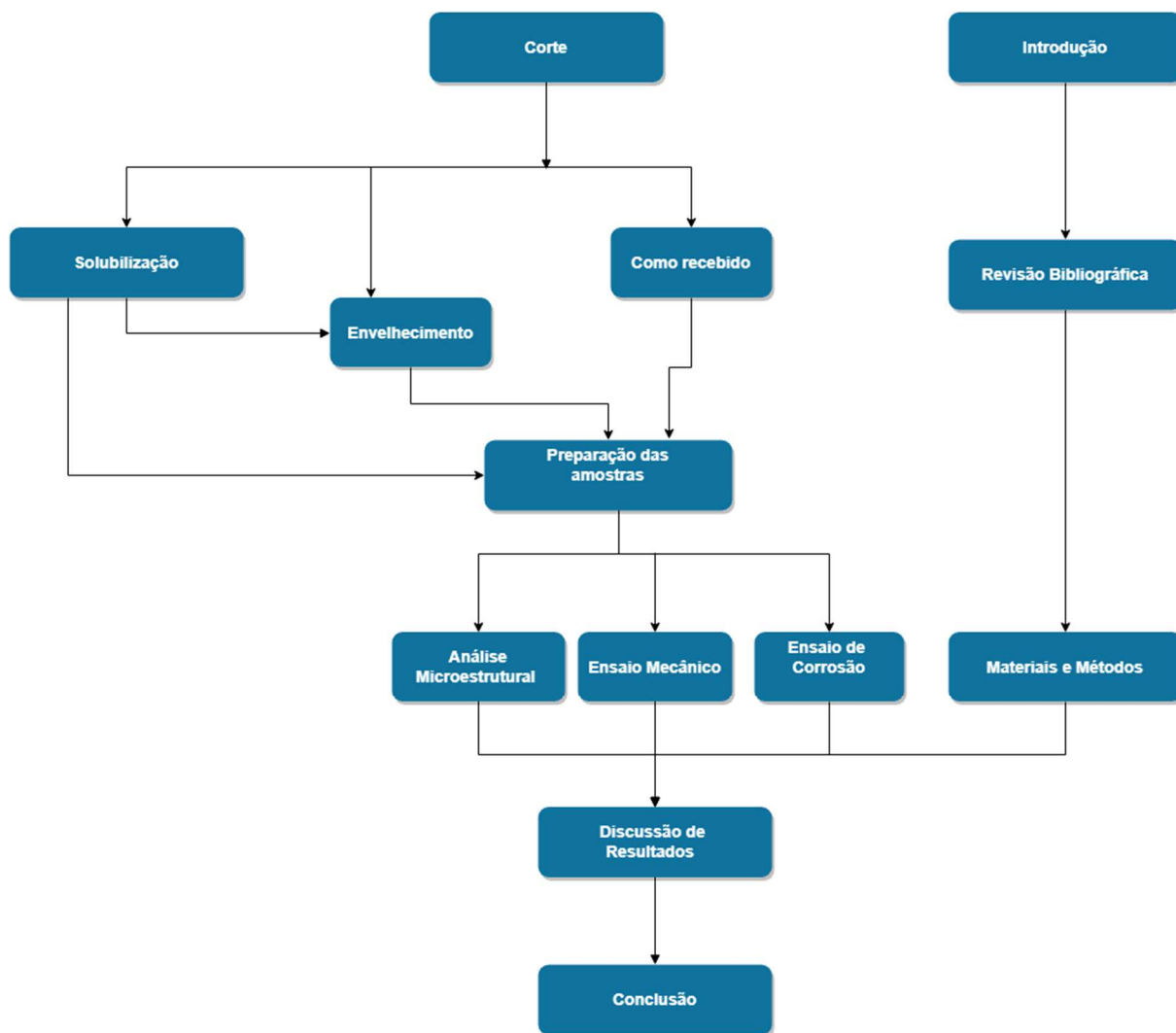


Figura 1: Diagrama de blocos para o controle das atividades do projeto.

Capítulo 2

Revisão bibliográfica

2.1. Aços Inoxidáveis Austeníticos

Durante o século XIX, vários cientistas descobriram a excelente resistência à corrosão dos aços com liga de cromo. Mas foi somente nas primeiras décadas de 1900 que o primeiro aço inoxidável foi patenteado e fabricado. Esses eventos marcaram o início da indústria de aço inoxidável [6]. Os aços são considerados inoxidáveis se apresentarem teores de cromo (em média superiores a 11%) suficientes para a formação de uma película superficial para proteção contra corrosão, chamada de película passiva.

Em 1912, o aço estudado na Inglaterra era uma liga Fe-Cr, com cerca de 13% de Cr. Na Alemanha se tratou de uma liga que, além de ferro e cromo, continha também níquel. No primeiro caso era um aço inoxidável muito próximo ao que hoje denomina-se de AISI 420 e no segundo outro aço inoxidável bastante parecido com o que hoje é o AISI 302 [7].

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) têm excelente resistência à corrosão, excelente ductilidade, e excelente soldabilidade. A resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) é atribuída à formação de um "filme passivo" fino, aderente e autorregenerador desenvolvido na superfície na maioria dos ambientes. No entanto, quando este filme passivo é destruído em algumas áreas localizadas, manifestações de processos de corrosão localizados podem resultar em falhas inesperadas e súbitas [7].

Um dos maiores problemas associados a estes aços é a sua suscetibilidade à corrosão intergranular devido à sensitização. Esta ocorre quando aços inoxidáveis austeníticos são extensivamente aquecidos ou lentamente resfriados na faixa de temperatura de 450°C à 850°C, levando carbeto rico em cromo a se precipitarem ao longo dos contornos de grão, gerando regiões empobrecidas deste elemento em suas vizinhanças [7].

Este fenômeno ocorre tanto nos aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) como nos ferríticos. Para evitar este problema, medidas como a redução de carbono, utilização de elementos que possuam uma afinidade maior com o carbono que o cromo e tratamento de solubilização dos carbeto após a soldagem, são amplamente adotadas [6]. As referidas variações das ligas de aço inoxidáveis austeníticos são ilustradas na Figura 2, onde o aço AISI

304 (UNS S30400), que foi um dos primeiros a serem fabricados, é tomado como precursor de todas as outras composições.

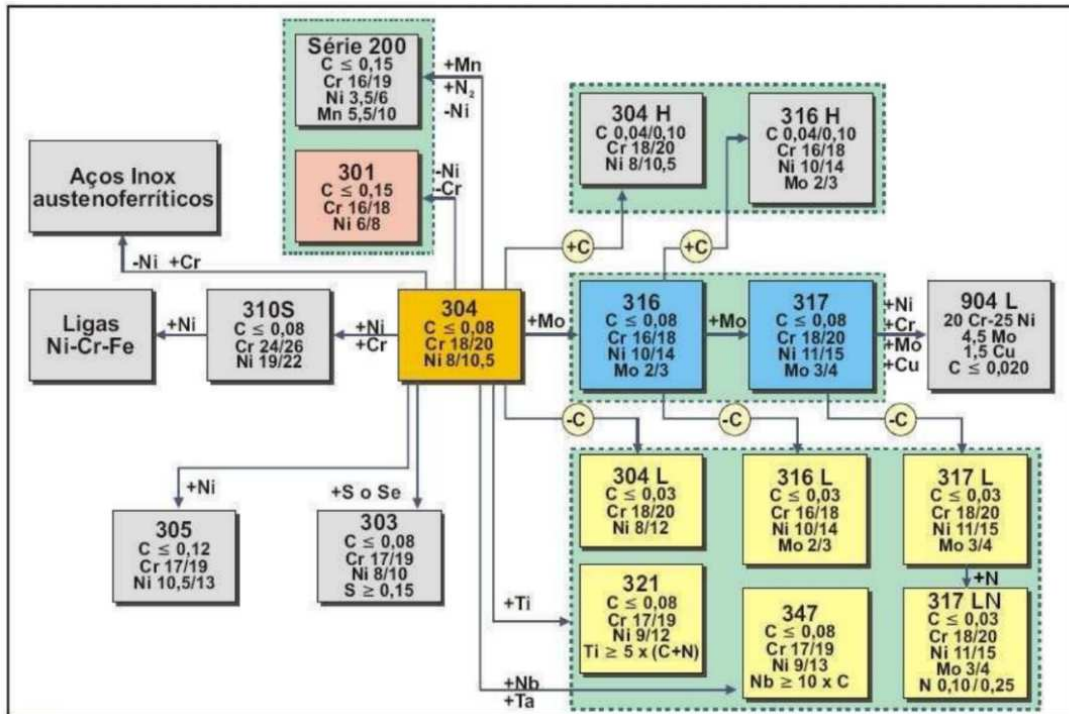


Figura 2: Composição típica dos principais aços inoxidáveis austeníticos [7].

2.2. O Aço Inoxidável Austenítico AISI 317L

Os aços inoxidáveis são normalmente designados pelos sistemas de numeração AISI (*American Iron and Steel Institute*), UNS (*Unified Numbering System*) ou por identificação própria do fabricante da liga. Entre estes, o sistema AISI é o mais utilizado. Nele, a maioria dos tipos de aços inoxidáveis possui uma classificação com três dígitos. Os aços austeníticos fazem parte das séries 200 e 300 [8]. Dentre os aços da série 300, está inserido o aço inoxidável austenítico AISI 317L, o qual será objeto de pesquisa para a execução deste trabalho. Esse aço apresenta uma resistência mecânica considerável se comparado a outros aços inoxidáveis, principalmente tenacidade em baixas temperaturas. Possui teor de carbono limitado a 0,03% em peso [9], o L é proveniente da expressão em inglês *low carbon*, que assim como em outros aços versão “L”, minimiza a tendência à sensitização e conseqüentemente à corrosão intergranular [10, 11].

A adição de no mínimo 3% de molibdênio na composição química do AISI 317L representa um valor superior aos encontrados nos aços AISI 304L e AISI 316L, aços austeníticos com grande aplicação no mercado. Quando comparados, essa diferença, determina uma maior resistência à corrosão naftênica do AISI 317L, por isso, vem sendo utilizado nas indústrias químicas, petroquímicas, produtoras de papel e celulose em serviços de temperatura moderadamente elevada [10, 11].

O aço AISI 317L apresenta melhores características de fluência e resistência mecânica a elevadas temperaturas quando comparados aos aços inoxidáveis convencionais. Em termos de propriedade mecânica os teores de molibdênio e nitrogênio contribuem para o aumento da resistência mecânica do aço. Além disso o AISI 317L pode ter PREN (“*Pitting Resistance Equivalent Number*”) 5 pontos superior ao AISI 316L, determinando propriedades mecânicas superiores ao 317L [10, 11].

A combinação de molibdênio e nitrogênio na composição química deste aço contribui para aumentar a resistência à corrosão por pite e por frestas, especialmente em meios ácidos contendo cloretos e compostos de enxofre à elevadas temperaturas [11].

2.3. Elementos de Liga e seus Efeitos

A adição de elementos de ligas no aço inoxidável é capaz de alterar significativamente as propriedades químicas, mecânicas e a sua estabilidade térmica. O sistema Fe-Cr é a base para todos os aços inoxidáveis, cujas propriedades são modificadas pela adição de vários elementos de liga principais como o níquel (Ni), molibdênio (Mo), manganês (Mn), assim como quantidades menores de carbono (C) e nitrogênio (N). Entre as diversas ligas, as Fe - Cr - Ni são as mais predominantes entre os aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) [7].

O cromo fornece resistência à corrosão e oxidação em altas temperaturas. Níquel e manganês são adicionados para estabilizar a austenita ao longo de um amplo intervalo de temperaturas e impedir a sua transformação em martensita, quando o aço é resfriado rapidamente até à temperatura ambiente. Geralmente estes aços têm a microestrutura totalmente austenítica, embora a ferrita (δ) de alta temperatura pode ser mantida na microestrutura [4].

A Figura 3 mostra que o cromo restringe a ocorrência do campo austenítico, estabilizando a ferrita acima de 12% de cromo [12].

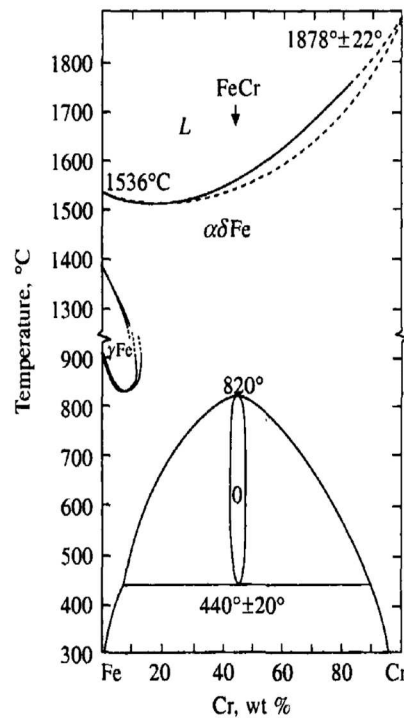


Figura 3: Diagrama de fase binário Fe – Cr [11].

O diagrama de equilíbrio Fe-Cr mostra que o domínio de estabilidade da fase austenita do ferro é progressivamente diminuído pelo aumento de cromo, deixando de existir em teores superiores a aproximadamente 12%. A curva do gráfico ocorre pelo fato do cromo ser um elemento alfa gênico, ou seja, aumenta o campo de estabilidade da fase ferrita (CCC), δ ou α [12].

A seguir, são destacadas as influências dos principais elementos de ligas dos aços inoxidáveis austeníticos.

2.3.1. Cromo (Cr)

O cromo é um elemento de singular importância no quesito resistência a corrosão do aço. O teor desse elemento em um aço inoxidável austenítico normalmente varia de 16 a 26%. O cromo, quando empregado em teores acima de 10% em peso, destaca-se como elemento principal para obtenção da baixa taxa de corrosão. Isso ocorre por conta da formação de óxidos ricos em cromo que formam o filme passivo na superfície do aço. Na liga de Fe-Cr e para soluções aquosas com pH por volta de 7, o teor de cromo necessário para uma passivação efetiva é de 12%. Para outros meios, este teor é frequentemente mais alto. Por outro lado, o aumento do teor de cromo nos aços inoxidáveis austeníticos desestabiliza a austenita,

favorecendo a formação de ferrita (δ) e das fases intermetálicas sigma (σ) e chi (χ) e aumenta a atividade do carbono pela formação de carbeto de cromo ($M_{23}C_6$) [12]. A Figura 4 mostra a influência da adição de cromo na resistência à corrosão dos aços.

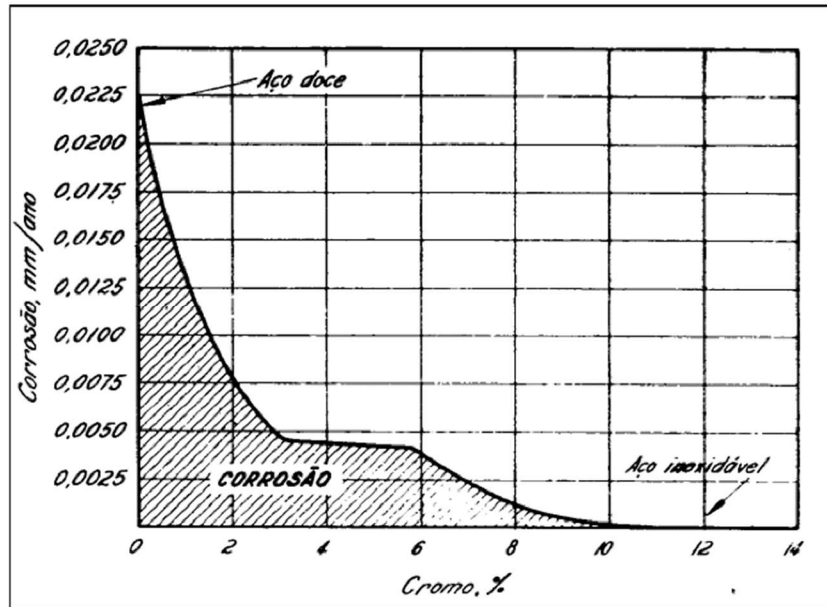


Figura 4: Influência do teor de cromo na taxa de corrosão de uma liga Ferro - Cromo [13].

2.3.2. Níquel (Ni)

O níquel é capaz de diminuir a corrente de passivação. O teor desse elemento em um aço inoxidável austenítico normalmente varia de 8 a 20%. Além disso, esse elemento aumenta a resistência à corrosão sob tensão em soluções contendo cloreto de magnésio ($MgCl_2$). Sendo assim, possui baixa influência na corrosão localizada. Por fim, o níquel é um excelente estabilizador da austenita e aumenta a atividade do carbono [12].

2.3.3. Carbono (C)

Apesar do carbono aumentar a resistência mecânica do aço e estabilizar a austenita, esse elemento é geralmente indesejável por facilitar a ocorrência de corrosão intergranular. Quanto maior for o seu teor na liga, maior será a susceptibilidade à corrosão intergranular. Isso se explica pelo fato de ser um elemento de liga intersticial e difundir-se rapidamente através da

estrutura e concentrar-se nos contornos de grãos. Como resultado, teremos a indesejável precipitação de carbeto de cromo (Cr_23C_6) e, conseqüentemente, a redução da resistência a corrosão [12].

2.3.4. Silício (Si)

O silício é adicionado principalmente durante o processo de fundição a fim da desoxidação. Quando presente no intervalo de 1 a 3% do peso, age como o molibdênio, em que promove o aumento da resistência ao calor e da resistência à descamação do óxido a uma temperatura elevada. O silício aumenta a resistência à corrosão em ácido nítrico (HNO_3) altamente concentrado e a resistência à oxidação. Os aços que contêm altos teores de silício possuem ótimo comportamento em meios carbonetantes. Além disso, esse elemento desestabiliza a austenita e aumenta a atividade do carbono [12].

2.3.5. Manganês (Mn)

Anula o efeito de impurezas perniciosas nos aços, como o oxigênio e o enxofre. Pequenas quantidades deste elemento, associadas à presença de níquel, melhoram substancialmente a resistência mecânica. Entretanto, possui pequena influência direta na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos. O referido elemento atua como estabilizador da austenita e ajuda a diminuir os efeitos negativos relativos à ferrita (δ) e à fase sigma (σ). Além disso, o manganês diminui as atividades do carbono e do nitrogênio na austenita [12].

2.3.6. Molibdênio (Mo)

Aumenta a passividade e a resistência química dos aços inoxidáveis. Sua ação é especialmente importante na elevação da resistência à corrosão por pites e em fresta, quando associado ao cromo. Possui efeito significativo à corrosão localizada e na resistência à corrosão sob tensão. O molibdênio melhora também consideravelmente o comportamento dos aços

inoxidáveis austeníticos em água do mar. Por outro lado, o referido elemento de liga acentua a formação de ferrita (α), fase chi (χ) e a fase de Laves (η) [12].

2.4. Microestrutura do Aço Inoxidável Austenítico

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem uma estrutura cúbica de face centrada (CFC). Esta microestrutura é obtida através de elementos de austenitização como níquel, manganês e nitrogênio. São chamados de austeníticos por apresentarem esta fase estável até mesmo em temperaturas inferiores à ambiente [9]. Além disso, a microestrutura depende de fatores como a sua composição química, do teor de impurezas, das condições de solidificação e dos tratamentos térmicos. Muitas das propriedades dos materiais, por sua vez, são fortemente dependentes da microestrutura e são determinadas pela quantidade, tamanho, forma e distribuição das fases e defeitos presentes na mesma. A intrínseca correlação entre propriedades e microestrutura ressalta a importância de estudar os diversos aspectos envolvidos na obtenção e processamento dos materiais de engenharia [9].

De modo a avaliar o efeito de todos os elementos que constituem os aços inoxidáveis e resistentes ao calor na estrutura obtida após a solidificação, foram desenvolvidas expressões que os agrupam conforme seus efeitos ferritizante e austenitizante, denominadas, respectivamente, por cromo equivalente (Cr_{eq}) e níquel equivalente (Ni_{eq}) [9].

As referidas expressões são apresentadas a seguir pelas Equações 1 e 2, onde A, B, ..., K e L são constantes [12]. Nota-se que os valores das constantes para um determinado elemento nas diversas expressões nem sempre são coincidentes, podendo-se atribuir essas variações às diversas técnicas e composições químicas empregadas para sua determinação, o que poderia causar diferentes efeitos relativos dos diversos elementos.

$$Cr_{eq} = \%Cr + F(\%Si) + G(\%Mo) + H(\%Al) + I(\%Nb) + J(\%Ti) + K(\%W) + L(\%V) \quad (1)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + A(\%Mn) + B(\%C) + C(\%N) + D(\%Cu) + E(\%Co) \quad (2)$$

A Figura 5 mostra que a solidificação do aço inoxidável austenítico pode ocorrer tanto em ferrita como em austenita. A demarcação entre essas duas fases primárias de solidificação é

em aproximadamente 18Cr-12Ni no sistema ternário. Quanto maior a relação cromo/níquel, a solidificação ocorre como ferrita (δ) e em taxas menores como austenita [9]. A utilização dos valores de cromo e níquel equivalentes, em cortes isotérmicos do diagrama ternário Fe-Cr-Ni, é uma possibilidade a fim de prever as fases presentes em uma determinada liga [9].

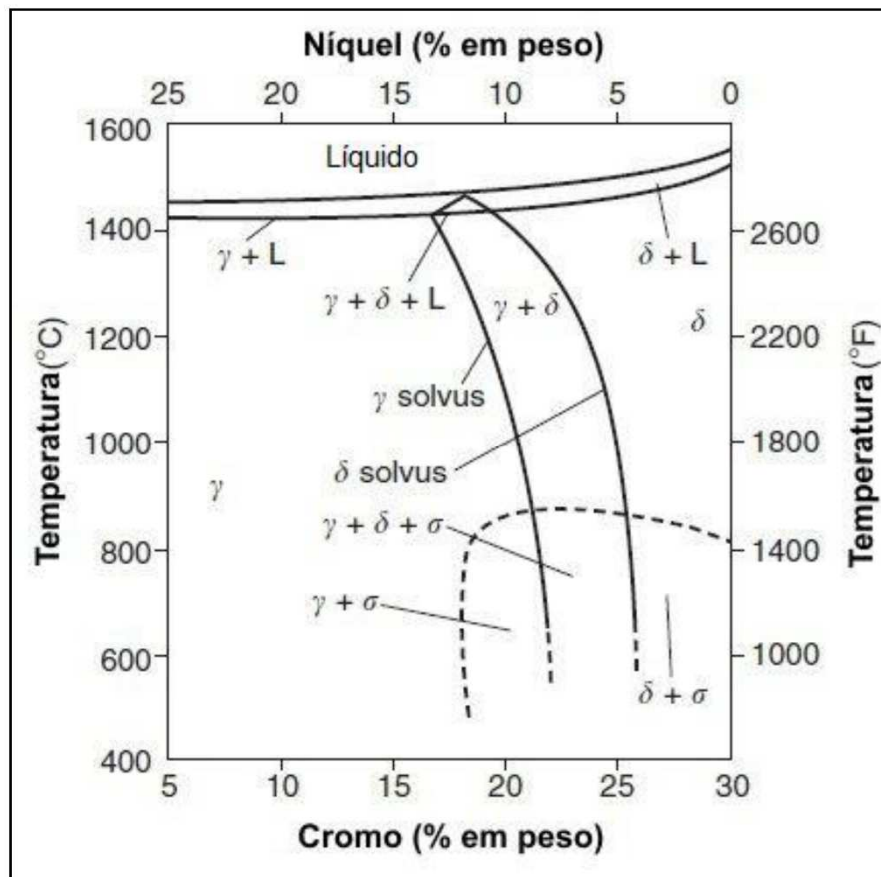


Figura 5: Diagrama pseudobinário para Fe-Cr-Ni para 70% [9].

A partir dos valores de equivalentes em cromo e níquel, pesquisadores têm procurado determinar a transição da solidificação primária com formação de austenita ou ferrita, além do intervalo em que ambas fases coexistem na solidificação em ligas Fe-Cr-Ni. Dessa maneira, o Diagrama de Schaeffler é apresentado pela Figura 6. O Diagrama permite prever a microestrutura a ser obtida para uma determinada composição química.

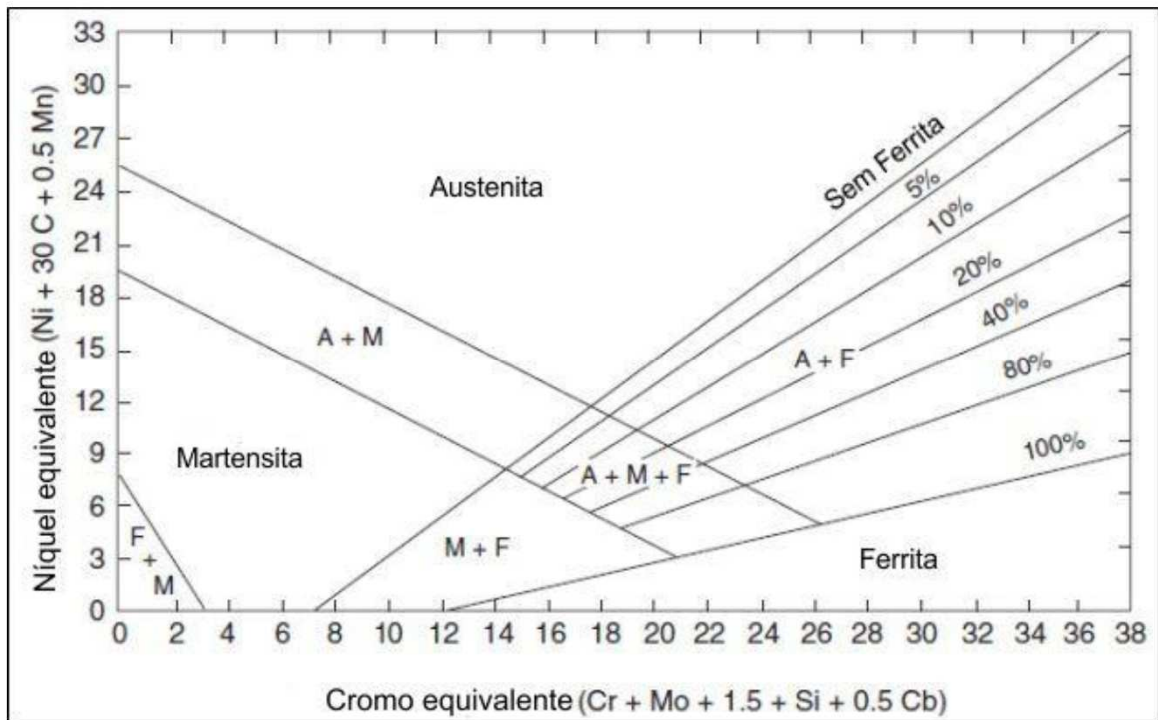


Figura 6: Diagrama de Schaeffler de 1949, usado ainda hoje [9].

2.5. Principais Fases Formadas Durante o Envelhecimento Térmico

As fases formadas em aços inoxidáveis austeníticos durante exposição na faixa de 500 a 900°C podem ser classificadas em dois grandes grupos: carbeto e fases intermetálicas [12]. A seguir os aspectos destas fases.

2.5.1. Carbeto

Entre os precipitados, os carbeto são os mais estudados devido à sua ocorrência frequente em aços inoxidáveis. Nesses aços, diferentes tipos de carbeto podem ser formados. Os principais tipos são o $M_{23}C_6$, MC , M_6C , M_7C_3 e M_5C_2 , sendo M um grupo de metais diferente para cada tipo de carbeto. E entre esses carbeto, o que ocorre com maior frequência e o mais estudado é o $M_{23}C_6$ [14].

- **Carbeto $M_{23}C_6$**

A descoberta dos aços inoxidáveis austeníticos foi um grande avanço no desenvolvimento de materiais resistentes à corrosão e à oxidação. Porém esses materiais eram susceptíveis à corrosão intergranular, devido à precipitação do carbeto $M_{23}C_6$, em que M simboliza os elementos cromo, ferro, molibdênio e níquel, que causava empobrecimento de cromo nas regiões adjacentes aos contornos de grão. Duas soluções foram aplicadas por volta de 1930 para resolver esse problema. A primeira foi a redução do teor de carbono, que deu origem aos aços da linha L, como o aço 317L. E a segunda foi a adição de elementos com maior afinidade pelo carbono em relação ao cromo, principalmente o titânio e o nióbio, que deu origem a aços estabilizados, como o AISI 321 e o AISI 347 [12].

Até 1933, esse carbeto era conhecido como Cr_4C . Porém naquele ano foi mostrado que a fórmula correta para ele era $Cr_{23}C_6$. Esse carbeto possui estrutura cristalina CFC com 116 átomos por célula unitária, sendo 92 átomos metálicos e 24 de carbono. Os elementos ferro, molibdênio e níquel podem substituir os átomos de cromo, e o carbono pode ser parcialmente substituído por boro e nitrogênio [12].

Em materiais solubilizados e envelhecidos, a sequência de precipitação nos diversos locais é: contornos de grão, contornos incoerentes de macla, contornos coerentes de macla e, por fim, no interior dos grãos em discordâncias. E tanto em aços estabilizados quanto em aços não estabilizados, ocorre dissolução de carbetos $M_{23}C_6$ para tempos longos de envelhecimento [12].

A Figura 7 mostra a precipitação do carbeto $M_{23}C_6$ em um contorno de grão, observada por microscopia eletrônica de transmissão (MET) [15].

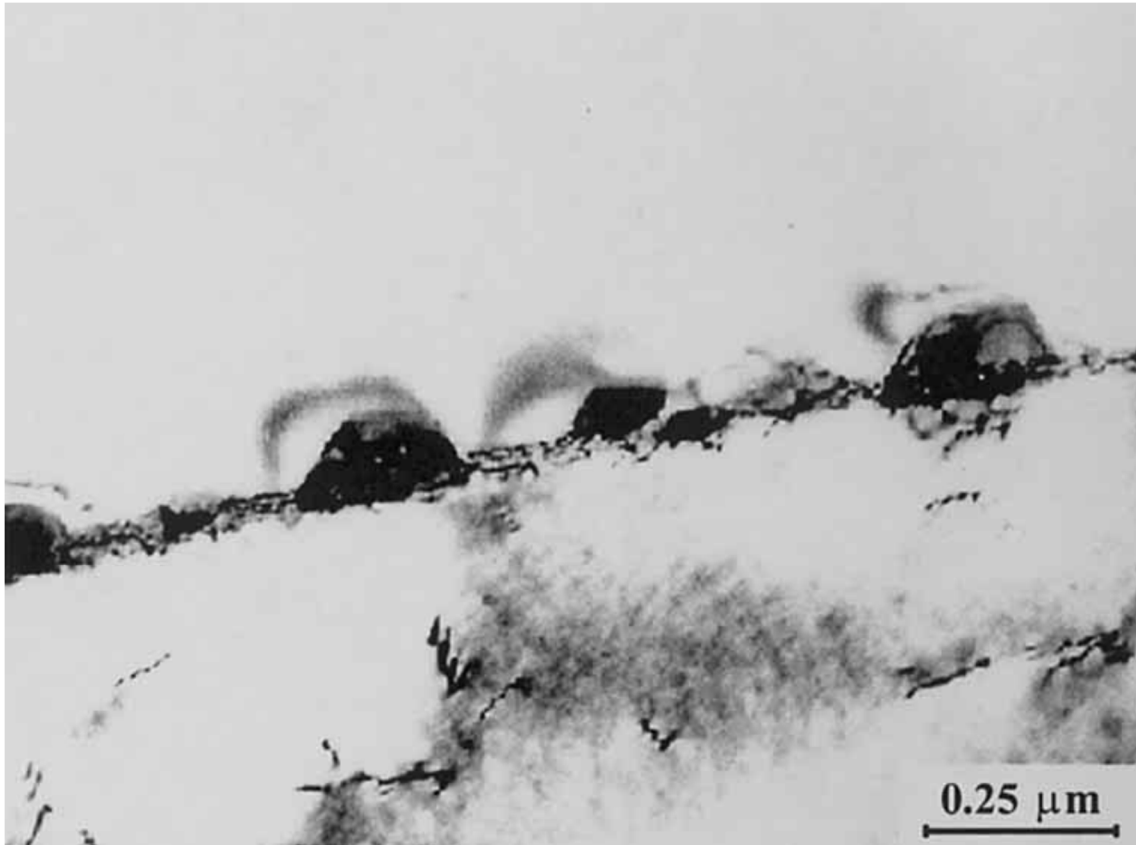


Figura 7: Imagem obtida por MET, apresentando a morfologia do $M_{23}C_6$ no contorno de grão de um aço inoxidável austenítico [15].

2.5.2. Fases intermetálicas

Nos aços inoxidáveis austeníticos, três tipos de fases ocorrem com mais frequência: fase sigma (σ), fase chi (χ) e fases de Laves (η). Além dessas três fases, outros tipos de fases também podem ocorrer, como as fases α' , G, J, R, R', S, Z [14]. A presença das fases sigma (σ) e chi (χ) geralmente é negativa porque elas fragilizam o material e empobrecem a matriz em cromo, molibdênio, titânio, nióbio e vanádio. Já a fase de Laves, apesar de também causar perda de ductilidade e empobrecimento da matriz em molibdênio, titânio e nióbio, causa considerável endurecimento por precipitação [12].

- **Fase Sigma (σ)**

A fase sigma (σ) é uma das fases intermetálicas mais estudadas. Enquanto a maioria dos estudos foca na formação da fase sigma (σ) via envelhecimento térmico, um estudo recente demonstrou que essa fase também pode ser formada via segregação induzida por radiação em ligas de Fe-Cr. Ela possui estrutura tetragonal com 30 átomos por célula unitária [12, 14].

A sua cinética de precipitação é bastante lenta, pois ela tem dificuldade de nucleação e de crescimento. A dificuldade de nucleação dessa fase acontece porque essa fase nucleia sempre de maneira incoerente com a matriz em locais de alta energia, como junções triplas de grãos, contornos de grão e contornos de macla, e a dificuldade de crescimento acontece porque essa fase depende da baixa difusividade dos elementos substitucionais. E como essa fase não dissolve elementos intersticiais, há necessidade do empobrecimento prévio da matriz nestes elementos para sua posterior precipitação [12].

As Figuras 8 e 9 mostram a precipitação da fase sigma (σ) no aço AISI 316L (N) na ferrita (δ) e no contorno de grão da austenita, respectivamente [16].

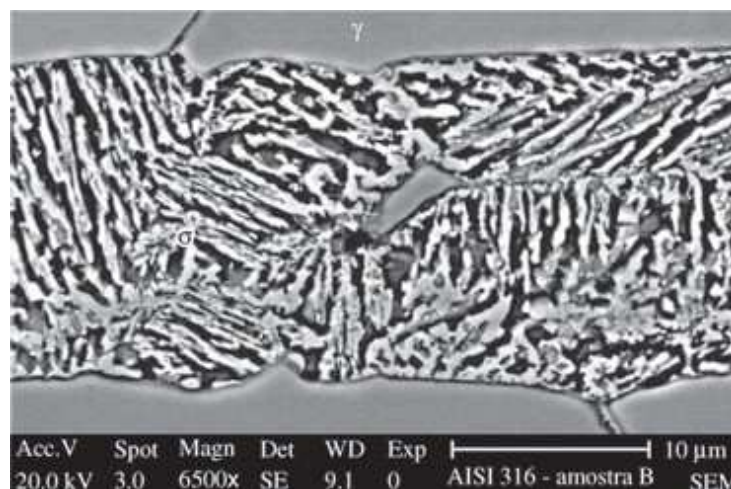


Figura 8: Precipitação da fase sigma (σ) na ferrita (δ) [16].

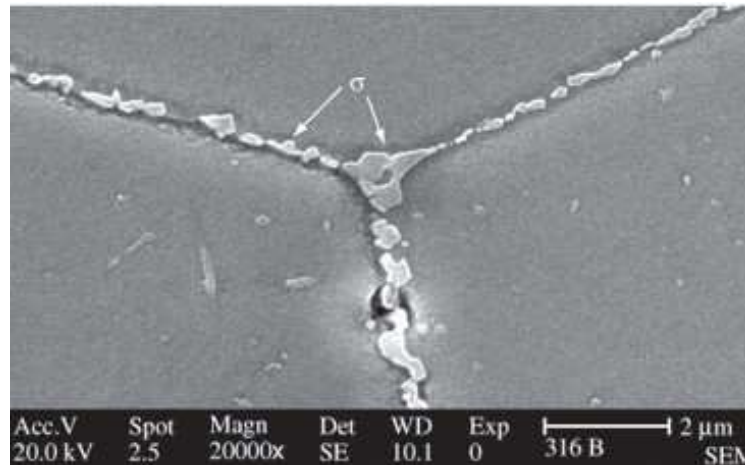


Figura 9: Precipitação da fase sigma (σ) no contorno de grão da austenita [16].

- **Fase Chi (χ)**

Essa fase foi identificada pela primeira vez em resíduos extraídos de aços Cr - Ni - Mo, contendo estrutura cúbica, e foi denominada de fase chi (χ). Tanto a fase chi (χ) quanto a fase sigma (σ) são fases intermetálicas que se formam frequentemente em aços inoxidáveis após envelhecimento térmico. Vários estudos concluíram que, embora a fase chi (χ) se forme antes da fase sigma (σ), ela se transforma em fase sigma (σ) sob a ação de envelhecimento prolongado. Acredita-se que o carbono seja solúvel na fase chi (χ), e nesse caso, ele passa a ser chamado de carbeto $M_{18}C$ por alguns autores [12, 14].

A fase chi (χ) é mais enriquecida com Molibdênio que a fase sigma (σ), logo, a adição de molibdênio tende a aumentar a precipitação dessa fase. Hoje em dia, o molibdênio tem sido algumas vezes substituído por tungstênio para aumentar a resistência à corrosão sob tensão. Estudos recentes descobriram que o tungstênio acentua a formação da fase chi (χ), mas tem o efeito oposto na fase sigma (σ). Embora a fase chi (χ) tenha sido muito menos estudada que a fase sigma (σ), ela possui efeito negativo nas propriedades do aço [12, 14].

- **Fases de Laves (η)**

Existem três tipos de fases de Laves: C14 ($MgZn_2$), C15 (Cu_2Mg) e C36 ($MgNi_2$). As fases de Laves que ocorrem com mais frequência em aços inoxidáveis austeníticos são hexagonais do

tipo $MgZn_2$, sendo as mais frequentes: Fe_2Mo , Fe_2Ti e Fe_2Nb , ou mistura delas, como $Fe_2(Nb, Mo)$. O zircônio também forma fase de Laves com o ferro (com estrutura CFC do tipo $MgCu_2$), mas o vanádio não forma. Elas recebem esse nome porque foram inicialmente pesquisadas por F. Laves. A fase de Laves Fe_2Nb pode ser coerente com a matriz e causa considerável endurecimento por precipitação [12].

2.6. O Tratamento de Solubilização

O tratamento térmico de solubilização tem o objetivo de deixar o material na melhor condição para aplicação, dissolvendo grande parte dos precipitados formados durante o processo de solidificação e mantendo os elementos de liga em solução sólida na matriz austenítica. Esse tratamento consiste no aquecimento do material em forno até uma temperatura ideal e durante um tempo adequado (estes parâmetros são normalizados), para que ocorra total solubilização dos elementos de liga que durante o resfriamento “agruparam-se” formando fases e carbeto indesejáveis, seguido de um resfriamento rápido (em água) [13].

Nos aços inoxidáveis, o tratamento térmico de solubilização tem como objetivo obter as seguintes características [13]:

- Remover tensões devidas aos tratamentos mecânicos a frio ou à quente;
- Diminuir a dureza para melhorar a usabilidade do aço;
- Melhorar propriedades mecânicas, tais como ductilidade e tenacidade;
- Facilitar o trabalho a frio;
- Modificar características elétricas e magnéticas;
- Ajustar o tamanho de grão;
- Ajustar a cristalografia;
- Produzir uma microestrutura definida.

Segundo Chiaverini [13], as faixas de temperatura para se solubilizar um aço é representado pela Tabela 1.

Tabela 1: Faixas de temperaturas de solubilização de alguns aços inoxidáveis austeníticos [13].

TIPO	TEMPERATURA°C
201, 202	1100 ~1120
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
316, 317L	1040 ~1105
321	955 ~1065
347, 348	980 ~1065

Como forma de ilustrar e com objetivo de comparação microestrutural de um aço inoxidável austenítico solubilizado com a microestrutura obtida no tratamento de solubilização do aço AISI 317L, foi utilizado o resultado do tratamento de solubilização do aço AISI 316L realizado por ISHIDA [17], com composição química descrita na Tabela 2, cuja amostras foram aquecidas para homogeneização em temperatura em torno de 1050°C e posteriormente resfriadas em água a temperatura ambiente.

Tabela 2: Composição química do aço inoxidável austenítico AISI 316L (% em peso) [17].

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al
0,011	0,330	1,620	0,044	0,029	16,210	9,910	2,130	0,800	0,020

As Figuras 10 e 11 apresentam a microestrutura do aço AISI 316L solubilizado. A Figura 10 apresenta a metalografia do aço com tratamento de solubilização com um aumento de 200X e a Figura 11 apresenta, com um aumento de 500X, imagens de amostras do aço (a) com tratamento térmico de solubilização e (b) sem tratamento térmico de solubilização, e seus respectivos percentuais de ferrita e austenita [17].

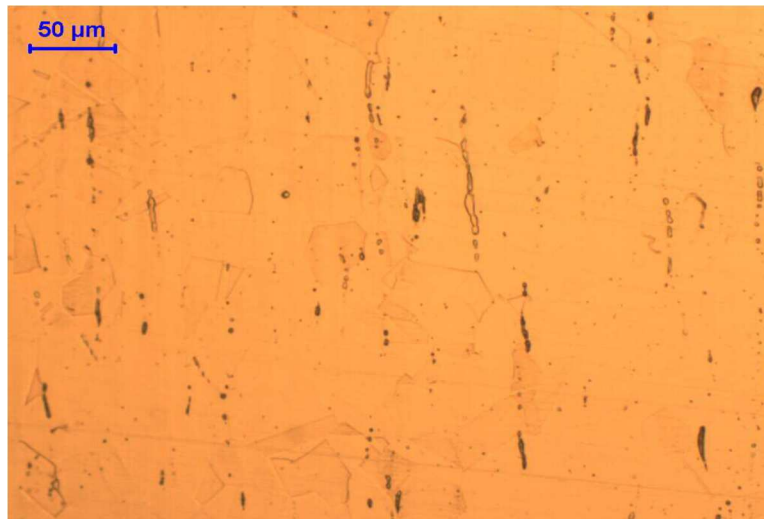


Figura 10: Metalografia do aço AISI 316L com tratamento de solubilização (200X). Ataque: ácido oxálico 10% [17].

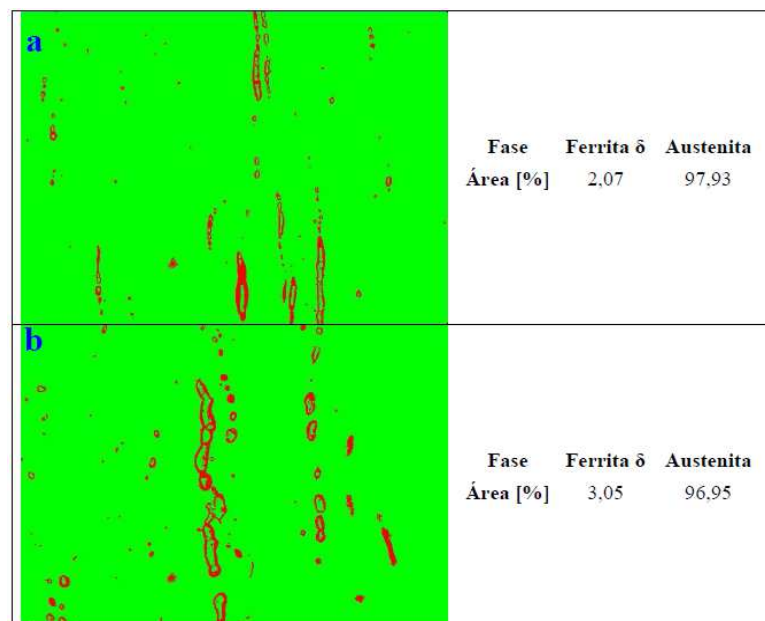


Figura 11: Análise de imagem de amostras do aço inoxidável austenítico AISI 316L: a) com tratamento térmico de solubilização e b) sem tratamento térmico de solubilização (500X) [17].

Pelas imagens da Figura 11 é possível perceber que a amostra solubilizada possui um menor percentual de ferrita (δ). O teor de ferrita (δ) das amostras pode ser determinado pelo

ensaio de permeabilidade magnética, visto que a fase ferrítica é ferromagnética, e a medida do ensaio é proporcional ao teor da fase ferromagnética das amostras analisadas [17].

2.7. Resistência Mecânica do Aço Inoxidável Austenítico

Os inoxidáveis autênticos tradicionais apresentam no estado recozido, quando ensaiados em tração na temperatura ambiente, limite de escoamento na faixa de 200 a 250 MPa, limite de resistência na faixa de 450 a 750 MPa e alongamento total na faixa de 35 a 45%, como demonstra-se na Tabela 3 [12]. Esses valores evidenciam características de boa ductilidade e boa tenacidade, o que permite numerosas operações de conformação mecânica a frio, que podem ser executadas como mecanismos de endurecimento, contribuindo para o acréscimo da resistência mecânica [12].

Tabela 3: Propriedades mecânicas de alguns aços inoxidáveis austeníticos à temperatura ambiente, conforme a norma ASTM A240 [18].

Material	Designação UNS	LR (MPa)	LE (MPa)	ϵ (%) em 50 mm mín	HB máx
AISI 301	S30100	515	205	40	217
AISI 304	S30400	515	205	40	201
AISI 316	S31600	515	205	40	217
AISI 316L	S31603	485	170	40	217
AISI 316LN	S31653	515	205	40	217
AISI 317	S31700	515	205	40	217
AISI 317L	S31703	515	205	40	217
AISI 317LN	S31753	550	240	40	217
AISI 321	S32100	515	205	40	217
AISI 347	234700	515	205	40	201
AISI 904L	N08904	420	220	35	

Os principais mecanismos de endurecimento em aços inoxidáveis austeníticos são: endurecimento por solução sólida, endurecimento por deformação (encruamento), endurecimento por precipitação de partículas coerentes, endurecimento por dispersão de partículas incoerentes e endurecimento por refino de grão [12].

Outra boa característica dos aços inoxidáveis austeníticos é a sua resposta em relação as propriedades mecânicas em elevadas temperaturas, principalmente a resistência à fluência, em comparação com aços inoxidáveis ferríticos, que apresentam maiores perdas de resistência a quente. Isso se deve pelo fato da difusão na austenita ser muito mais lenta que na ferrita, resultando em processos de recuperação e de precipitação de fases intermetálicas fragilizantes mais lentos. Ressalta-se também o fato de a austenita apresentar um número menor de sistemas de deslizamento que a ferrita, o que torna a ocorrência do mecanismo de escorregamento com desvio de discordâncias mais difícil, contribuindo para resistência mecânica [12].

2.8. Resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos

Embora apresente vantagem, no quesito resistência à corrosão, frente aos aços carbono comuns, os aços inoxidáveis austeníticos, ao contrário do que se pode imaginar, sofrem corrosão em alguns ambientes agressivos à sua proteção natural. São considerados como modos mais comuns de corrosão nos aços inoxidáveis austeníticos, a corrosão uniforme, corrosão por pites, corrosão intergranular, corrosão risco de faca e corrosão sob tensão, podendo ocorrer de forma isolada ou simultaneamente [7]. A distribuição estatística percentual das ocorrências de corrosão em aços austeníticos tipo 18%Cr-8%Ni (para um grupo de amostragem de 954 amostras) está representada pela Figura 12 [12].

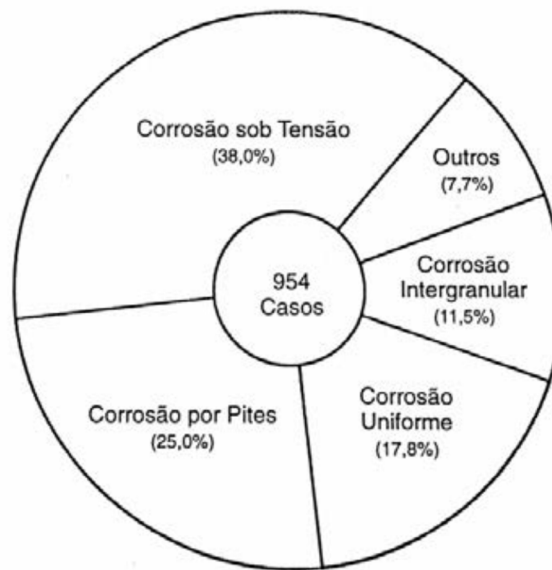


Figura 12: Tipos mais frequentes de corrosão em aços austeníticos 18Cr-8Ni [12].

2.8.1. Passividade

A proteção contra corrosão em aços inoxidáveis é obtida por meio de uma película superficial de óxido. Os filmes passivos são extraordinariamente finos (nos aços inoxidáveis são filmes de uma espessura aproximada de 30 a 50 angströms, sendo um angström o resultado da divisão de 1mm por dez milhões), e isso gera grandes dificuldades para uma interpretação definitiva sobre a forma e a natureza dos mesmos [7].

O mecanismo de formação da camada passiva ocorre de maneira natural, é estabelecido por uma reação entre a água e o metal de base, constituída por um oxihidróxido dos metais cromo e ferro. Duas regiões poderiam ser consideradas dentro deste filme passivo: uma, mais próxima ao metal, em que predominam os óxidos, e outra, mais próxima do meio ambiente, onde predominam os hidróxidos. Este filme não seria estático: com a passagem do tempo, existiria uma tendência ao crescimento dos óxidos (não dos hidróxidos) e também um enriquecimento de cromo [19].

O filme passivo dos aços inoxidáveis é muito fino e aderente. Os filmes formados em meios oxidantes (como é o caso do ácido nítrico, frequentemente utilizado em banhos de decapagem) são mais resistentes. Os aços inoxidáveis formam e conservam filmes passivos em uma grande variedade de meios, o que explica a elevada resistência à corrosão destes materiais e a grande quantidade de alternativas que existem para a utilização dos mesmos.

Em geral, os aços inoxidáveis apresentam uma boa resistência à corrosão em meios oxidantes (que facilitam a formação e a conservação dos filmes passivos). A resistência à corrosão destes materiais é fraca em meios redutores (que não possibilitam a formação destes filmes ou os destroem) [7].

Em comparação com os aços ferríticos, os aços austeníticos apresentam vantagem quando se trata da resistência à corrosão. Tal fato está relacionado a existência do nitrogênio, níquel, manganês e molibdênio na composição. Esses elementos estabilizam a austenita, o que consequentemente aumenta a passividade [19].

2.8.2. Corrosão Intergranular

A corrosão intergranular é um processo que costuma ocorrer em aços inoxidáveis austeníticos quando estes estão sujeitos a tratamentos térmicos ou quando são aquecidos para trabalho a quente ou para soldagem em temperaturas na faixa de 400°C a 850°C, variando de acordo com a composição do aço, granulação, teor de carbono e tempo de permanência. Nessa faixa de temperatura pode ocorrer o fenômeno da sensitização do material, ou seja, uma precipitação do constituinte carbeto de cromo, principalmente $M_{23}C_6$, ao longo dos contornos de grãos, em consequência, há um empobrecimento de cromo na matriz adjacente ao carbeto precipitado, o que não propicia a formação da camada passivadora adequada, tornando a região menos resistente ao ataque corrosivo nos contornos de grão, facilitando o ataque a superfície metálica, como fica evidente na Figura 13 [13, 20].

A redução do teor de carbono é um método eficaz para evitar a formação de carbeto de cromo ou na redução de cromo dos grãos. Portanto, o uso de ligas de baixo carbono, como o AISI 317L, reduz o risco de sensitização por diminuir a cinética de precipitação dos carbeto [13].

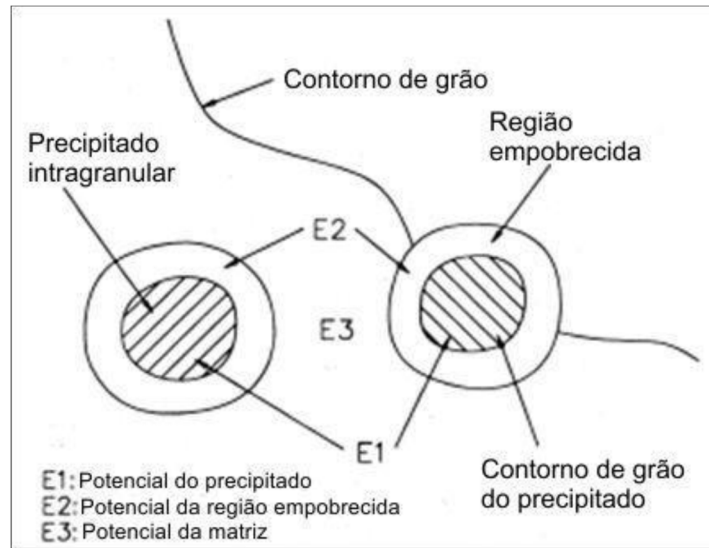


Figura 13: Regiões empobrecidas, adjacentes aos precipitados. Estas regiões causam diferentes potenciais eletroquímicos (E) [21].

A determinação da suscetibilidade à corrosão intergranular dos aços inoxidáveis pode ser feita por meio da técnica eletroquímica de reativação potenciocinética, conhecida como técnica EPR (Electrochemical Potentiokinetic Reactivation Technique) ou PERC (Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica) [20].

O ensaio de DL-EPR, geralmente realizado com célula de 3 eletrodos e solução à base de ácido sulfúrico (H_2SO_4) com adição de KSCN (tiocianato de potássio), 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 mV_{SCE} . 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 14 [20, 22].

Na curva de polarização anódica, a densidade da corrente de pico é designada como I_a , e na de polarização catódica, que é uma curva de reativação, tem-se a densidade de corrente de pico I_r . 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 I_r/I_a . A Tabela 4 apresenta uma correlação de I_r/I_a com o grau de sensitização da norma ASTM A-262, proposta pelo British Standards Institution [20, 22].

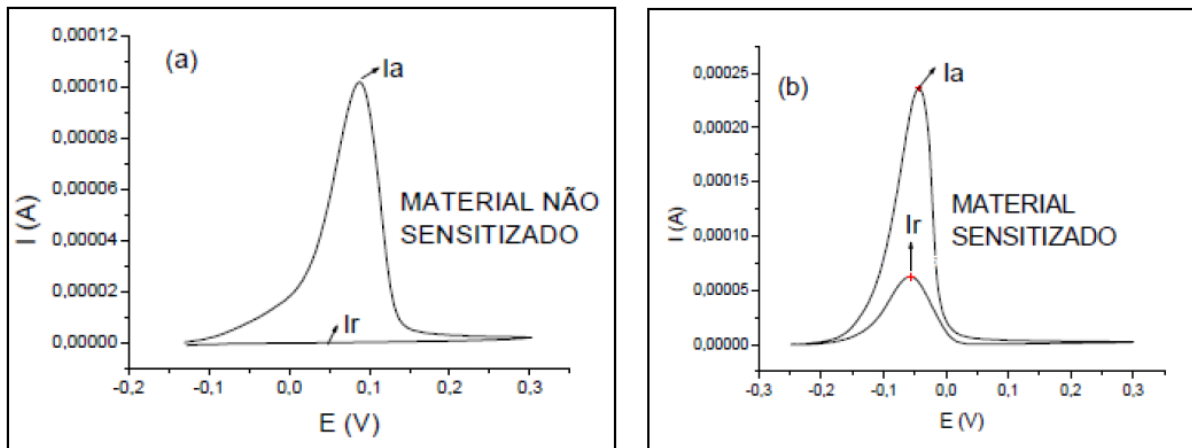


Figura 14: Curvas típicas obtidas através da técnica PERC para o material não sensitizado (a) e material sensitizado (b) [23].

Tabela 4: Correlação I_r/I_a com grau de sensitização [22].

Valor I_r/I_a	Interpretação do grão de sensitização
< 0,01	Não sensitizado
0,01 a 0,05	Levemente sensitizado
>0,05	Sensitizado

2.8.3. Corrosão por pites

Aços inoxidáveis são usados em várias aplicações graças à sua superior resistência à corrosão em relação a outros aços. Entretanto, são suscetíveis à corrosão por pites em algumas situações. Corrosão por pites é um tipo de corrosão localizada, e é uma das mais comuns e catastróficas causas de falha em estruturas metálicas. Ocorre devido à quebra do filme passivo do metal, causada pela heterogeneidade ou descontinuidade do filme [24]. Esse tipo de corrosão se refere a formação de cavidades microscópicas, chamadas de “pites”, na superfície metálica, e a sua formação inicial é difícil de ser detectada devido ao seu pequeno tamanho [11, 25].

O filme passivo gerado pelos metais é naturalmente autorregenerativo, ou seja, sempre que um dano é causado a ele, imediatamente a superfície se cobre com uma nova camada do filme. No entanto, sob certas condições, como na presença de íons halogênios, esse filme é

danificado em locais fracos, seja por adsorção e penetração, ou por penetração e migração de íons halogênicos agressivos. Os ânions agressivos reagem com os átomos de metal na interface filme/substrato e formam cloretos metálicos, que hidrolisam e formam hidróxido de metal, produzindo repassivação, e aumentando a acidez no local da reação. A diminuição do pH nesses locais aumenta a dissolução do metal e os elétrons liberados durante a dissolução são consumidos pela reação catódica que ocorre no filme passivo presente mais longe dos locais de pite. Esses eventos acontecem sequencialmente, levando a uma situação autocatalítica, aumentando o crescimento dos pites. A Figura 15 mostra o esquema dos eventos que ocorrem durante a corrosão por pites [11].

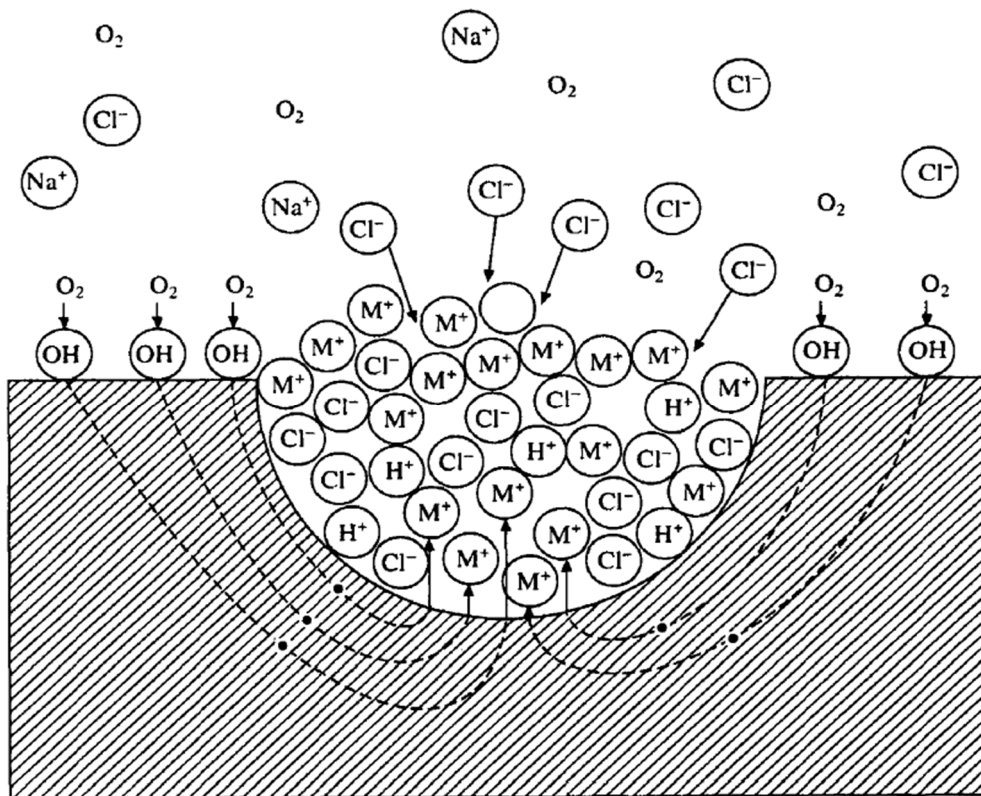


Figura 15: Esquema dos vários eventos que ocorrem durante o crescimento de pites [11].

Os pites ocorrem quando o potencial excede o valor crítico E_p na faixa passiva da curva de polarização. O valor de E_p diminui com o logaritmo da concentração dos ânions agressivos (A) de acordo com a Equação 3. A presença dos ânions inibidores (I) podem levar E_p para valores maiores. O potencial de inibição E_i aumenta com o logaritmo da concentração do inibidor (I) e diminui com a concentração do ânion agressivo (A), de acordo com a Equação 4 [26].

$$E_p = a - b \cdot \log[A] \quad (3)$$

$$E_i = a + b \cdot \log \frac{[A]}{[I]} \quad (4)$$

A quebra da passividade de vários metais e suas ligas ocorre devido a presença de íons agressivos, principalmente íons haleto. Os íons cloreto são relatados como causadores de danos severos ao filme passivo. Dependendo do potencial do eletrodo, do ambiente e das heterogeneidades na superfície do metal, a quebra do filme resulta em corrosão geral ou corrosão localizada. Muitas teorias e modelos estão disponíveis para explicar a quebra do filme passivo. Considerando o início do ataque de pite, ou a corrosão por fresta subsequente à quebra do filme passivo, os seguintes pontos são importantes de serem considerados: (1) presença de íons agressivos, (2) superação do potencial crítico, (3) tempo de indução para que ocorra a quebra, (4) presença de locais suscetíveis na superfície metálica. E os três principais mecanismos discutidos na literatura para a quebra de filmes passivos são conhecidos como mecanismo de penetração, mecanismo de adsorção e mecanismo de quebra de filme [11].

Em geral, a maioria dos pesquisadores reconhece dois estágios de ataque de pite, que são a nucleação dos pites na superfície passivada do metal e o crescimento dos pites. Há várias explicações na literatura sobre as teorias e os conceitos envolvidos na corrosão por pites, e vários mecanismos diferentes para o início e o crescimento dos pites já foram propostos. E em todos esses mecanismos, é aceito que os pites se propagam como resultado do desenvolvimento e manutenção de um ambiente local agressivo. Sobre a nucleação dos pites, vários fatores são considerados, como heterogeneidades no metal, trincas e regeneração lenta do filme, desenvolvimento de uma acidez crítica nas falhas microscópicas, e adsorção de cloreto ou incorporação em áreas localizadas. Quando um pite é iniciado, e seu crescimento alcança um estado estável, ele chega ao estágio de propagação [11]. A Figura 16 mostra as várias formas de pite, segundo a ASTM [27].

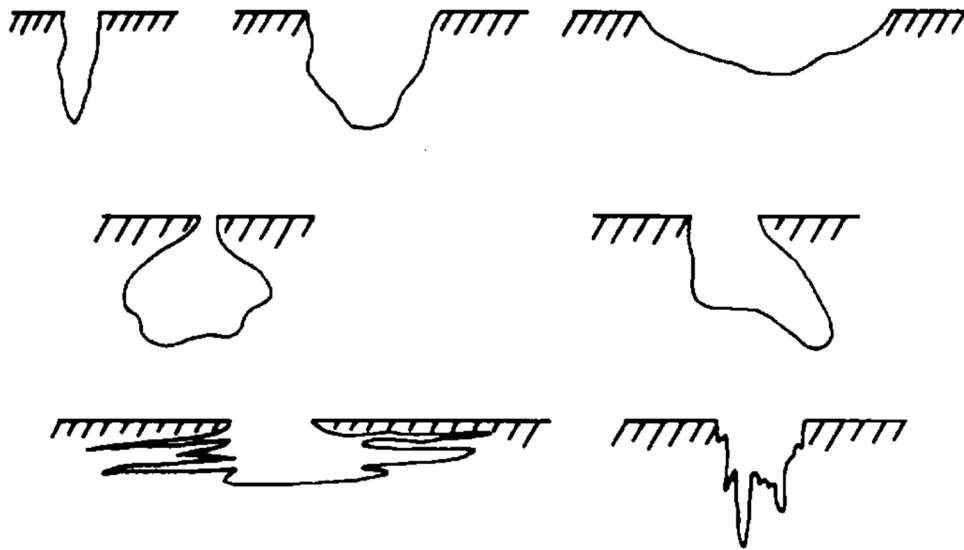


Figura 16: Várias formas de pite, segundo a ASTM [27].

Tanto o potencial de pite (E_{PITE}), quanto o potencial de circuito aberto (E_{PCA}) podem ser determinados através da técnica de polarização potenciodinâmica cíclica. A norma ASTM G61 especifica os procedimentos necessários para a realização desse ensaio. Nessa técnica são utilizados um eletrodo de referência, um contra-eletrodo, uma solução contendo 3,56% (em peso) de cloreto de sódio dissolvido em água destilada, uma célula de polarização, e uma amostra do material que se deseja analisar. Para a realização do ensaio, os eletrodos são imersos na solução, dentro da célula de polarização, junto com a amostra. E assim é possível observar a densidade de corrente no material [28].

Primeiramente é possível registrar o potencial de circuito aberto, que é o potencial de corrosão no momento anterior ao início da polarização. Posteriormente é possível observar a variação da densidade de corrente ao longo do ensaio, que dura cerca de 1h. O início da corrosão acontece quando há um rápido aumento da corrente anódica. Esse rápido aumento também indica que o potencial de pite foi atingido. A corrente aumenta rapidamente, e quando atinge um certo valor, a direção de varredura do potencial é revertida. Assim, a densidade de corrente volta a decrescer, e a varredura na direção catódica segue até as curvas ascendente e descendente se cruzarem [4, 28]. A Figura 17 exhibe as curvas representativas da polarização potenciodinâmica cíclica, presentes na norma ASTM G61 [28]

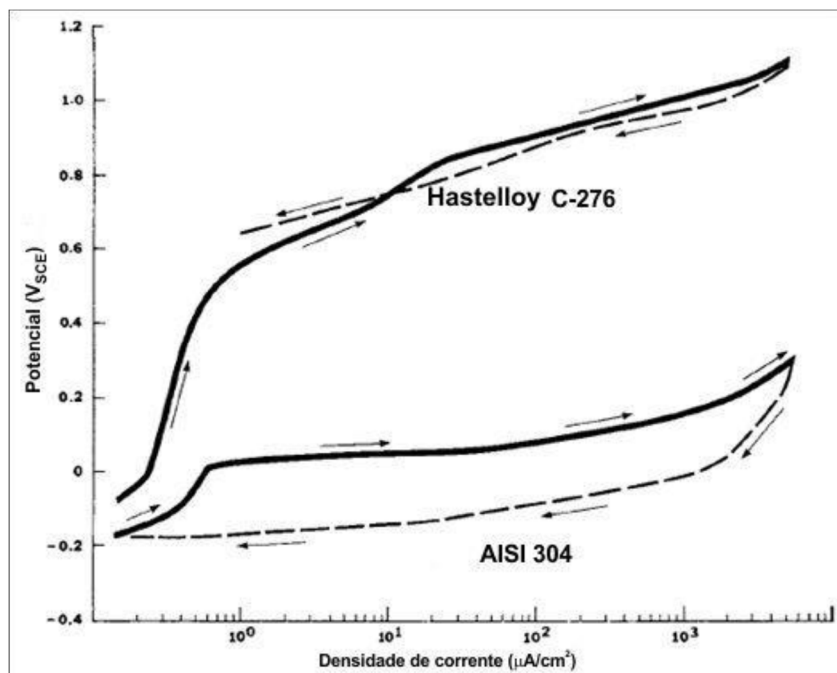


Figura 17: Curvas representativas da polarização potenciodinâmica cíclica de duas ligas distintas [28].

Capítulo 3

Materiais e Métodos

Este capítulo é destinado à descrição dos materiais utilizados neste trabalho, assim como os métodos de análise e ensaios usados para a obtenção dos resultados que serão discutidos posteriormente, no Capítulo 4.

3.1. Material

Para o desenvolvimento desta pesquisa, foram utilizadas amostras do aço inoxidável austenítico AISI 317L, retiradas de uma chapa laminada com a espessura de 8 mm. A Tabela 5 exhibe a composição química do aço inoxidável estudado, conforme dados do fabricante.

Tabela 5: Composição química do aço AISI 317L utilizado [4].

Elemento	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo
% Peso	0,024	1,34	0,47	0,003	0,031	18,13	11,41	3,02

3.2. Preparação das amostras

As amostras foram cortadas com a utilização de uma serra de fita, no Laboratório de Pesquisa em Usinagem (LABUS) do CEFET/RJ, nas dimensões 15 mm x 15 mm x 8 mm, totalizando oito amostras, distribuídas para as análises de microscopia, ferritoscopia, microdureza e testes de resistência à corrosão. Após a etapa de corte, as amostras foram distribuídas segundo a Tabela 6.

Tabela 6: Distribuição e identificação das amostras.

Origem	Identificação das amostras	Dimensões (mm)	Quantidade
Como recebido	CR	15 x 15 x 8	2
Envelhecido a 600°C	E600	15 x 15 x 8	2
Solubilizado a 1070°C	S1070	15 x 15 x 8	2
Solubilizado e envelhecido a 600°C	SE600	15 x 15 x 8	2
Total			8

3.3. Procedimentos de Solubilização

O procedimento de solubilização foi realizado em um forno tipo mufla no Laboratório de Soldagem (LASOL), do CEFET/RJ. No procedimento, o forno foi aquecido até a temperatura de 1070°C, dentro da faixa correspondente a temperatura de solubilização do aço AISI 317L. Sendo controlada por um termômetro acoplado ao forno. Quatro das oito amostras cortadas foram ao forno, mantidas por 40 minutos na temperatura indicada, até o posterior resfriamento em água à temperatura ambiente.

3.4. Envelhecimento Térmico

O tratamento de envelhecimento térmico foi realizado no forno tipo mufla, no Laboratório de Soldagem (LASOL), do CEFET/RJ, na temperatura de 600°C, para simular algumas aplicações do aço AISI 317L em serviço, por um período de 192 horas, seguido de resfriamento em água à temperatura ambiente. O tratamento foi realizado em 2 amostras solubilizadas e em 2 amostras como recebidas, para efeito comparativo posterior.

3.5. Análise Microestrutural

3.5.1. Preparo das Amostras

Após a finalização dos tratamentos térmicos, as amostras foram preparadas no Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ. As amostras foram embutidas em resina termofixa de cura a quente (baquelite) usando uma embudidora PRE 30 da Arotec.

Concluído o embutimento das amostras, foi realizado um processo cuidadoso de lixamento, em meio úmido, com afinamento progressivo das lixas (100, 220, 320, 400, 600 e 1200 *mesh*) e polidos utilizando pasta de diamante (6 μm , 3 μm e 1 μm). Esse procedimento foi realizado com o auxílio de uma politriz Aropol 2V da Arotec.

3.5.2. Microscopia Ótica (MO)

As amostras nas quatro diferentes condições estudadas foram analisadas no microscópio ótico Olympus BX60M, no LAMAT, localizado no CEFET/RJ, com o objetivo de identificar mudanças microestruturais entre elas. A preparação das amostras consistiu da técnica convencional de lixamento e polimento mecânico, seguido do emprego de ataque químico com o reagente Behara por 20 segundos. Behara é uma solução aquecida, composta por 20 ml de HCL em 100 ml de H₂O destilada + 0,3g de metabissulfito de potássio, que é usada no intuito de revelar as fases de ferrita (δ) e austenita (γ).

3.5.3. Permeabilidade Magnética

Com o objetivo de quantificar a decomposição da ferrita (δ), que ocorre devido à precipitação de fases intermetálicas, foi utilizado o ferritoscópio Helmut Fischer® FMP30, pertencente ao Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ, cuja medida é baseada na permeabilidade magnética da fase ferrítica. Este equipamento é mostrado na Figura 18 [29].



Figura 18: Ferritoscópio Helmut Fischer®.

O equipamento apresenta a vantagem de ser portátil, o que permite realizar as medições de forma ágil e sem a necessidade de remoção de material do equipamento ou tubulação. O seu princípio de funcionamento, é apresentado na Figura 19.

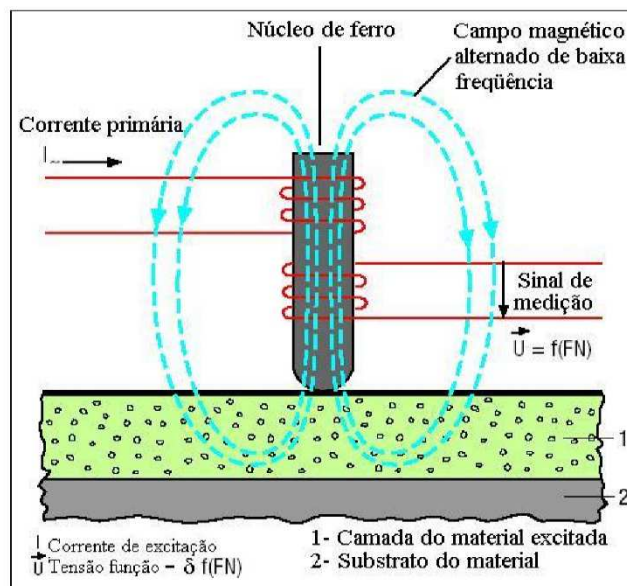


Figura 19: Princípio de funcionamento do ferritoscópio [28].

O princípio de funcionamento deste equipamento é demonstrado por um campo magnético gerado por uma bobina que interage com a(s) fase(s) magnética(s) da amostra. As

mudanças no campo magnético (B) induzem uma voltagem proporcional ao conteúdo da fase ferromagnética em uma segunda bobina. Esta voltagem de saída é então avaliada. O sinal de leitura do ferritoscópio é proporcional ao teor da fase ferromagnética da amostra e a precipitação de fases intermetálicas na ferrita δ provocará uma diminuição da permeabilidade magnética (μ).

A medida é realizada através da variação específica da ferrita (δ) obtida no ferritoscópio, dada pelas diferenças de leituras entre a condição inicial (δ_i) e a uma determinada condição de envelhecimento térmico (δ_e), em relação ao valor inicial da ferrita (δ_i) [30]. Desta forma, o valor resultante é considerado proporcional à variação de permeabilidade magnética registrada pelo instrumento, acarretada pela precipitação de fases intermetálicas, conforme a Equação 5.

$$\Delta\mu \propto \left(\frac{\Delta\delta}{\delta_i}\right) = \left(\frac{\delta_i - \delta_e}{\delta_i}\right) \quad (5)$$

Onde:

$\Delta\delta/\delta_i$: Variação específica da ferrita (δ) medida no ferritoscópio.

δ_i : Percentual de ferrita (δ) na condição sem envelhecimento térmico medida pelo ferritoscópio.

δ_e : Percentual de ferrita (δ) na condição de envelhecimento medida pelo ferritoscópio.

3.6. Ensaio de Microdureza

O método adotado para determinação da resistência mecânica e identificar os efeitos de cada tratamento na dureza das amostras foi o ensaio de microdureza Vickers (HV), em que o equipamento aplica uma força no corpo de prova por meio de um penetrador de diamante, de geometria piramidal. A resistência à penetração representa uma indicação correspondente da resistência mecânica do material.

Foi utilizado um Microdurômetro Vickers/Knoop, modelo 422MVD, da marca Instron-Wilson no Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ. E aplicada uma carga de 4,9 N (500gf), com um tempo de carregamento de 15 segundos, respeitando uma distância apropriada entre as endentações, conforme a Norma ASTM E 384 [31].

Para garantir uma impressão nítida e exatidão nos resultados, foram seguidos procedimentos padrões de preparação da superfície dos corpos de prova, com lixamento e polimento. Posteriormente foram realizadas 4 medições de dureza para cada condição deste estudo.

3.7. Ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC)

O ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC ou “DL-EPR”) foi realizado no Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ. Este procedimento laboratorial é um método de teste capaz de quantificar por meio de um ensaio não destrutivo o grau de sensitização do aço, auxiliando na avaliação da susceptibilidade do material à corrosão intergranular.

Para a realização dos ensaios foram utilizados um potenciostato galvanostato Autolab modelo PGSTAT204 e o software NOVA 2.1, uma solução aquosa, segundo a norma ASTM G108 [32], que consiste em $2M\ H_2SO_4 + 0,01M\ KSCN$, e uma célula eletroquímica com três eletrodos, o de trabalho, preparado por métodos descritos no item 3.3, o contra eletrodo de platina e o eletrodo de referência em calomelano saturado. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente ($25^\circ C$).

Durante os 20 minutos iniciais de varredura ocorre a estabilização do potencial de circuito aberto. Em seguida, a taxa de varredura foi aumentada no sentido anódico em $1\ mV/s$ até atingir $300\ mV_{SCE}$. Após atingir este valor, a varredura foi invertida no sentido catódico, com a mesma taxa 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 (I_r), obtida pela polarização catódica, e de corrente de ativação (I_a) na varredura durante a polarização anódica. Os dados gerados pelos ensaios foram exportados e tratados graficamente. A Figura 20 demonstra o esquema da célula eletrolítica utilizada. Os eletrodos de trabalho, apresentados na Figura 21, foram preparados seguindo a norma ASTM G 108 [32].

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 exposição localizada no centro da amostra, conforme apresentado na Figura 21.

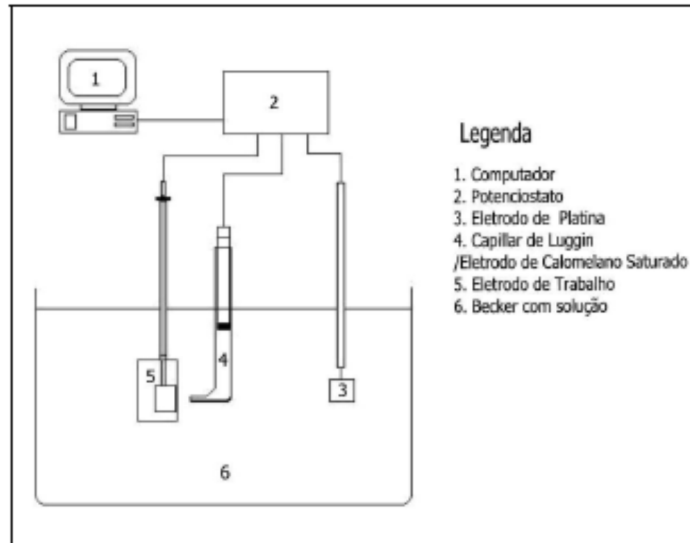


Figura 20: Esquema da célula eletrolítica [4].

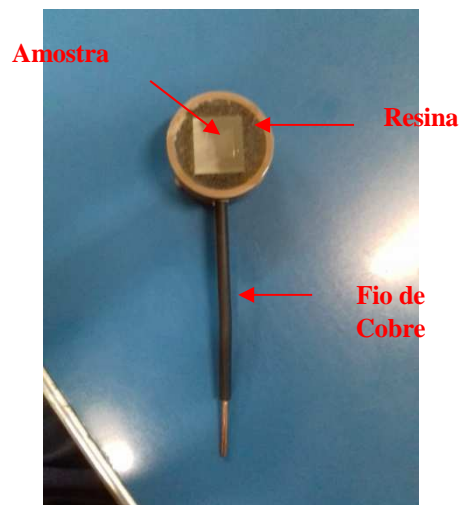


Figura 21: Eletrodo de trabalho.

3.8. Ensaio Potenciodinâmico Cíclico

Também no Laboratório de Materiais (LAMAT), do CEFET/RJ, foi realizado o ensaio potenciodinâmico cíclico para avaliar a susceptibilidade do material à corrosão por pite. A célula eletrolítica consiste de um eletrodo de trabalho, um contra eletrodo de platina e um eletrodo de referência de calomelano saturado.

O ensaio de polarização potenciodinâmica cíclica imprime uma curva de polarização que possibilita a determinação do potencial de pite (E_{PITE}) e do potencial de repassivação (E_{REP}) através de uma varredura contínua de potencial. A varredura é iniciada a partir do potencial de circuito aberto (E_{PCA}), com duração aproximada de 20 minutos, tempo necessário para iteração entre amostra e solução, onde impõe-se um potencial em relação ao eletrodo de calomelano saturado de $1 \text{ mV}_{SCE/s}$ e uma densidade de corrente de 1 mA/cm^2 .

A montagem da célula foi feita da mesma forma descrita no item 3.7, mas neste caso, a célula foi mergulhada numa solução de 3,5 % de NaCl e mantida à temperatura ambiente, conforme a norma ASTM G 61 [28]. Os eletrodos de trabalho foram preparados conforme a descrição no item 3.7.

No gráfico densidade *versus* potencial, que pode ser observado na Figura 17, é possível determinar o potencial de pite (E_{PITE}), correspondente ao pico de corrente, verificado no cruzamento das retas tangentes indicadas no gráfico. É nesse ponto que começa a formação de pite, quanto maior for esse potencial, maior a resistência à corrosão do aço à formação de pite. O potencial de repassivação (E_{REP}), é ponto em que as curvas de varredura nos sentidos anódico e catódico se cruzam. Quanto menor for o potencial de repassivação mais danificada está a estrutura da superfície da amostra. Outro dado importante na comparação entre diferentes amostras é o intervalo entre o potencial de circuito aberto até o potencial de pite. Nesse intervalo, o aço está passivo, ainda não formou pite. Significa que quanto maior for esse intervalo, maior será a resistência a corrosão do aço.

Capítulo 4

Resultados e Discussão

Este capítulo descreverá os resultados obtidos nos ensaios e testes realizados durante o desenvolvimento deste trabalho. Nele serão apresentados os resultados atingidos após as análises, seguindo a sequência: Análise microestrutural, percentual de ferrita, microdureza, Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC) e Ensaio Potenciostático Cíclico.

4.1. Análise Microestrutural

A Figura 22 apresenta o aspecto microestrutural da amostra como recebida, observada por microscopia ótica (MO). O reagente Behara foi usado com o objetivo de revelar as fases de ferrita (δ) e austenita (γ). Observa-se pela Figura que na condição como recebido, a microestrutura da amostra consiste em austenita (γ) e ferrita (δ), isenta da precipitação de fases intermetálicas (FI's).

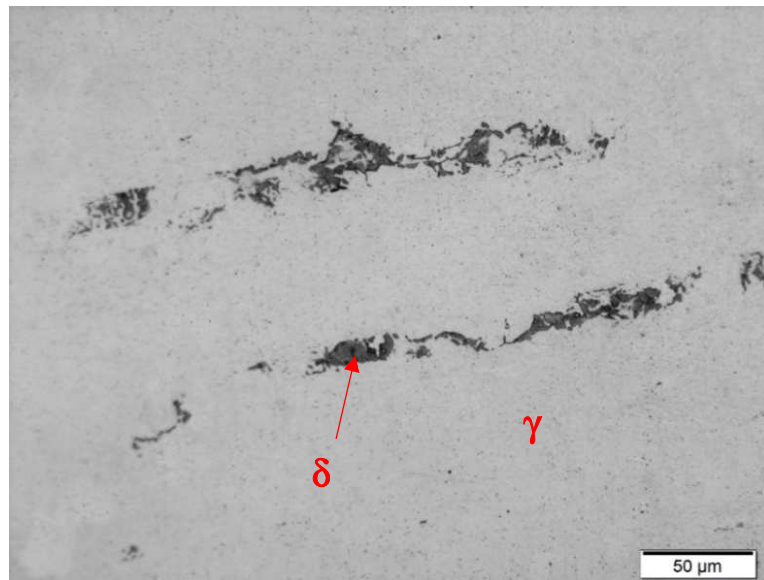


Figura 22: Aspecto microestrutural da amostra na condição de CR observado por MO. Ataque: Behara.

A Figura 23 mostra a microestrutura da amostra solubilizada. Pela Figura, verifica-se que o tratamento de solubilização diminuiu consideravelmente o percentual de ferrita (δ). Por

outro lado, conforme estudado por ISHIDA [17], com o aço 316L, foi concluído que o tratamento térmico de solubilização não é efetivo na remoção completa de ferrita (δ).

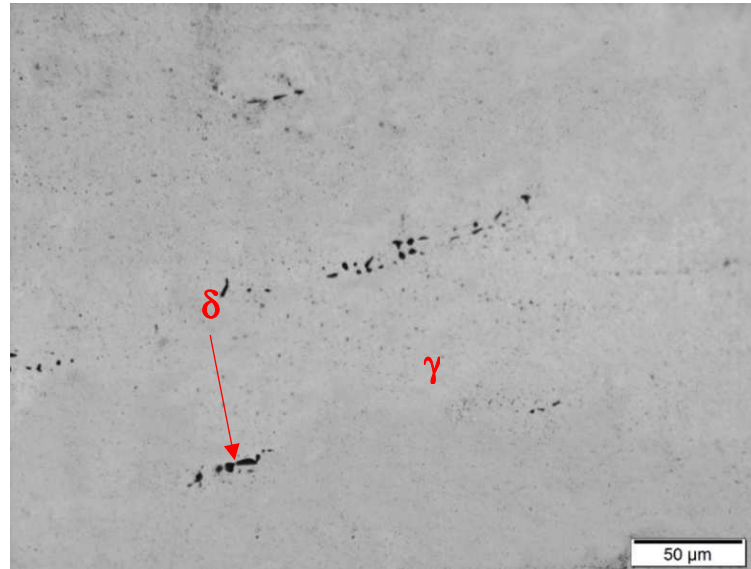


Figura 23: Aspecto microestrutural da amostra na condição de solubilizada a 1070°C por 40 minutos observado por MO. Ataque: Behara.

A Figura 24 apresenta a microestrutura da amostra após ser submetida ao tratamento de envelhecimento térmico a 600°C por 192 horas. Pela Figura, percebe-se com clareza o surgimento de fases intermetálicas na ferrita (δ). Padilha [30] indica que essa fase intermetálica pode corresponder a fase sigma (σ) ou chi (χ). Esse resultado está relacionado ao teor de molibdênio do aço 317L que aumenta a cinética de precipitação da fase σ . A precipitação da fase sigma (σ) não causa apenas perdas ductilidade e tenacidade do aço, mas também reduz sua resistência à corrosão, removendo cromo e molibdênio da matriz austenítica.

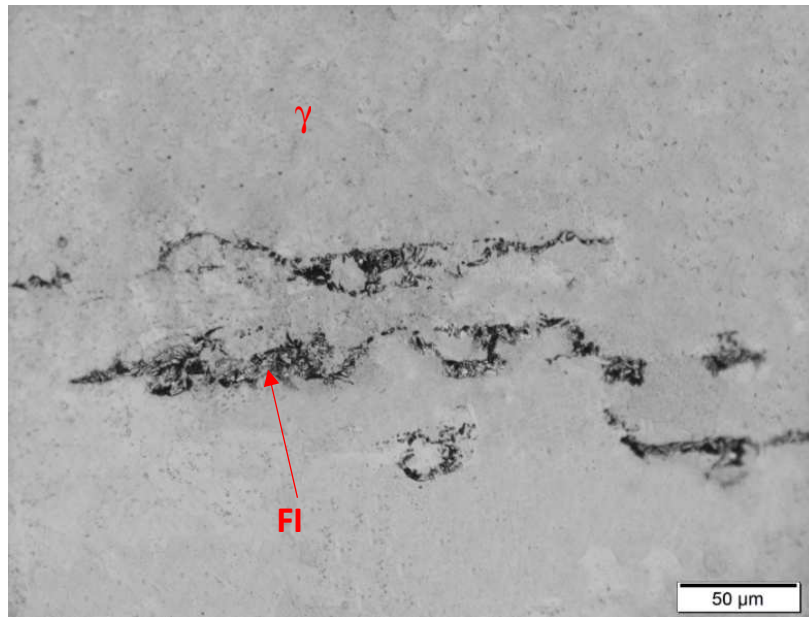


Figura 24: Aspecto microestrutural da amostra na condição de envelhecida a 600°C por 192 horas observado por MO. Ataque: Behara.

É apresentada a seguir a Figura 25, cuja amostra foi submetida aos tratamentos de solubilização e envelhecimento térmico. Verifica-se que sob estas condições, anteriormente descritas, há também a presença de FI's, podendo corresponder às fases sigma (σ) ou chi (χ), assim como foi observado para a amostra sujeita apenas ao envelhecimento térmico a 600°C por 192 horas. Isso pode ter ocorrido porque o envelhecimento térmico de todas as amostras foi realizado nas mesmas condições.

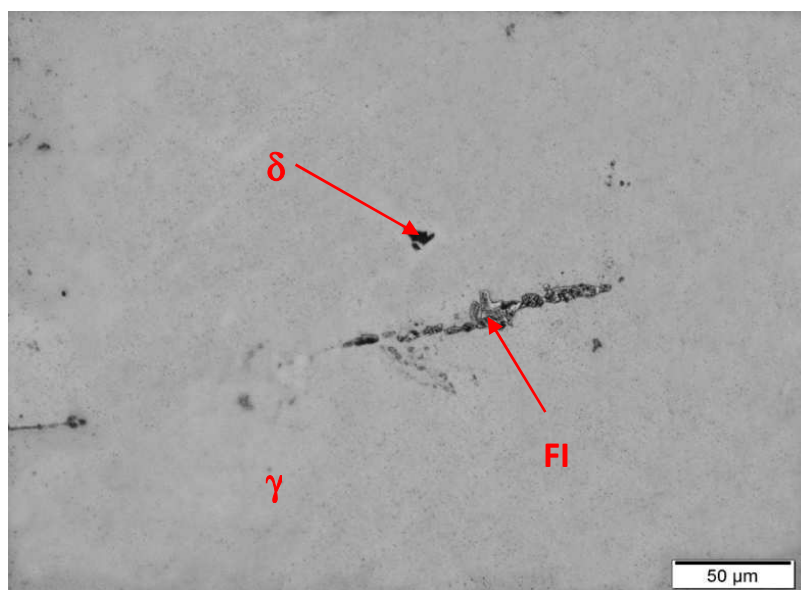


Figura 25: Aspecto microestrutural da amostra na condição de solubilizada a 1070°C e envelhecida a 600°C por 192 horas observado por MO. Ataque: Behara.

4.2. Permeabilidade Magnética

A Figura 26 mostra que, a partir dos tratamento de solubilização e envelhecimento, há uma redução percentual da ferrita δ , tendo em vista o surgimento de fases intermetálicas na ferrita δ . A queda mais acentuada do teor de ferrita (δ) é percebida na comparação entre a amostra como recebida e a amostra submetida apenas ao tratamento de solubilização. Esse resultado é compatível com o resultado apresentado na microscopia ótica (Figura 23).

A precipitação de fases intermetálicas na ferrita δ provoca uma diminuição da permeabilidade magnética [29]. Ao comparar o teor de ferrita δ das amostras como recebida e solubilizada e envelhecida, evidencia-se a amplitude entre estes respectivos percentuais, o que pressupõe a precipitação de fases intermetálicas na amostra solubilizada e envelhecida, dado o seu menor teor de ferrita δ dentre todas as amostras deste estudo. O resultado está de acordo com o esperado, visto que o envelhecimento estimula a formação de carbeto e de fases intermetálicas, que são paramagnéticos.

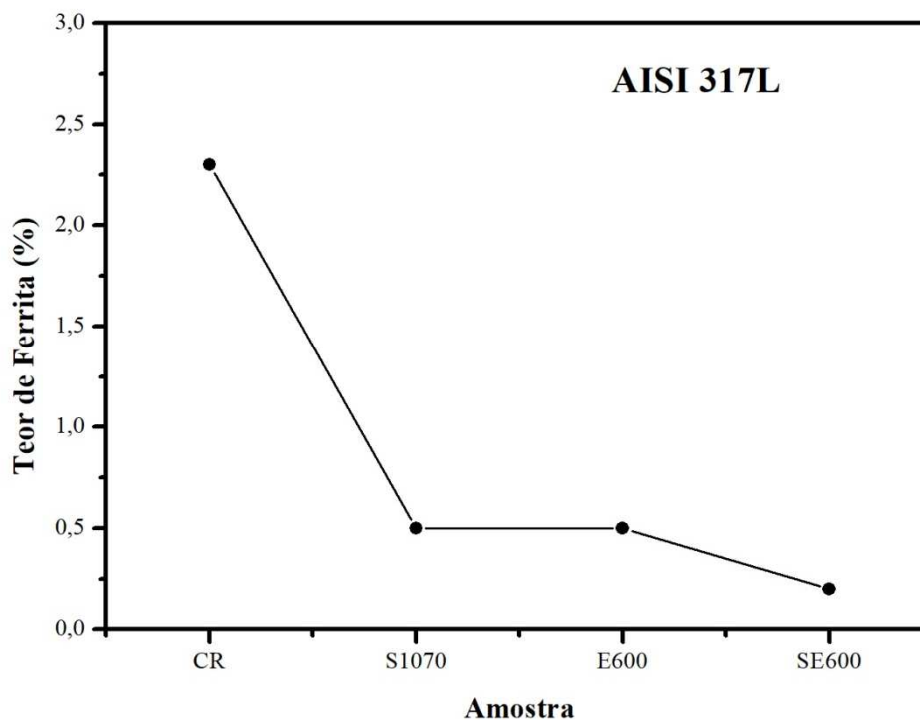


Figura 26: Teor de ferrita (δ) para cada condição.

4.3. Análise de Microdureza

Os resultados do ensaio de microdureza estão apresentados por médias das quatro medidas realizadas em cada condição de estudo na Figura 27, conforme descrito no item 3.6.

Observam-se reduções acentuadas na dureza média quando há a comparação entre as amostras como recebida e solubilizada à 1070°C, e quando há a comparação da amostra envelhecida à 600°C com a amostra solubilizada e envelhecida. Isso pode ser atribuído a dissolução da ferrita (δ) e fases intermetálicas precipitadas no tratamento de solubilização. Esse resultado converge com os resultados obtidos no ensaio de permeabilidade magnética.

Verifica-se também uma variação pouco significativa na microdureza das amostras que sofreram envelhecimento térmico. De pouco menos de 2 HV na comparação entre a amostra como recebida e a amostra envelhecida. E de apenas 8 HV na solubilizada em comparação com a solubilizada e envelhecida.

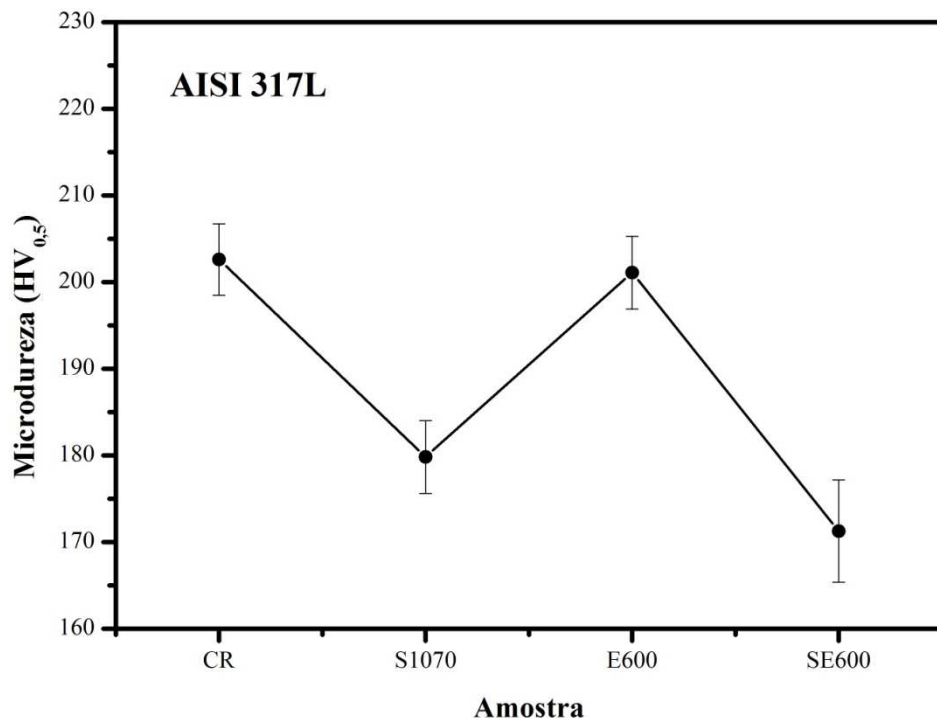


Figura 27: Microdureza média de cada condição.

4.4. Ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC)

A Tabela 7 indica os valores obtidos para a razão entre a corrente de ativação, I_a , e a corrente de reativação, I_r , em cada uma das condições analisadas. As Figuras 28, 29 e 30 exibem as curvas obtidas no ensaio PERC nas condições de como recebido, envelhecido a 600°C por 192 horas, e solubilizado a 1070°C, respectivamente.

As amostras não apresentaram sensitização, visto que a razão entre I_a/I_r em todas as curvas foi menor que 0,01, conforme a Tabela 4, e como pode ser observado nas figuras. E como a amostra envelhecida não apresentou sensitização, seria possível pressupor, sem a realização do ensaio PERC, que a amostra solubilizada e envelhecida também não apresentaria sensitização, já que o envelhecimento térmico das duas amostras foi realizado nas mesmas condições.

Os resultados obtidos no ensaio PERC estão coerentes para todas as condições analisadas. Segundo Farneze [4], esse material envelhecido a 550°C por 300 horas apresenta uma leve sensitização, o que significa que a 600°C, que é uma temperatura próxima de 550°C, é normal que as amostras não apresentem sensitização em um envelhecimento de 200 horas, e é normal que as amostras que não sofreram envelhecimento térmico também não apresentem sensitização. Ou seja, para que o material apresente sensitização a 600°C, é necessário um tempo maior de envelhecimento.

Tabela 7: Resultados do ensaio PERC.

Ensaio PERC	
Condição Analisada	I_r/I_a
Como Recebido	5,960E-04
Envelhecido	4,480E-03
Solubilizado	2,309E-03

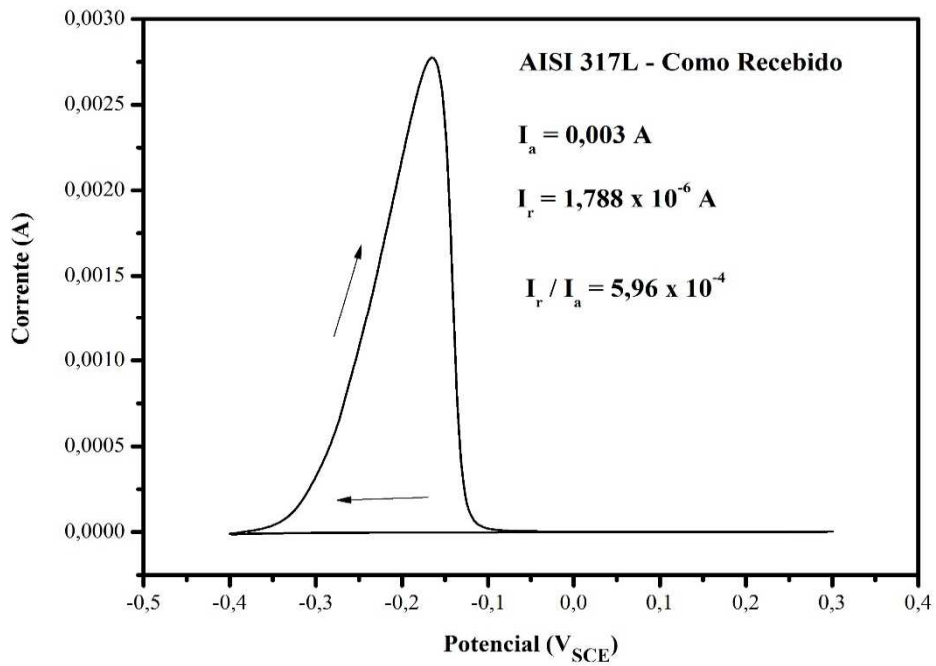


Figura 28: Gráfico obtido pelo ensaio PERC na amostra como recebida.

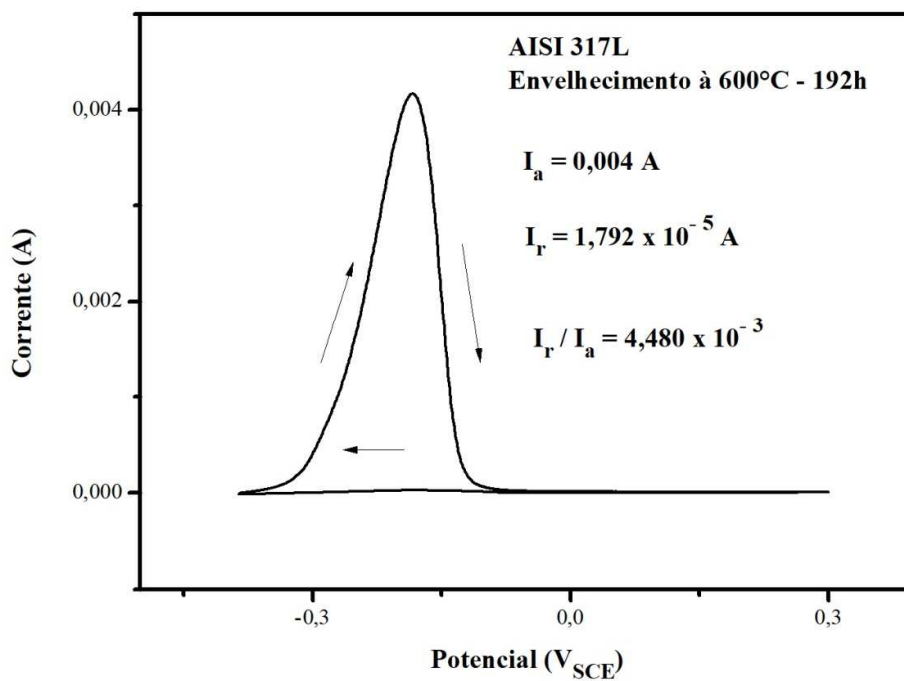


Figura 29: Gráfico obtido pelo ensaio PERC na amostra envelhecida a 600°C por 192 horas.

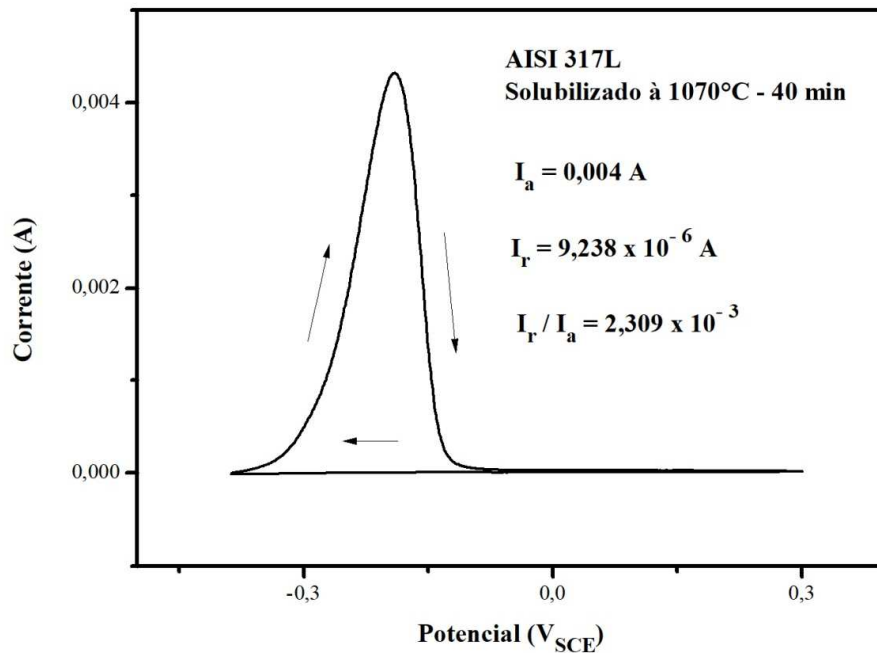


Figura 30: Gráfico obtido pelo ensaio PERC na amostra solubilizada a 1070°C por 40 minutos.

4.5. Ensaio Potenciodinâmico Cíclico

As curvas de polarização potenciodinâmica cíclica foram levantadas segundo a norma ASTM G-61, empregando a metodologia descrita no item 3.8 [28]. A Figura 31 exibe as curvas obtidas para cada condição do estudo. Pelo ensaio potenciodinâmico cíclico, pode-se determinar o potencial crítico de pite (E_{PITE}) e o potencial de circuito aberto (E_{PCA}). Quanto maior for o valor de E_{PITE} , mais elevada é a resistência à corrosão por pites do material. A diferença dos potenciais ($E_{PITE} - E_{PCA}$) representa o intervalo de passivação, sendo proporcional ao aumento de resistência à corrosão por pite [4]. A Tabela 8 apresenta os potenciais e os intervalos de passivação de todas as condições analisadas.

Comparando-se os resultados das amostras envelhecida com a amostra solubilizada e envelhecida, verificam-se valores próximos de potencial de pite, o que indicaria uma tendência de resistência a esse tipo de corrosão parecida entre as amostras. Entretanto o valor superior do intervalo de passivação da amostra solubilizada e envelhecida indica uma melhor resistência a corrosão por pite. Isso ocorre porque o intervalo de passivação ($E_{PITE} - E_{PCA}$) é influenciado pelo valor bem inferior de potencial de circuito aberto, que retarda a formação de pite.

Portanto, verifica-se que o tratamento de solubilização colabora com a manutenção dos elementos de liga em solução sólida na matriz austenítica, homogeneizando a distribuição de cromo e molibdênio no material de forma a evitar descontinuidades no filme passivo, conferindo maior resistência a corrosão por pite em relação às outras condições analisadas [13].

Verifica-se que as amostras que passaram pelo tratamento de envelhecimento responderam como menor resistência à corrosão por pite. Fato associado ao aumento da precipitação de fases intermetálicas durante o tratamento, por consequência, provocando um empobrecimento de cromo e molibdênio em regiões próximas a essas fases, facilitando a propagação e crescimento de pites nestas regiões.

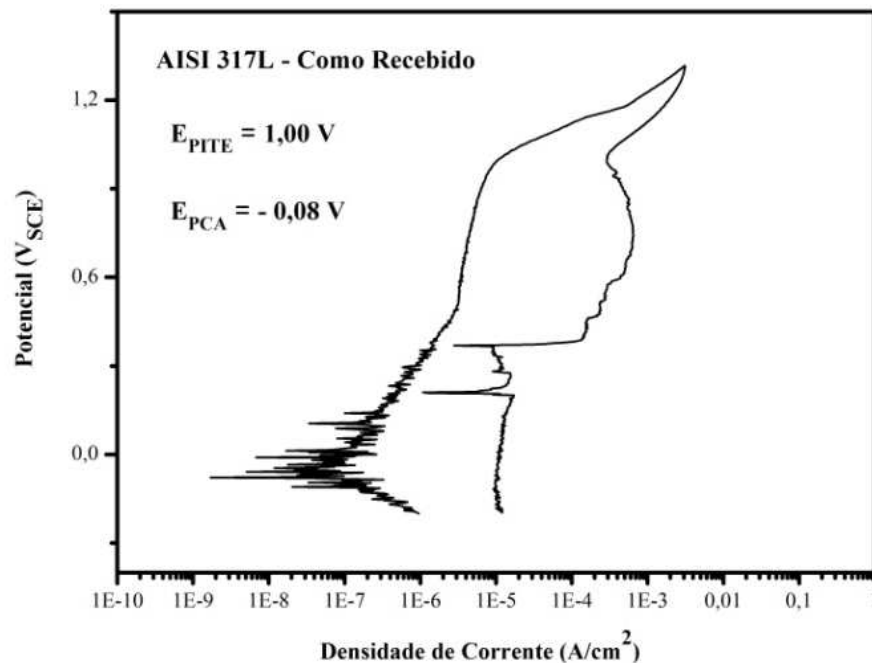


Figura 31: Curvas de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra como recebida.

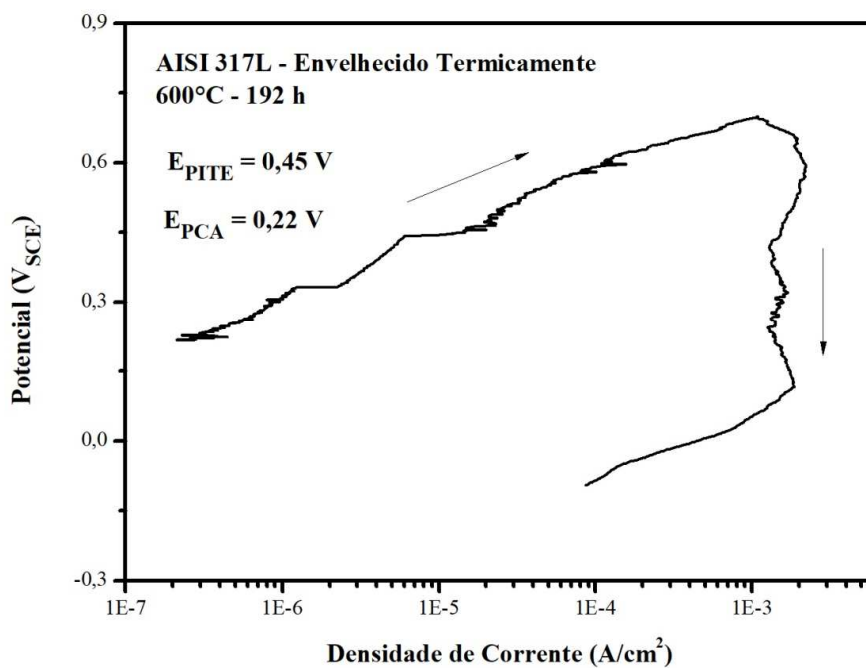


Figura 32: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra envelhecida a 600°C por 192 horas.

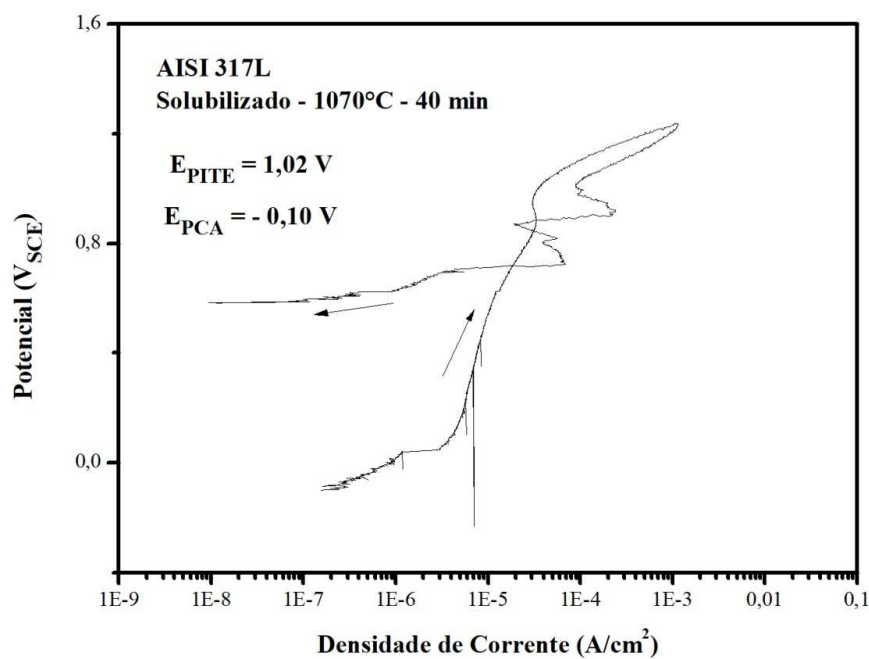


Figura 33: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra solubilizada a 1070°C por 40 minutos.

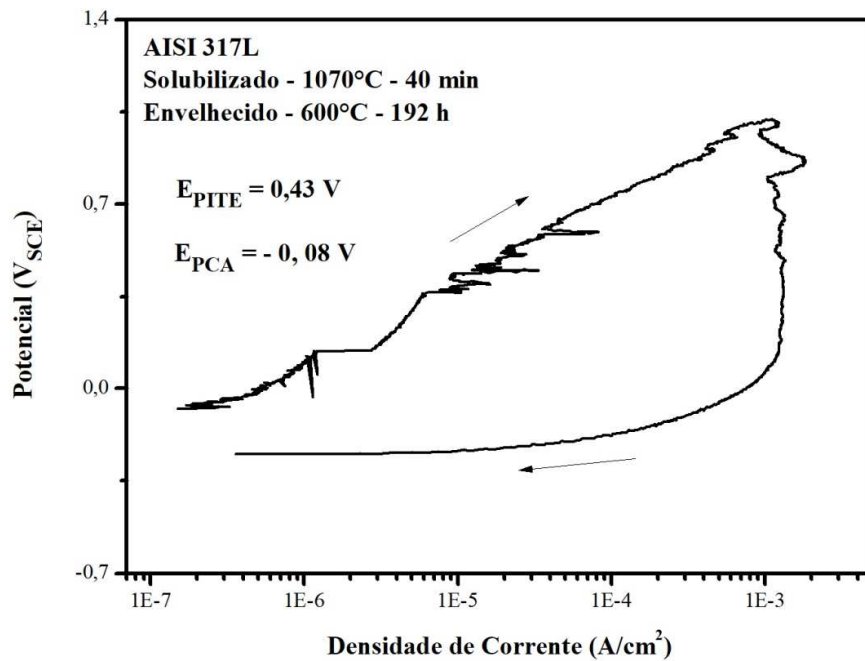


Figura 34: Curva de polarização potenciodinâmica cíclica na amostra solubilizada a 1070°C por 40 minutos e envelhecida a 600°C por 192 horas.

Tabela 8: Parâmetros obtidos das curvas de polarização potenciodinâmica cíclica.

CONDIÇÃO	E_{PCA} (V _{SCE})	E_{PITE} (V _{SCE})	$E_{PITE} - E_{PCA}$ (V _{SCE})
Solubilizado 1070°C	-0,10	1,02	1,12
Como recebido	-0,08	1,00	1,08
Sol. 1070°C e Env. 600°C	-0,08	0,43	0,51
Envelhecido 600°C	0,22	0,45	0,23

Capítulo 5

Conclusões

Esse capítulo apresentará as conclusões obtidas com base nos resultados apresentados, considerando o objetivo proposto, para o presente trabalho, de analisar a influência dos tratamentos de solubilização, realizado na temperatura de 1070°C por 40 minutos, e envelhecimento térmico, realizado na temperatura de 600°C por 192 horas, na resistência à corrosão do aço inoxidável AISI 317L. As conclusões são as seguintes:

- 1) Os tratamentos de solubilização a 1070°C e de envelhecimento térmico por 192h a 600°C, quando realizados sozinhos, apresentaram diminuição do teor de ferrita (δ) bastante similar.
- 2) O envelhecimento no aço AISI 317L a 600°C por 192h originou a precipitação de fases intermetálicas na ferrita (δ). Essas fases podem corresponder a fase sigma (σ) e a fase chi (χ).
- 3) Houve redução nos valores de dureza das amostras que passaram pelo tratamento de solubilização devido à considerável diminuição do percentual de ferrita δ . O tratamento de envelhecimento térmico não contribuiu, de modo significativo, com a variação de valores de dureza do material.
- 4) O ensaio de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC) demonstrou que as amostras envelhecidas por 192 horas a 600°C não apresentaram sensitização. Sendo assim, presume-se que, para esta temperatura, seja necessário um tempo maior de envelhecimento para que o aço sensitize.
- 5) O ensaio Potenciodinâmico Cíclico permitiu verificar que ao realizar o tratamento de solubilização, o material apresentou maior resistência à corrosão por pites devido à permanência dos elementos de liga em solução sólida na matriz austenítica.
- 6) A redução da resistência a corrosão por pite nas amostras que sofreram envelhecimento térmico se verifica, devido a precipitação de fases intermetálicas.

Capítulo 6

Sugestões para trabalhos futuros

Esse capítulo tem como objetivo sugerir a criação de novos projetos relacionados ao aço AISI 317L e outros aços inoxidáveis austeníticos, oferecendo sugestões para trabalhos futuros, para assim continuar o processo de pesquisa. Com base nos resultados dos ensaios e análises realizados no presente trabalho, abaixo estão listadas algumas proposições:

- 1) Avaliar a influência do envelhecimento térmico no aço AISI 317L para maiores tempos e em maiores temperaturas.
- 2) Análise comparativa das microscopias do aço AISI 317L sob os efeitos dos tratamentos de solubilização e envelhecimento térmico, utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), nas condições utilizadas neste trabalho.
- 3) Avaliar a influência do tratamento térmico de solubilização na tenacidade e ductilidade do aço AISI 317L.
- 4) Avaliar a influência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento térmico na resistência a corrosão de outros aços inoxidáveis austeníticos.

Referências Bibliográficas

- [1] MODENESI, P. J.; **Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis**. São Paulo: Associação Brasileira de Soldagem, 2001.
- [2] TELLES, P. C. S.; **Materiais para Equipamentos de Processo**. Rio de Janeiro: Ed. Interciência, 2003.
- [3] ECKSTEIN, C. B.; MATSUO, T.T.; BEKER, H.A.; JATKOSKI, E.; NAPOLIÃO, M.E. **Envelhecimento de Tubos de Aço Inoxidável 317L em Ambiente de Temperatura Elevada**. In: *11ª Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, Ipojuca, PE, Maio, 2011.
- [4] FARNEZE H. N. **Efeitos do Envelhecimento Térmico nas Propriedades Mecânicas e na Resistência à Corrosão de Metais de Solda de Aço AISI 317L pelos processos GTAW e FSW**. Tese de doutorado. Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2016.
- [5] FERREIRA, R. C. **Estudo da Formação da Fase Sigma Em Aços Inoxidáveis Austeníticos - Foco nas ligas 317, 317L e 317LN**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.
- [6] ISSF International Stainless Steel. Disponível em: http://www.worldstainless.org/what_is_stainless_steel/history> acesso em 10/11/2018.
- [7] CARBÓ, H M. **Aço Inoxidável Aplicações e Especificação**, São Paulo: Acesita 2001.
- [8] ROLDÃO A. **Estudo do Efeito do Aporte Térmico nas Propriedades Mecânicas e Microestruturais do Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 Em Chapa Grossa, Soldado Pelo Processo GMAW**. Dissertação de Mestrado, UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS, Belo Horizonte, 2010
- [9] LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels**. Hoboken, EUA: John Wiley & Sons, Inc, 2005.
- [10] FARRAR, J. C. M. **The alloy tree: a guide to low-alloy steels, stainless steels and nickel-base alloys**. New York: Woodhead Publishing Limited, 2004. 213
- [11] KHATAK, H. S.; RAJ, B. **Corrosion of Austenitic Stainless Steels**. UK: Woodhead Publishing Limited, 2002.
- [12] PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades**. São Paulo: Hemus, 2004.
- [13] CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**, 7ª ed., Publicação da Associação Brasileira de metais, 2005.

- [14] LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K.L. **Recent developments in stainless steels**. *Materials Science and Engineering*. n. R65, p. 39-104, 2009.
- [15] PADILHA, A. F.; RIOS, P. R. **Decomposition of austenite in austenitic stainless steels**. *ISIJ International*. v. 42, n. 4, p. 325–337, 2002.
- [16] PLAUT, R. L.; HERRERA, C.; ESCRIBA, D. M.; RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. **A Short Review on Wrought Austenitic Stainless Steels at High Temperatures: Processing, Microstructure, Properties and Performance**. *Materials Research*. 2007; 10(4): 453-460.
- [17] ISHIDA, M. A. **Avaliação Comparativa de Barras Laminadas do Aço AISI 316L Com e Sem Tratamento Térmico de Solubilização**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.
- [18] ASTM INTERNATIONAL. **A 240: Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications**, 2011.
- [19] CLAYTON, C. R.; OLEFJORD, I. **Corrosion mechanisms in theory and practice**. New York: Marcel Dekker, 2002.
- [20] WOLYNEC, S., **Técnicas eletroquímicas em corrosão**, Editora USP, São Paulo, 2003.
- [21] DAVIS, J. R. **Corrosion of weldments**. Ohio: ASM International, 2006.
- [22] BRITISH STANDARDS INSTITUTION. **Corrosion of Metals and alloys: electrochemical potentiokinetic reactivation measurement using the double loop method (based on Cihal's method)**. London: BSI, 2008.
- [23] HERCULANO, L. F. G. **Desenvolvimento de uma metodologia de ensaio eletroquímico não destrutivo para avaliação da sensibilização nos aços inoxidáveis austeníticos**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Ceará, 2004.
- [24] ZHANG, B., MA, X. L., **A review - pitting corrosion initiation investigated by TEM**, *Journal of Materials Science and Technology* (2019).
- [25] PEREZ, N. **Electrochemistry And Corrosion Science**. Boston, Kluwer Academic Publishers, 2004.
- [26] STREHBLOW, H. **Corrosion mechanisms in theory and practice**. New York: Marcel Dekker, 2002.
- [27] GENTIL, V. **Corrosão**, 3ª edição, Rio de Janeiro: LCT, 1996.

- [28] ASTM INTERNATIONAL. **G 61: Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys**, 2009.
- [29] HELMUT FISHER. Measurement of the ferrite content in austenitic and duplex steel. Helmut Fischer – Germany. Catálogo do Feritscope MP30. Disponível em: <http://www.helmut-fischer.com/globalfiles/DE_MP30Fe_EN_0902.pdf>. Acesso em: 05 mai. 2019.
- [30] ESCRIBA, D.M; PADILHA, A.F.; MATERNA-MORRIS, E.;RIETH, M.; KLIMENKOV, M. **Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years.** *Journal of Nuclear Materials*. n. 362, p. 132–138, 2007.
- [31] ASTM INTERNATIONAL. **E 384: Standar Test Method for Microindentation Hardness of Materials**, 2017.
- [32] ASTM INTERNATIONAL. **G 108: Standard Test Method for Electrochemical Reactivation (EPR) for Detecting Sensitization of AISI Type 304 and 304L Stainless Steels**, 2010.