



UFES – UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CT – CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA

GUEDER ALVES ASSUMPÇÃO

**Efeito da Soldagem na Resistência à Corrosão
Intergranular do Aço Inoxidável Ferrítico AISI 410S
Avaliada pelo Método de Reativação Eletroquímica**

VITÓRIA
2009

GUEDER ALVES ASSUMPÇÃO

**Efeito da Soldagem na Resistência à Corrosão
Intergranular do Aço Inoxidável Ferrítico AISI 410S
Avaliada pelo Método de Reativação Eletroquímica**

Dissertação apresentada à
Universidade Federal do Espírito
Santo para obtenção do título de
Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de concentração:
Materiais e Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Marcelo
Camargo Severo de Macêdo

VITÓRIA
2009

GUEDER ALVES ASSUMPÇÃO

**Efeito da Soldagem na Resistência à Corrosão
Intergranular do Aço Inoxidável Ferrítico AISI 410S
Avaliada pelo Método de Reativação Eletroquímica**

Dissertação apresentada à Universidade Federal do Espírito Santo para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Entregue em 17 de dezembro de 2009.

Aprovada em:

BANCA EXAMINADORA

**Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo - Orientador
UFES – Universidade Federal do Espírito Santo**

**Prof. Dr. Temístocles de Souza Luz – Co-orientador
UFES – Universidade Federal do Espírito Santo**

**Prof. Dr. Cherlio Scandian – Membro interno
UFES – Universidade Federal do Espírito Santo**

**Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido – Membro externo
UFOP – Universidade Federal de Ouro Preto**

VITÓRIA

2009

Dedicado a Clelia e Gisele

AGRADECIMENTOS

A DEUS, pelo amor incondicional e por tudo que tens feito em minha vida.

À minha mãe, Clélia Alves, responsável pela minha alfabetização e pela minha formação acadêmica. Por todo o apoio e incentivo, minha gratidão.

A minha esposa, Gisele, pela paciência, amor e incentivo.

Aos meus irmãos, Eder e Keise que compreenderam minha ausência.

A tia Simone Oliveira que se fez presente em importantes etapas de minha vida.

Ao fomento a pesquisa através de bolsa de mestrado oferecida pela ANP (Agência Nacional de Petróleo).

Ao Prof. Dr. Marcelo Camargo pela impecável orientação, pela sua amizade e por passar conhecimentos que foram de grande valia para o meu crescimento profissional e pessoal.

Ao Prof. Dr. Temístocles pelo grande auxílio, fundamental para desenvolvimento deste trabalho.

Ao professor Dr. Sérgio Tavares e equipe do LABMETT-UFF, pela infraestrutura e ajuda indispensável ao estabelecimento deste trabalho.

A professora Viviane, laboratório de corrosão – Ifes, pelo auxílio à parte dos experimentos deste trabalho.

Ao professor Dr. Flávio Silva pela ajuda nos experimentos deste trabalho.

Ao grande amigo Leandro Bitti pelo incentivo e apoio em vários momentos.

A Felipe Palácio pela força, pela grande ajuda na realização dos experimentos.

Ao Prof. Dr. Cherlio Scandian e a equipe do Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais – UFES pela infraestrutura e pelo apoio.

Ao Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido, por aceitar o convite contribuindo de forma positiva a este trabalho.

A todos os professores do PPGEM pela compreensão e incentivo durante todo o curso.

A diretoria do Ifes campi Aracruz, professores e funcionários pelo apoio.

A todos os colegas, hoje amigos, do Programa de Pós-Graduação de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo.

Assumpção, G. A., 2009, “Efeito da Soldagem na Resistência à Corrosão Intergranular do Aço Inoxidável Ferrítico AISI 410S Avaliada pelo Método de Reativação Eletroquímica. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES.

Resumo

Os aços inoxidáveis ferríticos são susceptíveis à corrosão intergranular após resfriamento a partir de 950°C. A teoria de empobrecimento no teor de cromo nas vizinhanças dos precipitados é o mecanismo mais aceito para descrever este fenômeno.

O processo de soldagem é responsável por promover aquecimentos e resfriamentos cíclicos e não homogêneos nas regiões próximas à solda. Assim, tanto a zona fundida (ZF) como a zona termicamente afetada (ZTA) podem apresentar diferenças microestruturais significativas após a soldagem. Em princípio, essas diferenças estão relacionadas à composição química, à microsegregação de elementos de liga, ao tamanho de grão, à transformação de fases e ao aparecimento de novos precipitados.

Neste trabalho buscou-se avaliar o efeito da soldagem sobre a resistência a corrosão intergranular e resistência mecânica de um aço inoxidável ferrítico, utilizando o método de reativação eletroquímica potenciodinâmica na versão ciclo duplo (DL-EPR) e teste de microdureza. O material foi soldado através do processo de soldagem GTAW em três diferentes condições, avaliado através do DL-EPR, microdureza, microscopia óptica e de varredura. Além disso, as amostras com maior grau de sensitização sofreram tratamentos térmicos seguido de resfriamento rápido. As alterações metalúrgicas ocorridas na zona fundida e termicamente afetada pelo calor não aumentaram o grau de sensitização do material, os tratamentos térmicos foram efetivos em reduzir a sensitização.

Palavras-chave: Aço inoxidável ferrítico, soldagem, corrosão intergranular, sensitização, método de reativação eletroquímica.

Assumpção, G. A., 2009, "Effect of Welding on intergranular Corrosion Resistance of Ferritic Stainless Steel AISI 410S Measured by Method of Electrochemical Reactivation. Dissertation. Federal University of Espírito Santo, Vitória – ES.

Abstract

The ferritic stainless steel are susceptible to intergranular corrosion after cooling from 950 ° C. The theory of impoverishment in chromium content in neighborhoods of precipitates is the accepted most mechanism to describe this phenomenon.

The welding process is responsible for promoting cyclic heating and cooling and inhomogeneous in regions close to the weld. Thus, both the fusion zone as the heat affected zone may present significant microstructural differences after welding. In principle, these differences are related the chemical composition, the microsegregation of alloying elements, the grain size, the phase transformation and the emergence of new precipitates.

This work aimed to evaluate the effect of welding on the resistance to intergranular corrosion and strength of a ferritic stainless steel, using the method of electrochemical potentiodynamic reactivation in double loop version (DL-EPR) and Microhardness testing. The material was welded through the process of welding GTAW in three different conditions measured by the DL-EPR, microhardness, optical microscopy and scanning. Moreover, samples with higher degree of sensitization suffered heat treatments followed by rapid cooling. The metallurgical changes occurring in the fusion zone and thermally affected by heat did not increase the degree of sensitization of the material, heat treatments were effective in reducing the sensitization.

Keywords: Ferritic stainless steel, welding, intergranular corrosion, sensitization electrochemical reactivation method.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Composição e propriedades relacionadas com as famílias de aços inoxidáveis (Adaptação de METALS HANDBOOK: STAINLESS STEELS, 1994).	7
Figura 3.2 – Perfil de cromo para um material AISI 430 sensitizado (Adaptação de LEE et al., 1985).	10
Figura 3.3 – Diferença na localização da curva temperatura-tempo-sensitização dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos de percentual de cromo equivalente. (Adaptação SEDRIKS, 1996).	11
Figura 3.4 - Diagrama de fase de aço inoxidável ferrítico com 17% de cromo (Adaptação de CASTRO e TRICOT (1962) “Apud” LIPPOLD e KOTECKI, 2005).	14
Figura 3.5 - Diagrama Fe-Cr-C: (a) 13%Cr; (b) 17%Cr (Adaptação de LIPPOLD e KOTECHI, 2005).	15
Figura 3.6 - Diagrama de Schaeffler para aços inoxidáveis soldados (Região da ZF). LIPPOLD e KOTECKI (2005). A – austenita, F – ferrita, M – martensita. .	16
Figura 3.7 - Diagrama de Balmforth para aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).	17
Figura 3.8 - Curva de polarização anódica e catódica típica para aços inoxidáveis em solução de ácido sulfúrico apresentando passivação (Adaptação de SEDRIKS, 1996).	22
Figura 3.9 - Diagrama esquemático do método de reativação potenciodinâmica na versão a) "loop" simples , e b) “loop” duplo. (Adaptação de CÍHAL et. al., 2000).	24
Figura 3.10 - Diagrama esquemático do ensaio S-EPR (Adaptação de MAJIDI e STREICHER, 1986).	26
Figura 4.1 - Representação esquemática das regiões de corte das amostras, setas indicam região ensaiada. a) Amostra longitudinal A2 (intercessão entre ZF e ZTA). b) amostra de topo, região ensaiada, ZF superior ao corte.	29
Figura 4.2 - a) Representação esquemática das regiões analisadas. b) corte longitudinal representando os perfis de microdureza.	29
Figura 4.3 - Microdurômetro Pantec HXD.	30

Figura 4.4 - a) Potenciostato μ Autolab Type III; b) Célula. Eletrodos de: trabalho, calomelano e de platina.....	31
Figura 4.5 - a) Potenciostato Omnimetra, Modelo PG-39. b) Célula. Eletrodos de: trabalho calomelano saturado e de platina.....	31
Figura 4.6 - Esquema de arranjo experimental para os ensaios DL-EPR (Adaptação de MAGRI, 1995).	32
Figura 4.7 - Ensaio DL-EPR. Solução $0,14\text{H}_2\text{SO}_4 + 0,0025\text{KSCN}$, velocidade de varredura $1,67 \text{ mV/s}$. Amostra A4 condição de soldagem 1.	33
Figura 4.8 - Microscópio eletrônico de varredura.	34
Figura 5.1 – Micrografia de metal base; reativo: a) e b) Vilella. c) e d) Ácido oxálico (10%).....	35
Figura 5.2 - Microestrutura do material tratado em forno contínuo (a e b) e forno tipo caixa (c e d); forno contínuo utilizando ataque eletrolítico (e e f), mostrando a presença de precipitados nos contornos e no interior dos grãos; MEV (LUZ, 2009).	36
Figura 5.3 - Microestrutura do metal de base; a) e b) ataque Pratica W, ataque em ácido oxálico (10%).	37
Figura 5.4 - a) 1000X; b) 2000X microestrutura por MEV, após o DL-EPR; nota-se contorno de grão atacado.....	38
Figura 5.5 - Curva de reativação eletroquímica potenciocinética do metal base; técnica DL-EPR; velocidade de varredura $1,67 \text{ mV/s}$; $I_r/I_a = 0,4369$	39
Figura 5.6 - Grau de sensibilização (I_r/I_a) para metal base solubilizado 30 minutos, em função da temperatura para material com e sem solubilização. ..	40
Figura 5.7 - Microestrutura do metal de base solubilizado a 1000°C , 30 minutos. Ataque: ácido oxálico; a) 20X; b) 40X.	41
Figura 5.8 - Microestrutura do metal base solubilizado a 1000°C , 30 minutos; MEV após o ensaio DL-EPR; a) 1000X; b) 2000X.	42
Figura 5.9 - Microestrutura do metal base solubilizado a 800°C , 30 minutos; MEV após ensaio DL-EPR; a) 1000X; b) 2000X.	43
Figura 5.10 - Perfis 1 de microdureza Vickers, perpendicular à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 1 TIG pulsada, condição 2 TIG pulsada com maior frequência, condição 3 TIG corrente contínua.....	45
Figura 5.11 - Perfil da solda; ataque Vilella. a) condição 1 (TIG corrente pulsada), b) condição 2 (TIG corrente pulsada maior frequência), c) outro	

ângulo detalhando a região de granulação grosseira d) condição 3 (TIG corrente contínua).	47
Figura 5.12 - Perfis de microdureza Vickers; 1 perpendicular, 2 e 3 oblíquo à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 1, GTAW pulsada com menor frequência.....	47
Figura 5.13 - Perfis de microdureza Vickers; 1 perpendicular, 2 e 3 oblíquo à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 2, GTAW pulsada com maior frequência.....	48
Figura 5.14 - Perfis de microdureza Vickers, 1 perpendicular, 2 e 3 oblíquo à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 3, GTAW corrente contínua.	48
Figura 5.15 - Microdureza para as amostras longitudinais. A1 = centro da ZF, A2 = intercessão ZF e ZTA, A3, A4, e A5 cortes distanciados de 2, 4 e 6 mm de A2. Condição 1: soldagem TIG corrente pulsada, condição 2: soldagem TIG corrente pulsada com maior frequência, condição 3: soldagem TIG corrente contínua.....	49
Figura 5.16 - Grau de sensitização; ZF amostras de topo; A1 = centro da ZF, A2 = intercessão ZF e ZTA, A3, A4, e A5 cortes distanciados de 2, 4 e 6 mm de A2. Condição 1: soldagem TIG corrente pulsada, condição 2: soldagem TIG corrente pulsada com maior frequência, condição 3: soldagem TIG corrente contínua.....	53
Figura 5.17 - Microestrutura da amostra A3; condição de soldagem 2 (GTAW pulsado maior frequência); MEV; (a) 1000X; (b) 2000 X.....	54
Figura 5.18 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 150X.....	55
Figura 5.19 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 300X.....	56
Figura 5.20 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 750X.....	56
Figura 5.21 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 1500X.....	57

Figura 5.22 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 150X.....	57
Figura 5.23 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 300X.....	58
Figura 5.24 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 750X.....	58
Figura 5.25 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 1500X.....	59
Figura 5.26 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 150X.....	59
Figura 5.27 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 300X.....	60
Figura 5.28 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 750X.....	60
Figura 5.29 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 1500X.....	61
Figura 5.30 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita Widmanstätten; MEV; 500X.	61
Figura 5.31 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Detalhe da Figura 5.19 presença de martensita e ferrita Widmanstätten; MEV; 1000X.....	62
Figura 5.32 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita; MEV; 500X.....	62

- Figura 5.33 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita Widmanstätten; MEV; 500X 63
- Figura 5.34 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Corrosão uniformemente distribuída e entre as ripas de martensita; MEV; 1000X. 63
- Figura 5.35 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR; condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Detalhe da Figura 5.22; MEV; 2000X. 64
- Figura 5.36 - Diagrama de Balmforth para aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos com as coordenadas, destaque em vermelho, do aço AISI 410S sobreposta. $Cr_{eq} = Cr + 2Mo + 10(Al + Ti) = 11,17$; e $Ni_{eq} = Ni + 35 + 20N = 1,12$ 64
- Figura 5.37 - Reduções no grau de sensitização; C1 - GTAW pulsado menor frequência. C2 - GTAW pulsado maior frequência. C3 – GTAW corrente contínua..... 65
- Figura 5.38 - Microestrutura da amostra A3 (ZTA a 2 mm da região fundida); condição de soldagem 2 (GTAW pulsado maior frequência). Solubilizada 1000°C, 30 minutos. MEV; a) 1000X, b) 2000X. 66
- Figura 5.39 - a) Microestrutura da amostra A3 (ZTA a 2 mm da região fundida); condição 2 antes de solubilizar, $I_r/I_a = 0,3451$. b) condição 2 depois de solubilizar, $I_r/I_a = 0,2778$; MEV; 500X. 67

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Limite de solubilidade do carbono e nitrogênio na ferrita em diferentes temperaturas (HONEYCOMBE, 1982).	12
Tabela 4.1 - Composição química (% em massa).....	27
Tabela 4.2 - Parâmetros de soldagem utilizados no trabalho.	28
Tabela A1. Valores médios de microdureza (500g) com seus respectivos desvios padrão.....	77
Tabela A2. Perfis de Microdureza para as condições soldada.....	78
Tabela B1. Valores médios das relações I_r/I_a com ser respectivo desvio padrão para amostra com corte longitudinal e de topo.....	79
Tabela B2. I_r/I_a Amostras A3, antes e depois da solubilização.....	79

ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS	xiv
ÍNDICE	xv
CAPÍTULO 1	1
1. INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2	3
2. OBJETIVOS	3
CAPÍTULO 3	4
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1. Histórico: definição e classificação dos aços inoxidáveis	4
3.2. Características Metalúrgicas dos Aços Inoxidáveis Ferríticos	8
3.2.1. Corrosão intergranular	9
3.2.2. Sensitização de aço inoxidável ferrítico	10
3.2.3. Metalurgia da soldagem dos aços inoxidáveis ferríticos	13
3.3. Técnicas para Avaliar a Corrosão Intergranular	17
3.3.1. Ensaio normalizados para os aços inoxidáveis ferríticos	18
3.3.2. Métodos eletroquímicos	19
CAPÍTULO 4	27
4. MATERIAIS E MÉTODOS	27
4.1. Material como Recebido	27
4.2. Processo de Soldagem	28
4.3. Corte das Amostras	28
4.4. Ensaio de Microdureza	29
4.5. Ensaio de corrosão	30
4.6. Tratamento Térmico (Solubilização)	33
4.7. Caracterização Microestrutural	33
CAPÍTULO 5	35
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
5.1. Avaliação do metal base	35
5.1.1. Prática W após o emprego da técnica DL-EPR	37
5.1.2. Metal Base Solubilizado	39

5.2. Avaliação da Solda.....	44
5.2.1. Microdureza	44
5.2.2. Grau de sensitização	49
CAPÍTULO 6	68
6. CONCLUSÕES	68
CAPÍTULO 7	70
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	70
CAPÍTULO 8	71
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	71
APÊNDICE A. Tabelas de microdurezas.	77
APÊNDICE B. Tabelas de I_T/I_a	79

CAPÍTULO 1

1. INTRODUÇÃO

Um fator importante na escolha de um aço inoxidável para uma determinada aplicação é a resistência à corrosão acrescida da resistência mecânica, ductilidade, soldabilidade, custo, entre outros fatores. Embora os aços inoxidáveis austeníticos apresentem melhor combinação entre propriedade mecânica e resistência à corrosão, o custo de fabricação, especialmente pelo preço do níquel é alto. Isso levou ao desenvolvimento e utilização dos aços inoxidáveis ferríticos. (CAMPBELL, 1992; PICKERING, 1985).

Os aços inoxidáveis são empregados na fabricação de eletrodomésticos, utensílios para cozinha e laboratórios, em aplicações a altas temperaturas, tais como sistema de exaustão e descarga de fumos provenientes da combustão de derivados do petróleo, indústria nuclear, etc. Em diversas destas aplicações, é necessário o uso de operações de soldagem. .

Os aços inoxidáveis estão sujeitos a vários problemas de corrosão localizada dentre eles pode-se citar a corrosão sob tensão, pites e corrosão intergranular, que é causada em materiais sensibilizados¹ pelo calor dos processos de soldagem ou tratamentos térmicos inadequado.

Após a soldagem de aços inoxidáveis ferríticos é possível a ocorrência de corrosão intergranular, na qual o mecanismo atuante é semelhante ao que ocorre nos aços inoxidáveis austeníticos. O fenômeno responsável pela queda da resistência à corrosão conhecido como sensibilização consiste na precipitação de carbonitretos de cromo nos contornos de grão, reduzindo os

¹ Sensibilização é um processo de empobrecimento de cromo nas regiões adjacentes a fases ricas em cromo, como carbonetos, nitretos e carbonitretos; que precipitam nos contornos de grão. Quando o teor de cromo nestas regiões fica abaixo de 11%, a referida região fica vulnerável à corrosão.

teores de cromo das regiões adjacentes ao contorno de grão. Esta redução na quantidade de cromo da matriz torna o material susceptível à corrosão (FOLKHARD, 1988; STAINLESS STEEL, 1994; STREICHER, 1973). Entretanto, ainda existe na literatura carência de informações relacionando os parâmetros de soldagem com a queda na resistência à corrosão de aços inoxidáveis ferríticos.

Os métodos de avaliação da sensitização podem ser de imersão, como estão descritos, por exemplo, nas Normas ASTM A262 (1988), para aços austeníticos e ASTM A763 (1988), para aços ferríticos.

Nos últimos anos, tem-se desenvolvido amplamente o emprego de técnicas eletroquímicas, como alternativas aos ensaios de imersão para avaliar a suscetibilidade à corrosão intergranular de aços inoxidáveis e ligas de níquel. Este método denominado de reativação eletroquímica potenciodinâmica (EPR), tem três versões: o *Single Loop* (SL: ciclo simples), *Double Loop* (DL: ciclo duplo) e o *Simplified* (S: simplificado). As vantagens destes métodos em relação ao de imersão são principalmente o menor tempo de execução, maior economia e precisão (STREICHER, 1973; SEDRIKS, 1996).

Neste trabalho foi avaliado o efeito de parâmetros de soldagem do processo TIG sobre a resistência à corrosão intergranular do aço inoxidável ferrítico AISI 410S. Empregaram-se as técnicas de reativação eletroquímica potenciodinâmica na versão DL.

CAPÍTULO 2

2. OBJETIVOS

Os objetivos deste trabalho são:

1. Avaliar a susceptibilidade à corrosão intergranular do aço inoxidável ferrítico AISI 410S soldado.
2. Relacionar a microestrutura, e curvas de reativação eletroquímica potenciodinâmica com a resistência a corrosão intergranular.
3. Correlacionar os parâmetros de soldagem com o item 2 e com o grau de sensitização.

Para atingir tais objetivos foram empregados:

- a. Ensaio de reativação eletroquímica potenciodinâmica na versão ciclo duplo (DL-EPR).
- b. Microdureza.
- c. Exames das microestruturas em microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura.

CAPÍTULO 3

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Faz-se uma abordagem histórica do surgimento do aço inoxidável e suas diversas modalidades de classificações, em função de suas microestruturas e características diversas, visando contextualizar o aço AISI 410S estudado neste trabalho, com os demais tipos.

Apresentar-se-á ainda nesta revisão bibliográfica aspectos relativos à metalurgia de soldagem dos aços inoxidáveis ferríticos, e as técnicas para avaliação da corrosão intergranular, destacando as eletroquímicas que são o foco deste trabalho.

3.1. Histórico: definição e classificação dos aços inoxidáveis

Diz à história que os aços inoxidáveis foram descobertos por acaso, quando em 1912 o inglês Harry Brearly estudava, a pedido dos fabricantes de arma, uma liga Fe-Cr (13%Cr) e justamente quando tentava fazer algumas observações metalográficas verificou que a liga fabricada resistia à maior parte dos reagentes que se utilizavam na época em metalografia. E foi Brearly mesmo que deu o nome à liga, chamando-a de “stainless steel” que traduzindo quer dizer “aço que não mancha” (TEBECHER, 2004).

Ainda segundo TEBECHER (2004), o alemão Eduard Mauer, na mesma época, estudava uma liga Fe-Cr (8%Cr) similar à de Brearly. Ele constatou que a liga resistiu por um tempo muito grande ao ataque de vapores corrosivos no laboratório. Surgiu então o aço inoxidável que prosseguiu sendo evoluído graças à adição de elementos de liga e aplicações diversas.

A grande evolução do aço inoxidável desde a sua descoberta até os dias atuais pode ser atribuída às demandas da indústria petrolífera, aeronáutica e criogênica (baixas temperaturas), sem deixar de citar a indústria bélica que por ocasião da 2ª guerra mundial impulsionou grande avanço tecnológico na sua produção.

O aço inoxidável é uma liga Ferro, cromo, que contem no mínimo 10,5%pCr, não mais que 1,5%pC, e mais ferro que algum outro elemento, podendo conter níquel e molibdênio. Estes apresentam propriedades físico-químicas superiores aos aços comuns, sendo a alta resistência à corrosão sua principal característica.

De acordo com METALS HANDBOOK (1990), os aços inoxidáveis são classificados em cinco famílias distintas, definidas pela estrutura cristalográfica e presença de precipitados endurecedores. Em cada família, há uma variedade de graus que se difere em composição, resistência à corrosão e custo. São elas:

- aços inoxidáveis austeníticos: constituídos basicamente de cromo e níquel, geralmente ao redor da composição básica 18%Cr – 8%Ni (ex.: AISI 304). Estas ligas não são endurecíveis por tratamento térmico.
- aços inoxidáveis ferríticos: o principal elemento de liga é o cromo, sendo que a composição básica é de 17%Cr (ex.: AISI 430). São ligas com menor custo em relação aos aços austeníticos, sendo, porém menos dúcteis, e não endurecíveis por tratamento térmico;
- aços inoxidáveis martensíticos: sua principal característica é a elevada resistência mecânica que pode ser obtida por têmpera. Os aços desta família derivam do tipo básico AISI 410, com composição 12%Cr – 0,12%C; o teor de carbono pode chegar a 1%; com o Cromo menor ou igual a 18% em peso;
- aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação: como os martensíticos podem ser endurecidos por tratamento de têmpera. A máxima dureza,

entretanto, não é obtida após o tratamento de têmpera, mas com a precipitação que ocorre durante o envelhecimento destas ligas;

- aços inoxidáveis duplex: estes aços contêm ferrita e austenita em equilíbrio na temperatura ambiente. Derivam de ligas cromo-molibdênio ferríticas, onde uma quantidade suficiente de elementos estabilizadores da fase gama são adicionados, como o carbono é inferior a 0,03% em peso (300ppm) eles não sofrem corrosão intergranular. O resultado é a combinação entre excelente resistência à corrosão e propriedades mecânicas favoráveis.

Um esquema de classificação para várias famílias de aços inoxidáveis está apresentado na Figura 3.1.

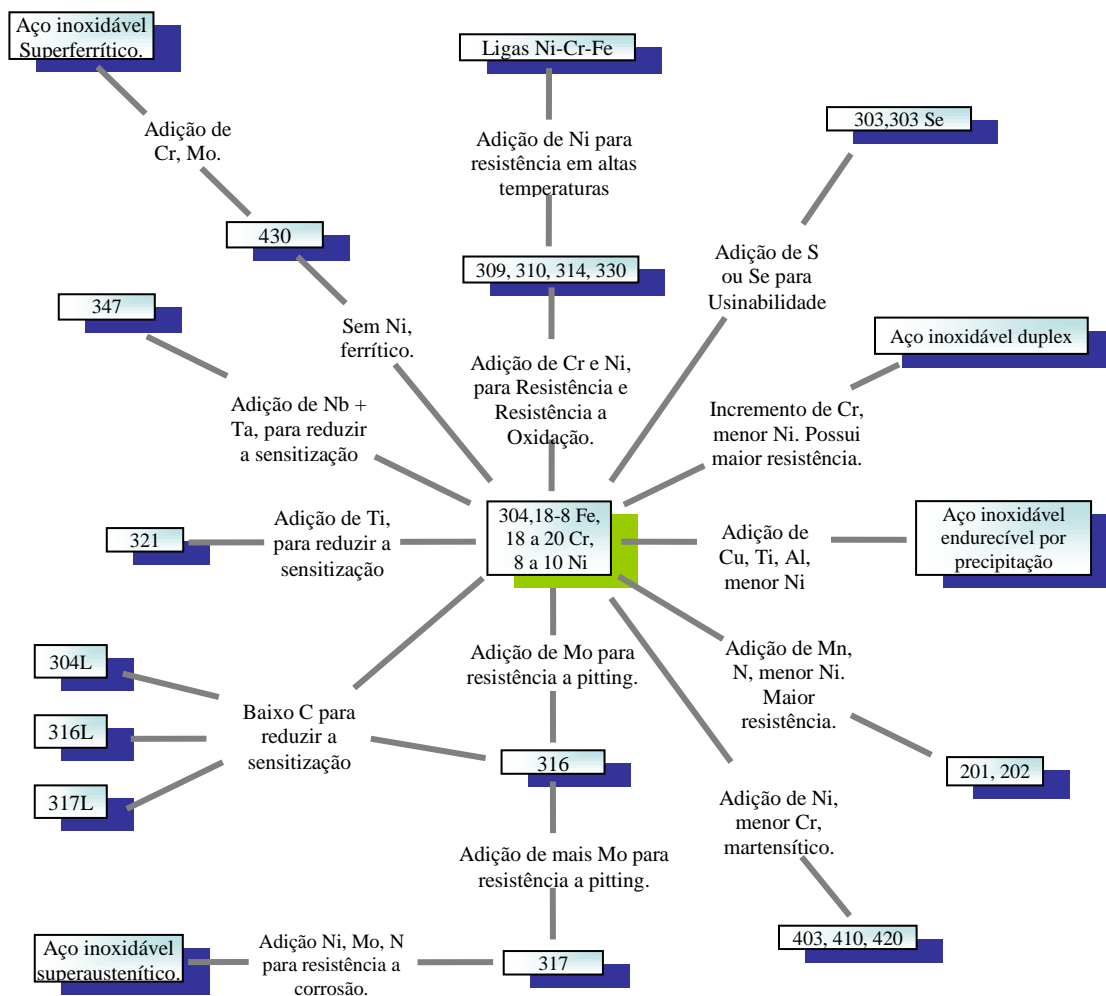


Figura 3.1 – Composição e propriedades relacionadas com as famílias de aços inoxidáveis (Adaptação de METALS HANDBOOK: STAINLESS STEELS, 1994).

A seleção de um aço inoxidável para determinada aplicação envolve a consideração de vários fatores, que sempre começa com a resistência à corrosão. Primeiramente é necessário caracterizar o meio em que ele irá trabalhar, considerando condições de serviço e eventuais desvios. Posteriormente são levados em consideração outros fatores como, propriedades mecânicas, facilidade de fabricação, disponibilidade na forma desejada e custo (RALPH; DeBOLD; JOHNSON, 1987). Requisitos de excelente resistência à corrosão sob tensão e boa resistência a pites em ambientes contendo cloretos, aliado ao baixo custo geralmente levam a escolha dos aços inoxidáveis ferríticos.

Os aços inoxidáveis ferríticos são classificados do ponto de vista cronológico em três gerações (PADILHA, 2001). As ligas da 1ª. geração são os aços inoxidáveis ferríticos padronizados os quais contêm apenas cromo como elemento estabilizador da ferrita. A 2ª. Geração são versões modificadas das ligas padronizadas, estas contêm menores teores de cromo e carbono, mas contêm elementos como Al e Ti que contribuem para uma estrutura completamente ferrítica. As ligas da 3ª. geração são denominadas superferríticos que contem baixíssimos teores de elementos intersticiais (C, N, O) ou elementos estabilizadores para melhorar a resistência à corrosão e ductilidade da liga em condição soldada (METALS HANDBOOK: STAINLESS STEELS, 1994).

Segundo SEDRIKS (1996), a aplicação dos aços inoxidáveis ferríticos depende do teor de cromo; as ligas baixo cromo, ao redor de 11% em peso, são utilizadas em sistemas de exaustão de carros, possuem satisfatória resistência à corrosão, oxidação e boa fabricabilidade a baixo custo.

O aço inoxidável estudado no presente trabalho assemelha-se às ligas da 2ª. geração. Aplicações destas ligas envolvem exposições a altas temperaturas, tal como para leito de resfriamento para têmpera, caixa de recozimento, e aplicações automotivas. O aço inoxidável ferrítico mais utilizado pertence a esta geração, tipo AISI 409, que é bastante usado em sistemas de exaustores automotivos e é frequentemente usado em processos de soldagem por resistência.

3.2. Características Metalúrgicas dos Aços Inoxidáveis Ferríticos

Todos os aços inoxidáveis ferríticos possuem estrutura cúbica de corpo centrado (ccc), com pouco carbono dissolvido, pois sua maior parte precipita na forma de finos carbonetos de cromo (CAMPBELL, 1992).

A estrutura ferrítica no aço inoxidável introduz um número de complicações de natureza metalúrgica que pode influenciar o comportamento em corrosão. Entre os problemas metalúrgicos encontrados estão à transição dúctil-frágil,

fragilização à 475°C, precipitação de fases intermetálicas, fragilização a altas temperaturas, crescimento de grão, perda de ductilidade na condição soldada, e sensitização (SEDRIKS 1996).

Dentre os problemas relatados será enfatizada a sensitização que se relaciona diretamente com a resistência a corrosão intergranular, foco deste trabalho.

3.2.1. Corrosão intergranular

Os aços inoxidáveis são ligas policristalinas e estão sujeitas a dois processos termicamente ativados nos contornos de grão: segregação de impurezas residuais e precipitação de segundas fases. Estes processos conduzem a consideráveis mudanças na composição local e nas vizinhanças dos contornos de grão com relação à matriz metálica (CRAIG, 1987) quando o aço é exposto a processos de soldagem, fabricação ou tratamentos térmicos inapropriados.

O ataque intergranular é a dissolução seletiva dos contornos de grão ou das regiões próximas deste. Se ocorrer mudança de composição de algum elemento de liga que é essencial para a resistência à corrosão, a região fica empobrecida nesse elemento e o metal se diz, então, sensitizado. No estado sensitizado o material é susceptível ao ataque intergranular por ação de um meio corrosivo, principalmente ácido (SEDRIKS 1996).

Esse fenômeno, denominado de sensitização, é relativamente difícil de medir, devido à perda de peso insignificante e as dimensões microscópicas da região de deficiência de cromo, que tende a ser ofuscada pela maior parte dos grãos não afetada em muitos ensaios de corrosão convencional (CIHAL et al., 2000).

A corrosão intergranular caracteriza-se por um ataque preferencial ao contorno de grão geralmente como resultado da sensitização. A exposição térmica necessária para sensitizar um aço pode ser relativamente breve, como

um processo de soldagem, ou muito longa, como na operação de equipamentos a temperaturas elevadas.

3.2.2. Sensitização de aço inoxidável ferrítico

A teoria que tem encontrado sustentação adequada e que mais se adapta às verificações experimentais é a do empobrecimento em cromo nas regiões vizinhas à precipitação de carbonetos (do tipo $M_{23}C_6$) e nitretos (Cr_2N) ricos em cromo. Este abaixamento no teor de cromo leva ao aumento das taxas de corrosão em soluções oxidantes usualmente usadas para avaliação da corrosão intergranular.

A Figura 3.2 mostra o perfil de cromo obtido para um material sensitizado (solubilizado 1093°C e resfriado ao ar). Durante o tratamento térmico de solubilização os carbonetos de Cr são dissolvidos na matriz, mas o resfriamento lento não é suficientemente rápido para prevenir a precipitação de carbonetos de Cr em contornos de grão.

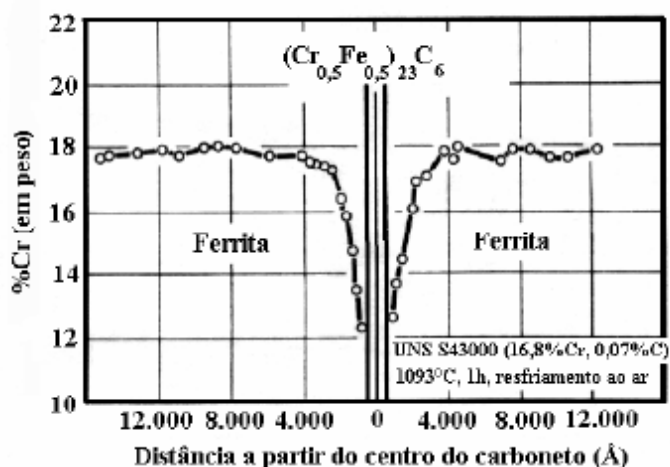


Figura 3.2 – Perfil de cromo para um material AISI 430 sensitizado (Adaptação de LEE et al., 1985).

A faixa de temperatura na qual a sensitização ocorre e a cinética do processo são significativamente diferentes dos aços inoxidáveis austeníticos, como indicado na Figura 3.3.

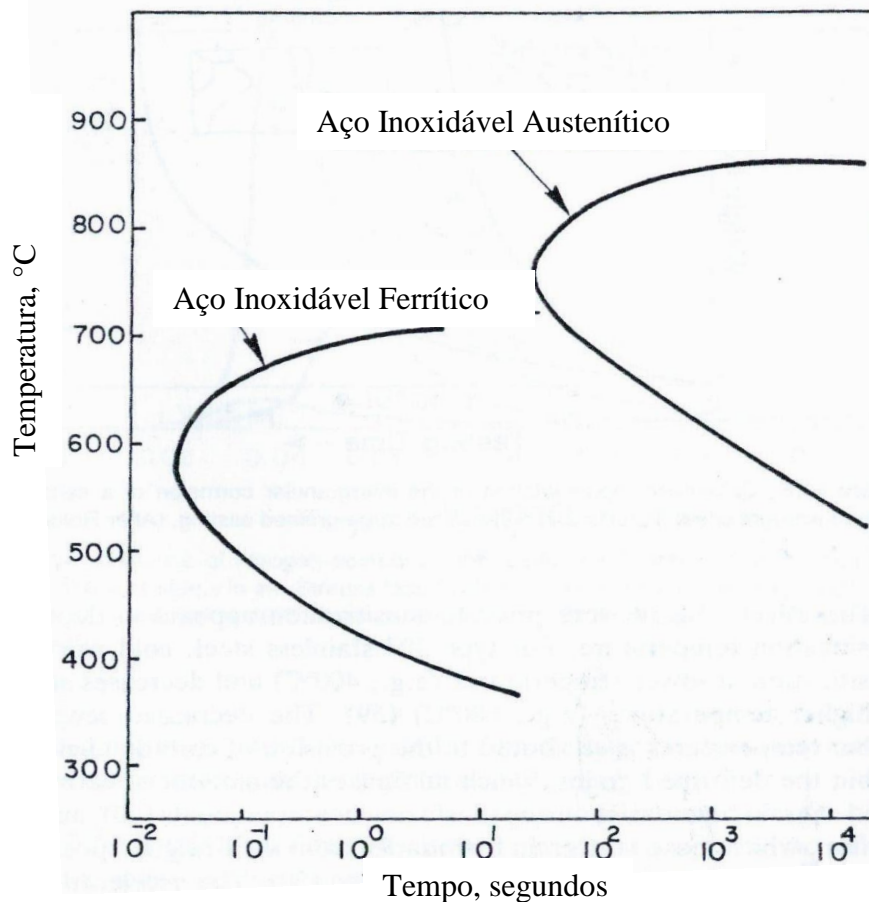


Figura 3.3 – Diferença na localização da curva temperatura-tempo-sensitização dos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos de percentual de cromo equivalente. (Adaptação SEDRIKS, 1996).

Nos aços ferríticos, a faixa de temperatura em que ocorre a precipitação das fases que provocam o empobrecimento em cromo é de 400°C a 700°C. O aquecimento acima destas temperaturas provoca dissolução dos carbonetos e nitretos e conseqüentemente supersaturação da matriz. Com o resfriamento, a solubilidade do carbono e nitrogênio é muito diminuída, provocando precipitação de carbonetos e nitretos e conseqüentemente região empobrecida de cromo nas vizinhanças (SEDRIKS, 1996).

A sensitização no aço inoxidável ferrítico pode ser prevenida pela redução no teor de carbono e nitrogênio abaixo de certos níveis ou estabilização com titânio, nióbio e tântalo, além de resfriamento rápido denominado hipertêmpera.

A quantidade de elementos intersticiais mínimas que um aço inoxidável ferrítico pode tolerar para ser imune à corrosão intergranular é apresentada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Limite de solubilidade do carbono e nitrogênio na ferrita em diferentes temperaturas (HONEYCOMBE, 1982).

Elemento intersticial	Temperatura (°C)	Solubilidade	
		%peso	%atômica
Carbono	723	0,02	0,095
	20	<0,00005	<0,00012
Nitrogênio	590	0,10	0,40
	20	<0,0001	<0,0004

Observa-se que a ferrita admitiria uma quantidade de C mais N de aproximadamente <0,00015% em peso a 20°C. Este valor é muito inferior aos produzidos em ligas comerciais, e assim é de se esperar que ocorra precipitação de carbonetos e nitretos em tais ligas.

Entretanto, quando os níveis de carbono estão entre 0,0020% e 0,0060% a precipitação de carbonetos de cromo não ocorre de forma abundante (CIHAL, STEFEC, 2000). Teores de carbono e nitrogênio da ordem de 0,01% são suficiente para produzir susceptibilidade à corrosão intergranular nos aços inoxidáveis ferríticos (SEDRIS, 1996, TULLMIN et al., 1990).

A corrosão intergranular dos aços inoxidáveis ferríticos também pode ser prevenida adicionando elementos estabilizadores, tais como Ti e Nb. Esses elementos se combinam preferencialmente com o C e o N, precipitando carbonetos e nitretos de Ti e/ou Nb, os quais são mais estáveis que os carbonetos de Cr (OGWU e DAVIES, 1997).

A relação entre elementos intersticiais e elementos estabilizadores tem sido determinada experimentalmente para a liga 18%Cr-2%Mo, tal como apresentada na equação 3.1 (LEE et al, 1981e 1985)

$$\text{Ti ou Nb} = 0,2 + 4(\text{C} + \text{N}) \quad (3.1)$$

Nas ligas comerciais, geralmente, os níveis de elementos intersticiais são maiores. O aquecimento a temperaturas de 950°C aproximadamente e posterior resfriamento rápido até a temperatura ambiente, não é suficiente para impedir a precipitação de carbonetos ou nitretos de Cr, assim como, a presença de uma região pobre em Cr envolta desses precipitados. A recuperação da resistência à corrosão intergranular ocorre se o material é aquecido na faixa de temperaturas entre 700°C e 950°C. Essas temperaturas propiciam a repassivação devido à difusão de Cr da matriz até as regiões empobrecidas (SEDRIS, 1996).

3.2.3. Metalurgia da soldagem dos aços inoxidáveis ferríticos

Segundo LIPPOLD e KOTECKI (2005), os aços inoxidáveis ferríticos apresentam baixa soldabilidade quando comparados aos austeníticos. A solda dos ferríticos apresenta baixa ductilidade, além da susceptibilidade à corrosão intergranular. Esta é mais intensa nos aços com baixos teores de cromo e altos teores de elementos intersticiais. A baixa soldabilidade dos aços inoxidáveis ferríticos está associada com o crescimento de grão, formação de fases frágeis e precipitação de carbonetos. (BUDINSK et al., 2002).

LIPPOLD e KOTECKI (2005) abordam a metalurgia de soldagem de aços ferríticos apresentando três rotas de transformação alotrópica de resfriamento em função de três faixas de composição de carbono de um aço com 17% de cromo. A Figura 3.4 apresenta o diagrama de transformação de fases deste aço.

De acordo com este diagrama a rota de transformação alotrópica para um aço com o teor de carbono inferior a 0,05 % em peso, sob resfriamento desde a fusão é: líquido, líquido + ferrita delta, ferrita delta.

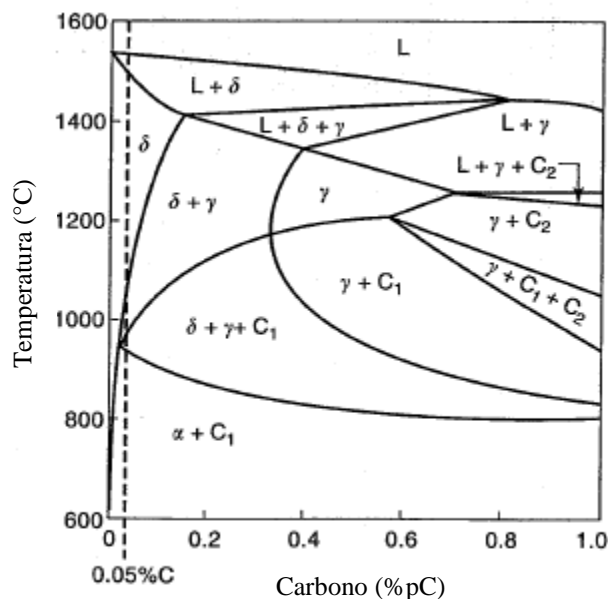


Figura 3.4 - Diagrama de fase de aço inoxidável ferrítico com 17% de cromo (Adaptação de CASTRO e TRICOT (1962) "Apud" LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

Segundo o diagrama, Figura 3.4, de acordo com as transformações alotrópicas, estas ligas possuem ausência de segregação na solidificação devido ao pequeno intervalo de solidificação. Observada à rota de solidificação a possibilidade de ocorrência de austenita é praticamente nula, salvo havendo adição de outros elementos de liga gamagenos. Sendo assim o risco de fragilização da solda pela presença de martensita pode ser afastado.

Durante o resfriamento surgem precipitados, que no caso dos não estabilizados, são ricos em cromo, carbonetos e/ou nitretos (carbonitretos). O estudo da natureza e o grau de precipitação em soldas de aços inoxidáveis ferríticos tem sido estudado a fim de conhecer melhor a influência de ambos nas propriedades mecânicas e de corrosão dos referidos aços (FERRANTE, 2002).

A solubilidade do carbono na ferrita diminui com a temperatura, conforme Figura 3.5, diagramas de fases Fe-Cr-C, provocando surgimento dos precipitados.

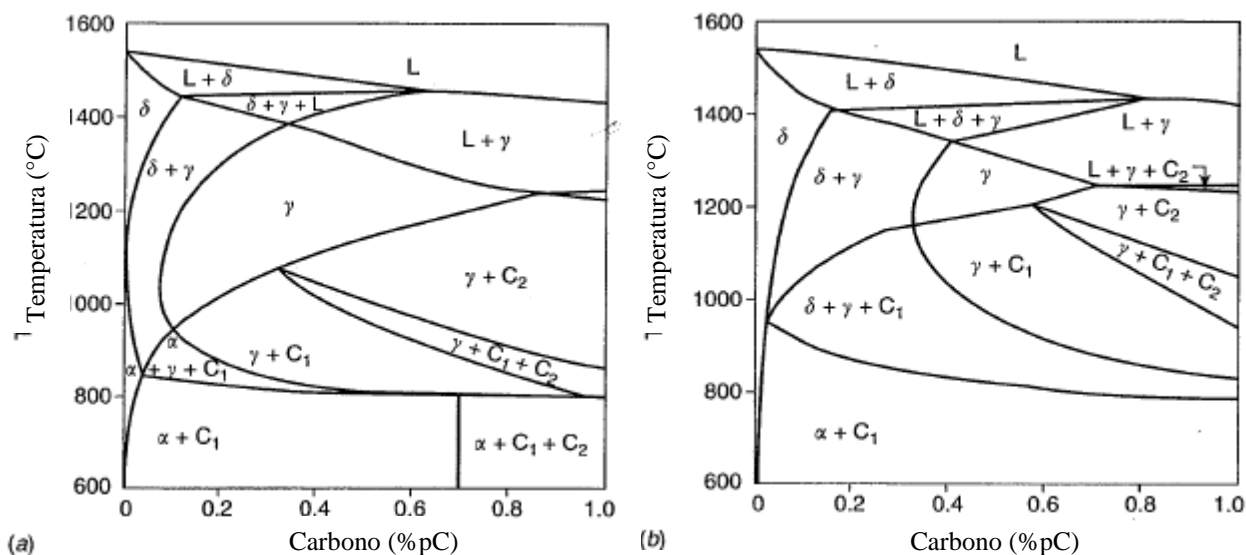


Figura 3.5 - Diagrama Fe-Cr-C: (a) 13%Cr; (b) 17%Cr (Adaptação de LIPPOLD e KOTECHI, 2005).

Pode ser observada, figura 3.5, que é inevitável a existência de precipitados de carbonetos na zona de fusão quando aço não possui elementos estabilizadores. Mesmo aços mais modernos, com baixíssimos teores de carbono, apresentam, na ausência de elementos estabilizadores, alguma precipitação de carbonetos de cromo (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

3.2.3.1. Previsão de microestrutura da zona fundida (ZF)

Um importante instrumento de previsão microestrutural da zona fundida da solda é o Diagrama de Schaeffler, que surgiu a partir da equação do cromo equivalente e níquel equivalente, os quais consideram os elementos alfa-gênicos e gama-gênicos respectivamente. A Figura 3.6 apresenta este diagrama que relaciona a microestrutura de um aço inoxidável soldado com a sua composição química.

Há atualmente, alguns outros diagramas utilizados para previsão da microestrutura da ZF de aços inoxidáveis. Todavia, cada um desses diagramas possui limitações de aplicação relacionadas à precisão, dependendo do tipo de aço inoxidável e faixa de composição química (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

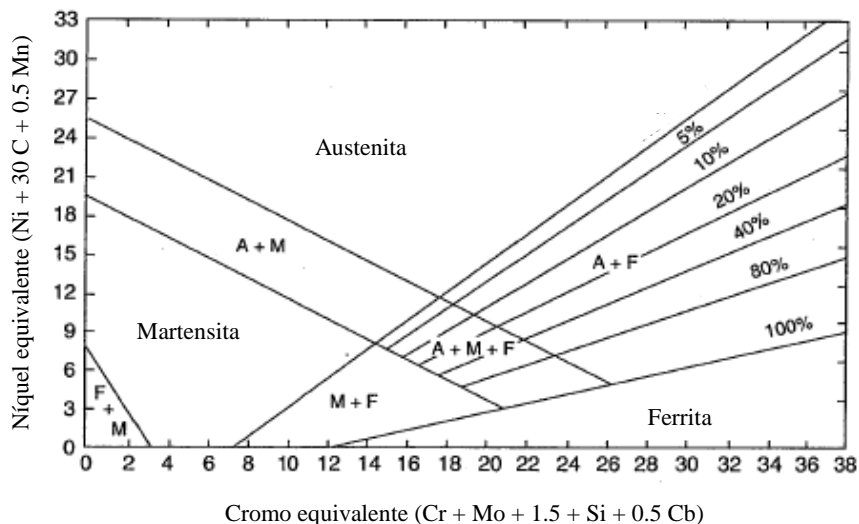


Figura 3.6 - Diagrama de Schaeffler para aços inoxidáveis soldados (Região da ZF). LIPPOLD e KOTECKI (2005). A – austenita, F – ferrita, M – martensita.

Um erro no Diagrama de Schaeffler é a ausência do nitrogênio nos elementos gamagênicos. Na década de 70, o Diagrama de Schaeffler foi corrigido por De Long, acrescentando a grande importância do nitrogênio (LIPPOLD et. al., 2005).

Mais recentemente, BALMFORTH e LIPPOLD (1998) desenvolveram um diagrama ferrítico-martensítico constitutivo que pode ser utilizado para uma grande variedade de composições, além das classes comerciais de aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos. Eles desenvolveram este diagrama pela determinação da fração das fases presentes usando metalografia quantitativa. O resultado é mostrado no diagrama da Figura 3.7. Este diagrama se apresenta como altamente eficiente tanto na previsão de aços inoxidáveis ferríticos como martensíticos; a faixa de composição na qual este diagrama é considerado válido está mostrada abaixo dele.

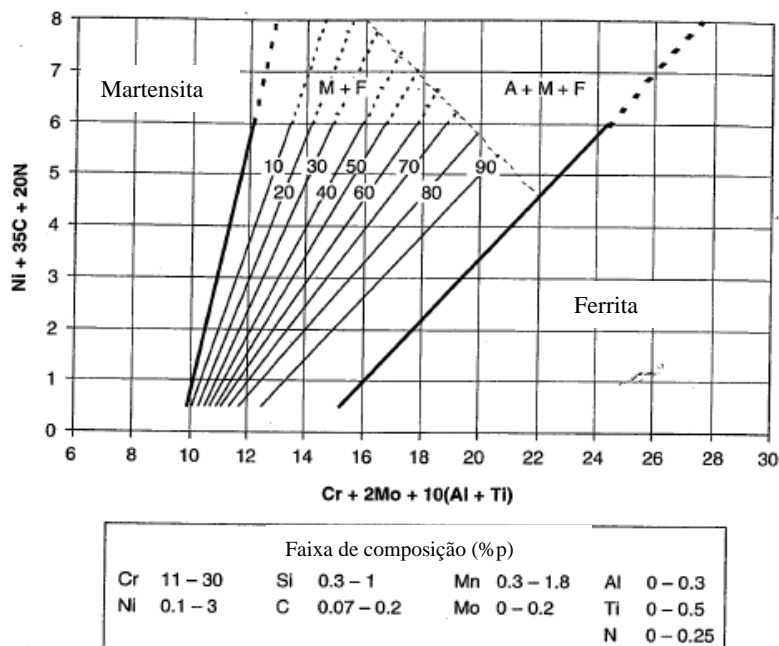


Figura 3.7 - Diagrama de Balmforth para aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

3.2.3.2. Previsão de microestrutura na zona termicamente afetada (ZTA)

O alto grau de aquecimento gerado na zona termicamente afetada durante o processo de soldagem provoca um grande número de reações (BAILEY, 1994). Dentre estas reações pode-se ressaltar a dissolução de carbonetos e outros precipitados. Desta forma a microestrutura da ZTA da maioria dos aços inoxidáveis ferríticos é constituída por ferrita, carbonetos, nitretos e carbonitretos.

O carbono e nitrogênio possuem baixa solubilidade na ferrita em baixa temperatura, sendo assim, há uma grande tendência em formar precipitados desta natureza durante o resfriamento quando estes elementos estão presentes.

3.3. Técnicas para Avaliar a Corrosão Intergranular

A maior parte dos ensaios de corrosão é do tipo acelerado, voltados para controle de qualidade. Neste caso, o meio de análise pode ter pouca relação com o meio no qual o componente irá trabalhar. Contudo, é capaz de detectar

uma condição metalúrgica suspeita ou conhecidamente capaz de causar problemas de ataque intergranular em serviço (MAGRI, 1995).

3.3.1. Ensaios normalizados para os aços inoxidáveis ferríticos

Os ensaios normalizados para detectar a susceptibilidade à corrosão intergranular dos aços inoxidáveis ferríticos estão descritos na Norma ASTM A763 (ASTM 1988b). Segundo SEDRIKS, (1996), antes de 1979 a susceptibilidade à corrosão intergranular dos aços inoxidáveis ferríticos era avaliada mediante a Norma ASTM A262 (ASTM A262, 1988a) práticas A, B, E e F; neste mesmo ano a ASTM separou e aprovou uma nova norma, designando-a como A763, práticas W, X, Y e Z, sendo a principal diferença entre elas o tempo de exposição do ensaio. Estes ensaios estão descritos resumidamente a seguir.

3.3.1.1. Ataque em ácido oxálico

Contido na prática W da Norma ASTM A 763 (ASTM, 1988b), este ensaio constitui-se de procedimentos para verificação da possibilidade de susceptibilidade à corrosão intergranular, a qual é realizada por exame metalográfico após ataque eletrolítico por 1,5 minuto a uma densidade de corrente de 1 A/cm², em uma solução de H₂C₂O₄.2H₂O. Por ser um ensaio simples e rápido é usado como um “peneiramento” para evitar a utilização de ensaios mais caros, como os das práticas X, Y e Z, para aceitação das amostras. A estrutura obtida no exame metalográfico é classificada a seguir.

- “Degrau”, onde são observados degraus entre os grãos, sem valas;
- “mista”, que contem algumas valetas além dos degraus, mas sem completar os contornos de um único grão;
- “vala”, onde um ou mais grãos são completamente circundados por valas.

A estrutura do tipo degrau significa que o material não está sensitizado, pois os contornos de grão estão livres de precipitados de carboneto de Cr. A diferença na velocidade de dissolução dos grãos devida à orientação cristalográfica gera tal estrutura. Enquanto a estrutura tipo vala é obtida pela presença de carbonetos de cromo, os quais são dissolvidos durante o ataque.

Em geral, estruturas tipo “vala” requerem realização de um segundo ensaio. A seleção da prática a ser usada posteriormente dependerá do material ensaiado.

Outros ensaios também podem ser utilizados para detectar a corrosão intergranular de aços inoxidáveis podendo citar o ensaio em Sulfato férrico – ácido sulfúrico, prática X da Norma ASTM A763 (ASTM 1988b), e o ataque em sulfato de cobre - ácido sulfúrico, da Norma ASTM A763 (ASTM 1988b), práticas Y e Z.

3.3.2. Métodos eletroquímicos

Os ensaios normalizados para avaliação da corrosão intergranular, descritos na seção anterior, são demorados, destrutivos (exceto ensaio em ácido oxálico) e, são apenas qualitativos, quando não determinada a perda de massa. Os métodos eletroquímicos são alternativas interessantes por causa da rapidez com que podem ser executados e pela quantidade de informações que podem ser extraídas de cada ensaio.

A essência do método de polarização eletroquímica é a representação da dependência funcional da densidade da corrente em resposta a alterações de potencial aplicado (CIHAL et. al.; 2000).

Os ensaios eletroquímicos são realizados com ajuda de um potenciostato, o qual permite impor e/ou medir potencial e corrente no sistema metal/eletrólito de interesse. Tal sistema proporciona uma curva de polarização, a qual é uma representação prática da relação entre corrente e potencial do eletrodo. As

curvas de polarização avaliam o comportamento de resistência à corrosão de metais e ligas além da agressividade de diferentes meios.

As bases teóricas dos ensaios de corrosão eletroquímicos se derivam da teoria do potencial misto. Esta teoria postula que a velocidade total das reações de oxidação é igual à velocidade total das reações de redução sobre a superfície corroída (SEDRIKS, 1996).

As reações de dissolução sobre o metal corroído em uma célula eletroquímica são representadas pela reação geral:

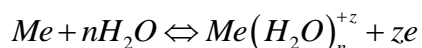


Onde: Me : átomo do metal

z : quantidade de elétrons

e : elétron

Contudo a forma mais correta seria (WOLYNEC, 2003):



Um metal em contato com um determinado meio adquire certo potencial, conhecido como potencial de circuito aberto ou potencial de corrosão (E_{corr}). A polarização é a alteração do potencial de eletrodo a partir do valor do circuito aberto, pela imposição de um potencial externo, seja por um potenciostato ou um para galvânico. A aplicação deste é acompanhada pela variação na densidade de corrente que pode ser estimada pela equação de Wagner-Traud (SEDRIKS, 1996), equação 3.2:

$$\Delta i = i^* \left[\exp\left(\frac{2,303\Delta E}{b_a}\right) - \exp\left(\frac{2,303\Delta E}{b_c}\right) \right] \quad (3.2)$$

Onde: Δi : densidade de corrente medida

i^* : densidade de corrente

$$\eta = E_{aplicado} - E_{corr}$$

$$b_a = \frac{2,303RT}{\alpha zF} \quad \text{constante de Tafel da reação anódica}$$

$$b_c = \frac{-2,303RT}{[(1-\alpha)zF]} \quad \text{constante de Tafel da reação}$$

catódica

$$\eta_a = b_a \log \frac{i_a}{i_0}$$

$$\eta_c = b_c \log \frac{i_c}{i_0}$$

Onde:

R: $8,621 \times 10^{-5}$ eV/K;

T: temperatura absoluta (K);

z: número de cargas elétricas envolvidas nas respectivas reações;

F= 96494 C/mol = 1 eV/V: constante de Faraday;

α : coeficiente de simetria da dupla camada elétrica.

η_a = sobrepotencial anódico

η_c = sobrepotencial catódico

i_0 = densidade de corrente de troca

A Figura 3.8 ilustra uma curva de polarização anódica típica para um aço inoxidável não sensibilizado. Nota-se que a densidade de corrente aumenta rapidamente até que seja atingido o potencial correspondente ao equilíbrio da reação de formação de óxido, denominado potencial de Flade. Acima deste potencial, haverá a formação de um filme superficial, que confere proteção ao metal, reduzindo drasticamente a taxa de corrosão. Esta condição é denominada passivação e o potencial onde isto ocorre é chamado de potencial de passivação (E_{pp}). O potencial de passivação delimita duas regiões de potenciais: a ativa ($E_{corr} < E < E_{pp}$) e a passiva ($E > E_{pp}$). A máxima taxa de corrosão obtida antes da passivação do aço é denominada densidade de corrente crítica (i_{crit}).

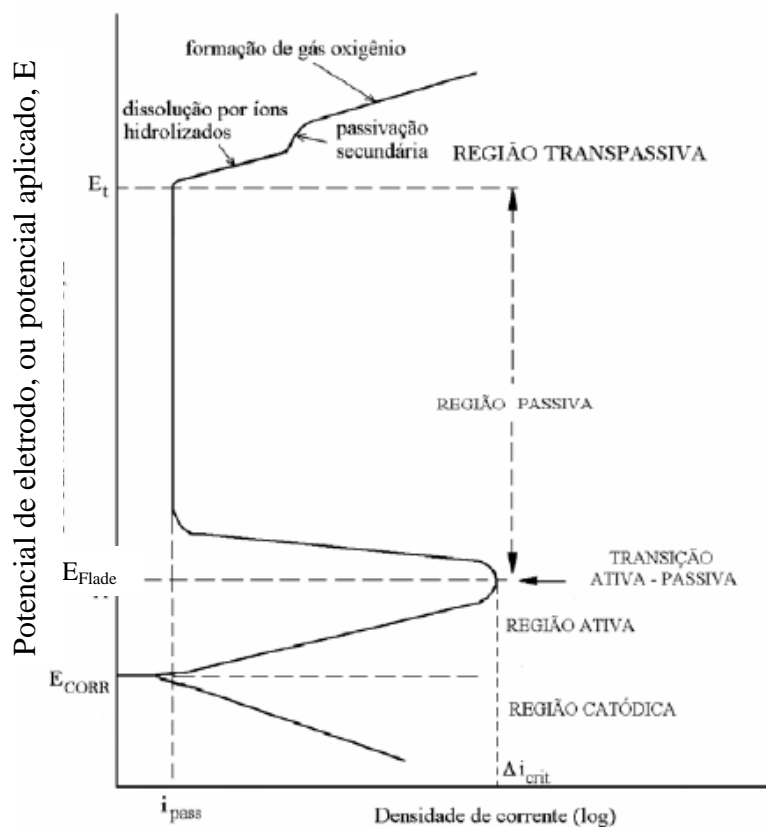


Figura 3.8 - Curva de polarização anódica e catódica típica para aços inoxidáveis em solução de ácido sulfúrico apresentando passivação (Adaptação de SEDRIKS, 1996).

Em potenciais muito elevados (E_t), em torno de 1,2 V, a película sofre dissolução sob a forma de íons hidratados, no caso o íon CrO_4^{2-} . Este

fenômeno é conhecido como transpassividade e é acompanhado por um aumento da taxa de corrosão.

Ressalta-se que na região de passivação os aços inoxidáveis podem sofrer corrosão localizada por pites; e ainda, os austeníticos e duplex, corrosão sob tensão.

3.3.2.1. Reativação potenciodinâmica

Trata-se de uma técnica rápida, quantitativa e não destrutiva para estabelecer o grau de sensitização de aços inoxidáveis (SHEIR; JARMAN e BURSTEIN, 1994). Segue descrição das técnicas existentes.

3.3.2.1.1 A técnica SL – EPR

O método consiste em primeiro em estabilizar o potencial de corrosão, E_{corr} , durante 2 minutos do corpo de prova polido até $1\mu\text{m}$ numa solução $0,50\text{M H}_2\text{SO}_4 + 0,01\text{ M KSCN}$. O material é então polarizado até o potencial $+200\text{ mV}_{SCE}$ por um período de 2 minutos. Depois disso o potencial é revertido até o valor E_{corr} , com uma velocidade de 6 V/h ($1,67\text{ mV/s}$). Esta reativação leva a quebra da película passiva preferencialmente nas zonas empobrecidas de cromo dos aços sensitizados (MAJIDI e STREINCHER, 1984a, SEDRIKS, 1996). A variação de corrente em função da tensão aplicada para este ensaio é mostrada na Figura 3.9 a.

A área hachurada da Figura 3.9 é proporcional à carga elétrica, Q , gerada na transferência de material da liga para a solução, que depende da área superficial do corpo de prova e do tamanho de grão. Em um material não sensitizado, a película passiva permanece praticamente intacta resultando em menor valor da corrente máxima e da carga Q .

O grau de sensitização é avaliado pela carga normalizada, P_a , conforme a Equação 3.3:

$$P_a = \frac{Q}{GBA} (\text{Coulomb}/\text{cm}^2) \quad (3.3)$$

Onde GBA é a área total dos contornos de grão e é dada por:

$$GBA = A_s \cdot [5,09544 \cdot 10^{-3} \cdot \exp(0,34696 \cdot X)]$$

Onde, A_s é a área superficial do corpo de prova e X é o tamanho do grão ASTM (da Norma ASTM E112, 1988c). Na utilização da relação acima, assume-se que a espessura da região atacada no material sensibilizado vale sempre 10^{-4} cm e que esta região está uniformemente distribuída ao longo dos contornos de grão. MAJIDI e STREICHER (1984b) verificaram variações na espessura da região atacada preferencialmente e que, no caso da sensibilização não ser muito severa, só uma parte dos contornos de grão é atingida. Além disso, há a formação de pites no interior dos grãos causados por inclusões não metálicas, que contribuem para a carga total Q . Assim, os valores de P_a não correspondem a um processo de corrosão bem definido, contudo são indicadores úteis.

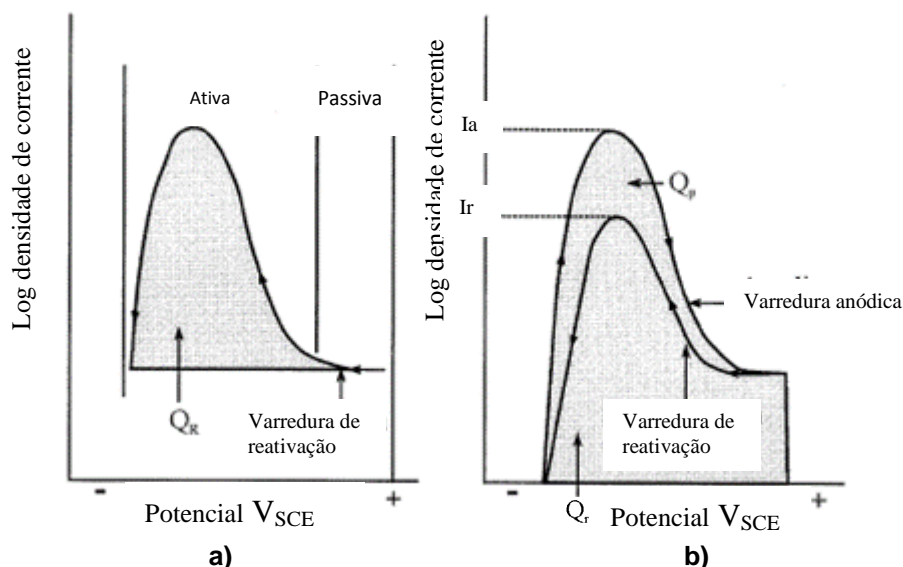


Figura 3.9 - Diagrama esquemático do método de reativação potenciodinâmica na versão a) "loop" simples, e b) "loop" duplo. (Adaptação de CÍHAL et. al., 2000).

O ensaio SL é muito sensível na avaliação de graus medianos de sensibilização, isto é, para valores de P_a de até 10 Coulomb/cm². Nestes valores, materiais austeníticos, submetidos ao ataque em ácido oxálico apresentam estruturas do tipo "degrau" ou "mista". Para graus de sensibilização que resultem em valores de P_a maiores que 10 Coulomb/cm², o ensaio eletroquímico torna-

se insensível, sendo a sensitização melhor determinada pelos ensaios em sulfato de cobre ou sulfato férrico. Estes materiais apresentam estrutura tipo “vala” após ataque com ácido oxálico (MAJIDI e STREICHER, 1984a).

3.3.2.1.2 A técnica DL-EPR

O ensaio foi desenvolvido para diminuir o tempo de preparação da amostra, em campo, da superfície da amostra polida até $1\mu\text{m}$; neste método podem ser empregados acabamentos até lixa #100.

O ensaio consiste em polarizar anodicamente, a partir do potencial de corrosão, a amostra até um potencial onde o material encontra-se passivo. Uma vez atingindo este potencial a amostra é polarizada novamente até o potencial de corrosão. Neste ensaio, a reativação a partir de um potencial de passivação é precedida por uma polarização anódica. Como resultado, dois picos de densidade de corrente anódica são obtidos: um de ativação, I_a , e outro de reativação, I_r , Figura 3.9 b.

Ao invés de se usar a área abaixo do pico para avaliar a sensitização como o ensaio SL-EPR, utiliza-se a razão entre os dois máximos de densidade de corrente, I_r/I_a , onde I_a é o máximo anódico e I_r é o máximo obtido durante a polarização reversa.

As desvantagens do método SL-EPR (necessidade de polimento do corpo de prova até $1\mu\text{m}$, medição do tamanho de grão, efeitos de inclusões não metálicas e dos pites formados na superfície do corpo de prova que aumentam o grau de sensitização), são atenuadas pelo método DL-EPR, que é insensível a estas variáveis, uma vez que a etapa de ativação provoca a limpeza da superfície. Consequentemente, não há necessidade de observar o corpo de prova no microscópio óptico e só necessitar lixamento até lixa #100. O método DL-EPR também apresenta melhor reprodutividade que o SL e é mais sensível na determinação de baixos graus de sensitização, apresentando boa correlação com as estruturas “mistas” e “degraus”, obtidas após ataque com ácido oxálico (prática A) para o caso dos aços austeníticos (SEDRICKS, 1996).

3.3.2.1.3 A técnica S-EPR

Este ensaio foi desenvolvido para ser mais rápido e simples que os dois anteriores. O ensaio consiste em submeter o corpo de prova lixado até lixa #100 na solução e deixar estabilizar o potencial de corrosão, ao redor de -400 mV_{ECS} por 2 minutos. Após este tempo é feita uma polarização a -230 mV_{SCE} por outros 2 minutos. Este procedimento tem o mesmo efeito que a varredura de ativação realizada no ensaio DL-EPR, ou seja, tem-se um polimento eletrolítico que elimina a necessidade de se ter um bom acabamento superficial antes de se realizar o ensaio. Depois deste tempo o corpo-de-prova é polarizado por mais dois minutos a $+200$ mV_{SCE} e imediatamente é feita a reversão até o potencial de corrosão com uma velocidade de varredura de $1,67$ mV/s. O grau de sensitização, neste caso, é tomado como sendo a densidade de corrente do pico de polarização reversa, i_r , dividida pela área da superfície do corpo de prova ensaiada, ou pela área dos contornos de grão, GBA, se uma medida mais precisa for requerida (MAJIDI e STREICHER, 1986). O esquema deste ensaio é mostrado na Figura 3.10. A solução e temperatura do ensaio são as mesmas que para os ensaios anteriores.

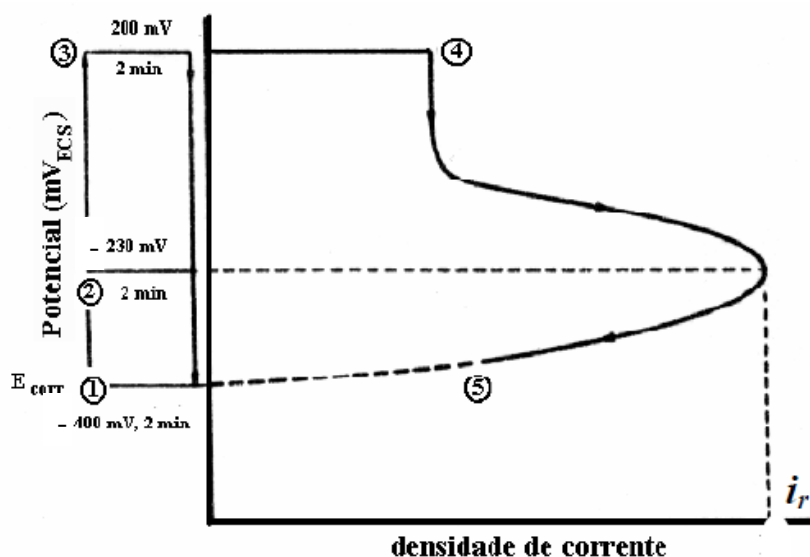


Figura 3.10 - Diagrama esquemático do ensaio S-EPR (Adaptação de MAJIDI e STREICHER, 1986).

CAPÍTULO 4

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão descritos os materiais e métodos utilizados para avaliar a resistência à corrosão intergranular do aço inoxidável ferrítico AISI 410S. As etapas foram:

- Processo de soldagem;
- Corte das amostras;
- Realização da Prática W da Norma ASTM A763/1988;
- Microdureza;
- Levantamento das curvas de polarização potenciodinâmica pelo método DL-EPR;
- Exame metalográfico em microscópio óptico (MO) e microscópio eletrônico de varredura (MEV)

4.1. Material como Recebido

Foi utilizada neste trabalho uma chapa de aço inoxidável ferrítico, fornecida pelo fabricante com dimensão de 150 x 65 x 6,3 mm³. A composição química esta descrita na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Composição química (% em massa)

Elemento	C	Cr	Ni	Mn	Cu	Si	P	S
(% em peso)	0,0134	11,004	0,367	0,6149	0,0192	0,4507	0,018	0,0005
Elemento	Nb	Ti	Co	N	Mo	Al	V	W
(% em peso)	0,0031	0,0136	0,0201	0,0144	0,0047	0,002	0,0405	0,0542

O material experimental deste trabalho foi submetido a tratamento térmico em forno tipo contínuo. O processo utilizando passes intermediários de encruamento permite a formação de granulação mais fina, permitindo dessa maneira a geração de um material com melhores características mecânicas. (TURAZI; OLIVEIRA, 2007).

4.2. Processo de Soldagem

O material foi soldado utilizando o processo de soldagem GTAW² também conhecido como TIG³, autógena, portanto sem metal de adição, automático, com o cordão realizado sobre a chapa, portanto não existindo junta. A velocidade foi de 3,6 mm/s e a tensão de 14,0 V. Foram utilizadas duas condições de soldagem em corrente contínua e uma em corrente pulsada com polaridade direta. Os parâmetros estão descritos na tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Parâmetros de soldagem utilizados no trabalho.

Condição de soldagem	Corrente de pulso (A)	Corrente de base (A)	Tempo de pulso (s)	Tempo de base (s)	Frequência (Hz)	Corrente média (A)	Energia de soldagem (kJ/cm)
1	300,0 ± 1,5	70,0 ± 1,5	0,50 ± 0,01	0,40 ± 0,01	1,11	198	≈ 7,69
2	300,0 ± 1,5	70,0 ± 1,5	0,40 ± 0,01	0,30 ± 0,01	1,43	201	≈ 8,06
3	-	-	-	-	-	200	≈ 7,78

4.3. Corte das Amostras

As amostras foram retiradas fazendo-se cortes longitudinais do material soldado, conforme Figura 4.1a, nas posições: centro da zona fundida, A1, divisão entre zona fundida e zona termicamente afetada (ZTA), A2, e distanciados 2, 4 e 6 mm do início da zona termicamente afetada, A3, A4, A5, respectivamente. Foi retirada amostra com 2 mm de espessura e 36 mm² de área aproximadamente.

² Gas Tungsten Arc Welding

³ Tugsten Arc Welding

Por se tratar de solda em que proporciona apenas a fusão do metal de base, também foram retiradas amostras da parte superior da zona fundida, Figura 4.1b.

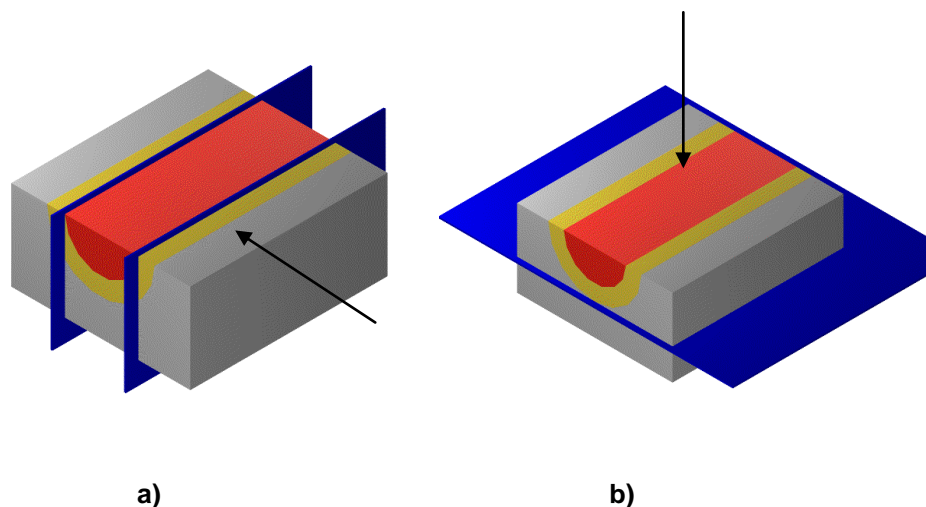


Figura 4.1 - Representação esquemática das regiões de corte das amostras, setas indicam região ensaiada. a) Amostra longitudinal A2 (intercessão entre ZF e ZTA). b) amostra de topo, região ensaiada, ZF superior ao corte.

4.4. Ensaio de Microdureza

Foi levantado um perfil de microdureza para o metal de base e demais regiões, segundo Norma ABNT NBR NM 188-1 (ABNT NM 188-1, 1999). Para tal foi utilizado um microdurômetro marca Pantec modelo HXD – 1000TM. (Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais - UFES), Figura 4.3.

Foram feitos três perfis de microdureza com carga de 200g e tempo de 30s, nas amostras polidas até $1\mu\text{m}$, da região fundida até o metal de base, Figura 4.2. As amostras da seção longitudinal também foram submetidas à aplicação de carga de 500g com um tempo de 30s em pontos aleatórios da amostra.

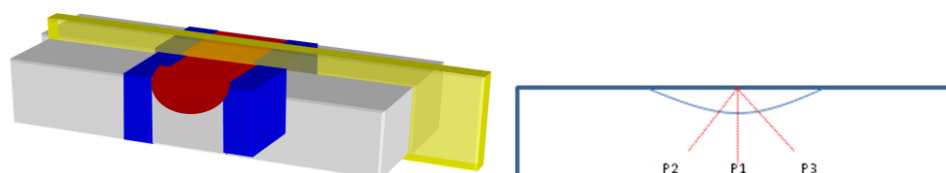


Figura 4.2 - a) Representação esquemática das regiões analisadas. b) corte longitudinal representando os perfis de microdureza.



Figura 4.3 - Microdurômetro Pantec HXD.

4.5. Ensaio de corrosão

Para avaliar a susceptibilidade à corrosão intergranular foi realizado o ensaio de reativação eletroquímica potenciodinâmica, na versão ciclo duplo (DL-EPR). Para isto utilizou-se o potenciostato μ Autolab Type III (Laboratório de Metalografia e Tratamento Térmico LABMETT – UFF) , Figura 4.4, para análise das amostras retiradas com cortes longitudinais, e o potenciostato digital Omnimetra, Modelo PG-39 (Laboratório de Corrosão IFES), para as amostras de topo, Figura 4.5. O sistema opera com três eletrodos, o eletrodo de trabalho (metal a ser ensaiado), um eletrodo auxiliar (eletrodo de platina) e um eletrodo de referência (eletrodo de calomelano saturado, ECS), o esquema de arranjo experimental se encontra na Figura 4.6. A corrente de corrosão passa entre o eletrodo de trabalho e eletrodo de platina, e responde às mudanças de potencial controlado.



Figura 4.4 - a) Potenciostato μ Autolab Type III; b) Célula. Eletrodos de: trabalho, calomelano e de platina.

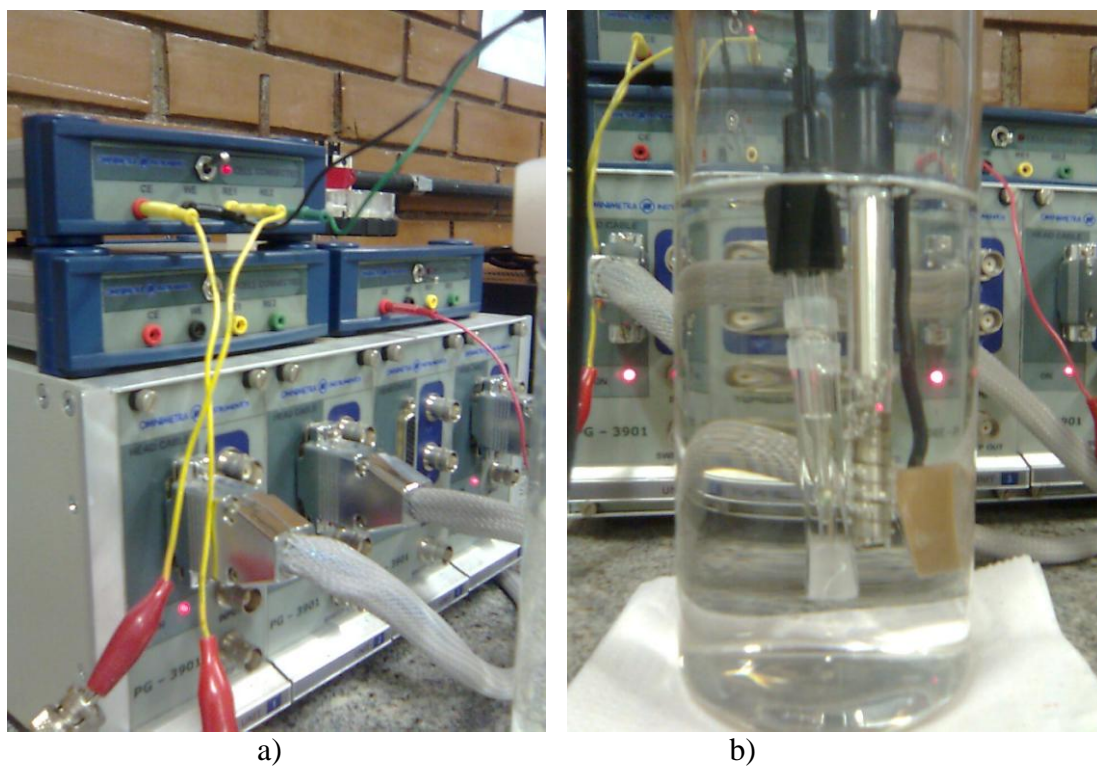


Figura 4.5 - a) Potenciostato Omnimetra, Modelo PG-39. b) Célula. Eletrodos de: trabalho calomelano saturado e de platina.

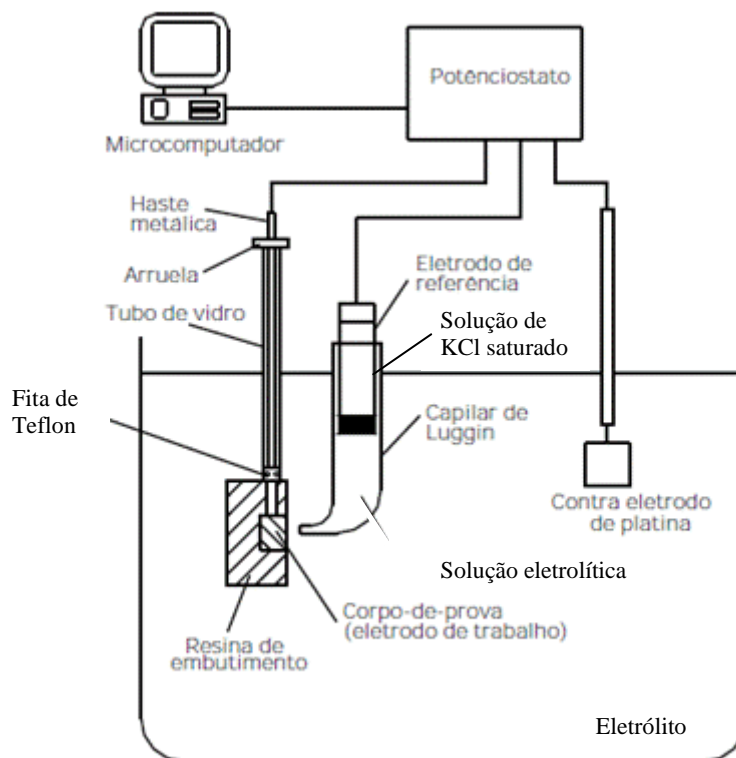


Figura 4.6 - Esquema de arranjo experimental para os ensaios DL-EPR (Adaptação de MAGRI, 1995).

As amostras foram embutidas em resina polimérica e lixadas até #400, a área ensaiada foi limitada com esmalte para evitar a corrosão por frestas. A área exposta à solução foi de aproximadamente 30 mm^2 . A concentração da solução eletrolítica selecionada, por ser considerada mais adequada, foi a de $0,14\% \text{ H}_2\text{SO}_4 + 0,0025 \text{ KSCN}$. Outras concentrações foram avaliadas, porém a selecionada permitiu maior relação com a microestrutura.

As amostras foram anodicamente polarizadas do potencial de corrosão aproximadamente $-600 \text{ mV}_{\text{SCE}}$ a $400 \text{ mV}_{\text{SCE}}$ com uma velocidade de varredura de $1,67 \text{ mVs}^{-1}$. Nesta polarização ocorreu a dissolução ativa formando a camada passiva. Atingindo $400 \text{ mV}_{\text{SCE}}$ a polarização foi revertida com mesma taxa e o ensaio foi finalizado no potencial de corrosão. A varredura reversa induziu a quebra da camada passiva nas regiões empobrecidas de cromo. Cada amostra foi ensaiada no mínimo três vezes. A Figura 4.7 mostra a curva de polarização para uma das amostras, exemplificando o procedimento.

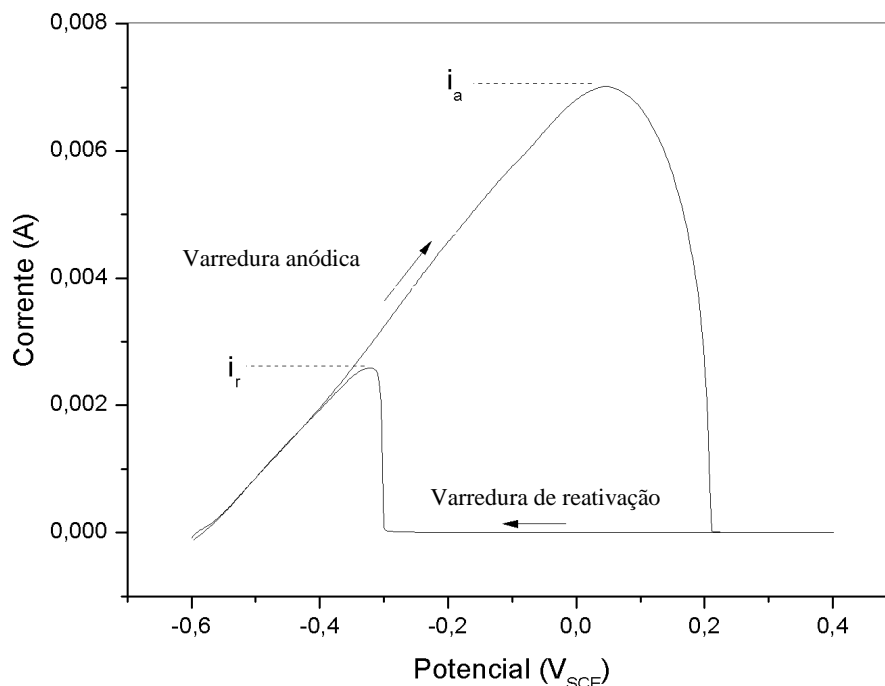


Figura 4.7 - Ensaio DL-EPR. Solução $0,14\text{H}_2\text{SO}_4 + 0,0025\text{KSCN}$, velocidade de varredura $1,67 \text{ mV/s}$. Amostra A4 condição de soldagem 1.

Na varredura reversa, a curva foi menor devido à ativação ter ocorrido apenas nas regiões empobrecidas de cromo próximas aos contornos de grão.

Foi mensurado o grau de sensitização (I_r/I_a), relação entre a densidade de corrente máxima na varredura anódica (I_a) e reversa (I_r), sendo tais valores medidos diretamente na curva.

4.6. Tratamento Térmico (Solubilização)

As amostras do metal base foram solubilizadas em forno tipo mufla (LABMETT – UFF), a 800 , 850 , 900 , 950 e 1000°C por 30 minutos e resfriadas em água. Foi realizado ainda tratamento a 900°C por 60 minutos. As amostras soldadas que apresentaram maior grau de sensitização receberam tratamento de solubilização a 1000°C por 30 minutos e resfriadas em água.

4.7. Caracterização Microestrutural

As amostras selecionadas foram polidas até o acabamento superficial de $1\mu\text{m}$, e analisadas antes, depois do ataque de corrosão e após tratamento

térmico. Antes do ataque de corrosão o ataque utilizado foi o Vilella (1g de ácido pícrico + 100ml de etanol + 5ml de HCl) e as demais com ataque em ácido oxálico, ataque eletrolítico em uma solução 10% em peso de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Realizou-se observação com microscópio óptico e eletrônico de varredura (MEV marca ZEISS, modelo EVO 40 – UFES), Figura 4.8, nas amostras após ensaio de corrosão.



Figura 4.8 - Microscópio eletrônico de varredura.

Selecionando-se pequenas áreas de avaliação (regiões do metal de base, zona fundida e da ZTA), fez-se o rastreamento do material pela detecção dos elétrons emitidos pelos átomos (elétrons secundários) ou os elétrons retroespalhados. Normalmente os dois sistemas de detecção podem ser utilizados, mas o com elétrons secundários é possível obter resolução de aproximadamente 200 Angstrom. O detector de elétrons secundários gera uma topografia de ótima qualidade, permitindo obter diversas informações acerca das características superficiais das amostras. O detector de elétrons retroespalhados permite a geração de uma imagem topográfica de menor qualidade, geralmente utilizado para análise de textura empregando-se a técnica por EBSD.

CAPÍTULO 5

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, apresentam-se os resultados e discussão referentes ao metal de base e posteriormente das amostras soldadas, além da discussão dos resultados. As imagens foram obtidas antes e após o emprego da técnica DL-EPR.

5.1. Avaliação do metal base

Inicialmente são apresentadas as microestruturas do aço tal como recebido. O ataque metalográfico utilizado para revelar a microestrutura foi o Vilella e a prática W, ataque eletrolítico em uma solução 10% em peso de $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ácido oxálico. Utilizou-se microscopia óptica (MO), Figura 5.1.

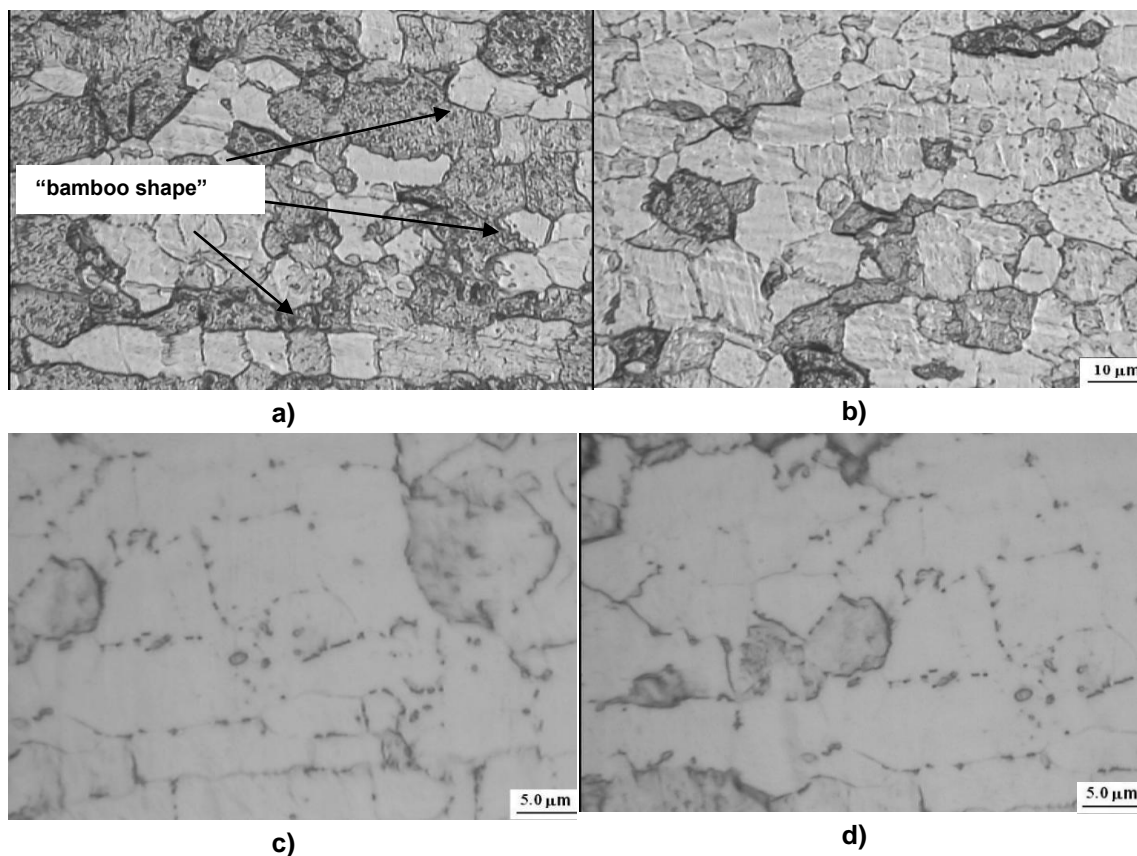


Figura 5.1 – Micrografia de metal base; reativo: a) e b) Vilella. c) e d) Ácido oxálico (10%).

O metal base apresentou estrutura direcionada menos atacada, Figura 5.1 a esta é conhecida como “bamboo shape⁴” e também foi observada por LUZ (2009), para o material tratado em forno tipo contínuo.

Ainda no material de base foi observada a presença de alguns precipitados em contornos de grão, conforme a Figura 5.1 c e d. O mesmo foi obtido por LUZ, 2009, para o mesmo material, Figura 5.2.

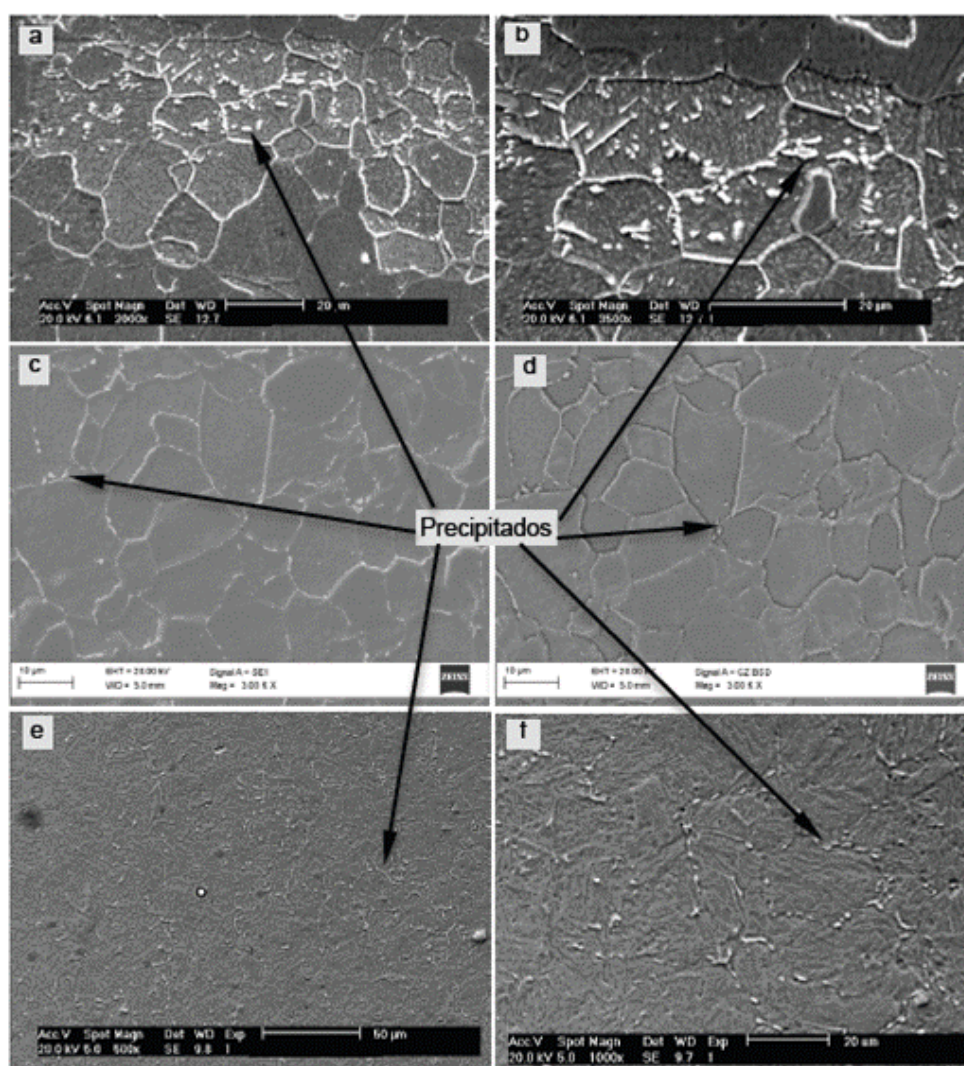


Figura 5.2 - Microestrutura do material tratado em forno contínuo (a e b) e forno tipo caixa (c e d); forno contínuo utilizando ataque eletrolítico (e e f), mostrando a presença de precipitados nos contornos e no interior dos grãos; MEV (LUZ, 2009).

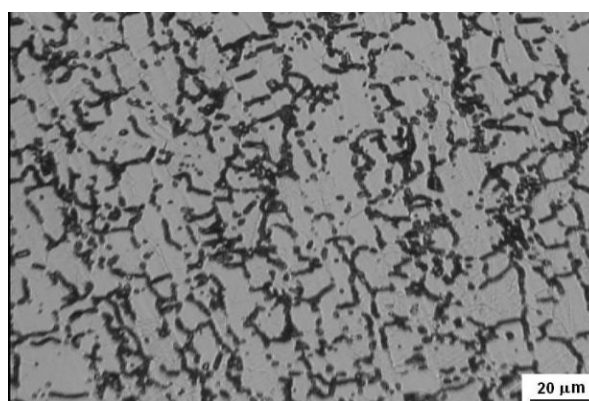
⁴ bamboo shape, microestrutura mais direcionada, apresentando um formato de alinhamento de grãos menores na direção de laminação (LUZ, 2009).

A quantidade máxima que a ferrita admitiria de C e N para ser imune a precipitação é de 0,00015% em peso a 20°C (HONEYCOMBE, 1982). Assim, é de se esperar que ocorra precipitação no material em estudo, já que o material possui valores de carbono e nitrogênio superiores.

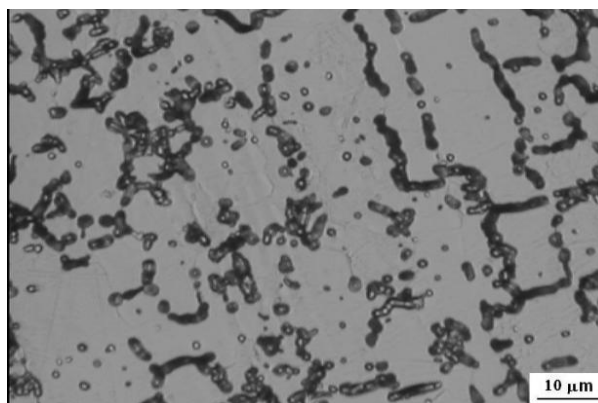
Numa velocidade de resfriamento baixa ocorre a formação de carbonetos do tipo Cr_{23}C_6 devido à diminuição da solubilidade do carbono na ferrita com a temperatura; assim, a microestrutura final do aço inoxidável ferrítico sob resfriamento em condições de equilíbrio será uma mistura de ferrita e carbonetos Cr_{23}C_6 (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

5.1.1. Prática W após o emprego da técnica DL-EPR

A seguir são apresentadas as micrografias obtidas após Prática W, para as amostras de metal de base ensaiadas pelo método DL-EPR, Figura 5.3 a e b. Este ataque foi utilizado para revelar a presença de fases ricas em cromo.



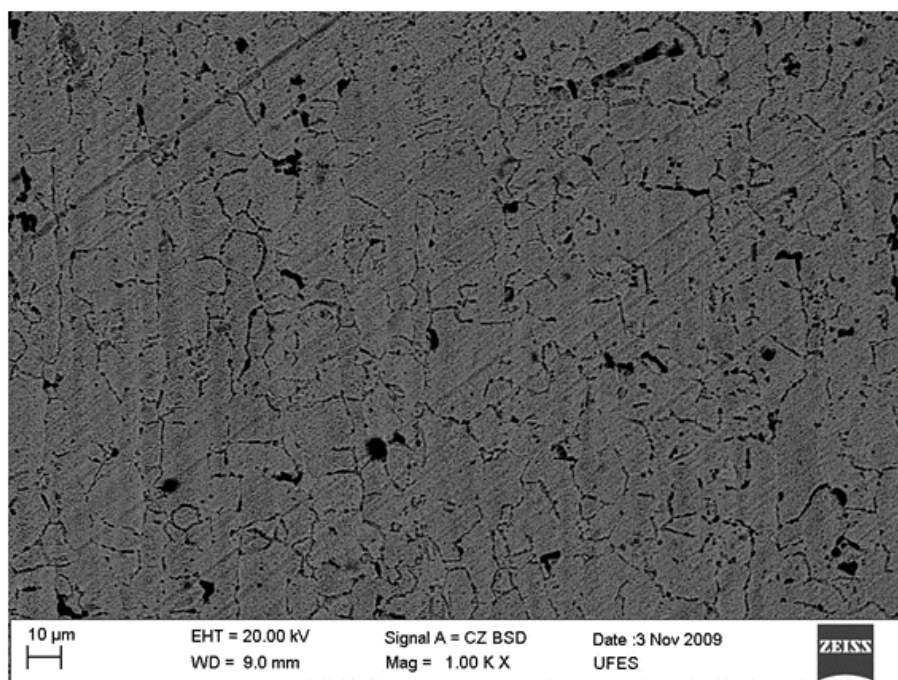
a)



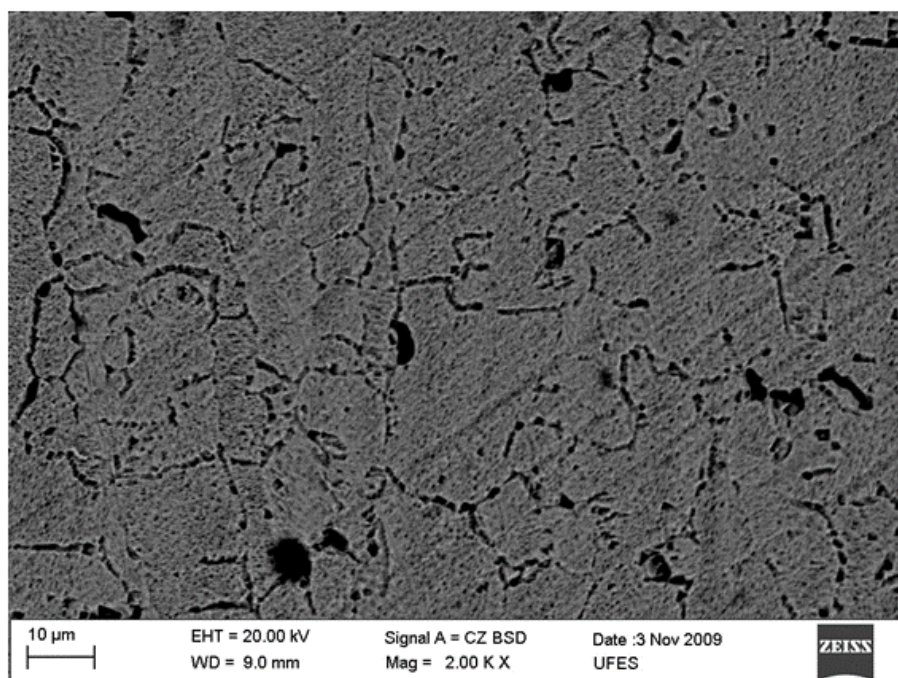
b)

Figura 5.3 - Microestrutura do metal de base; a) e b) ataque Prática W, ataque em ácido oxálico (10%).

A análise microestrutural e o ensaio DL-EPR revelam um metal base com os contornos de grãos atacados, Figuras 5.4 e 5.5.



a)



b)

Figura 5.4 - a) 1000X; b) 2000X microestrutura por MEV, após o DL-EPR; nota-se contorno de grão atacado.

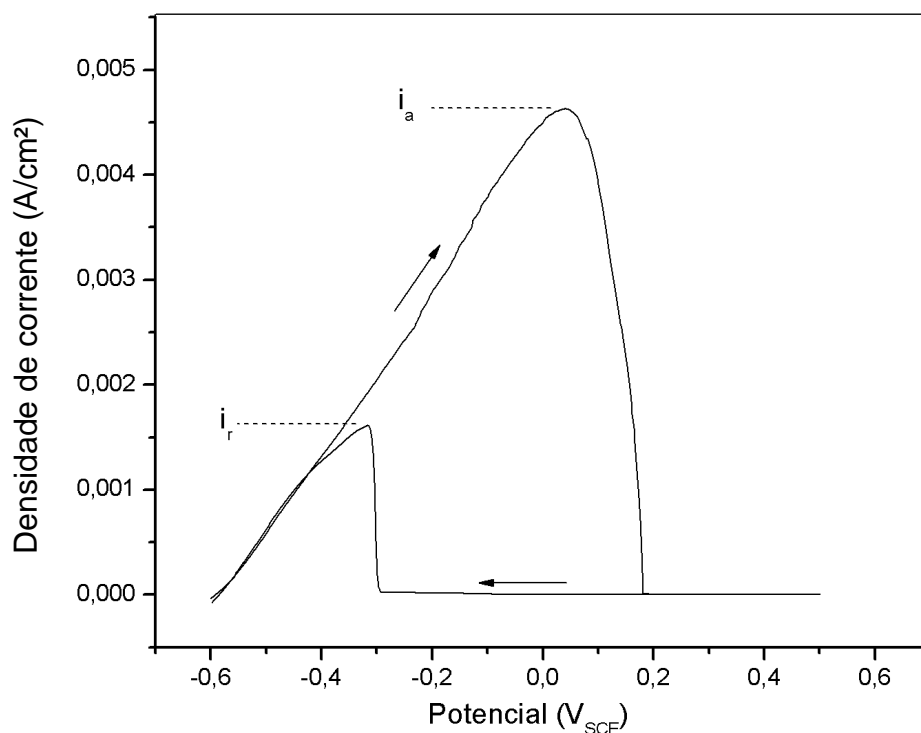


Figura 5.5 - Curva de reativação eletroquímica potenciocinética do metal base; técnica DL-EPR; velocidade de varredura 1,67 mV/s; $i_r/i_a = 0,4369$.

5.1.2. Metal Base Solubilizado

Objetivando reduzir o grau de sensitização, o metal base sofreu tratamento de solubilização seguido de resfriamento rápido em água. A alta taxa de resfriamento diminuiu a formação de carbonetos e conseqüentemente o grau de sensitização para todos os tratamentos utilizados, Figura 5.6.

Redução mais significativa ocorreu para o material solubilizado a 1000°C devido à maior dissolução dos carbonetos a esta temperatura. A faixa de temperatura de sensitização para os aços ferríticos é de 400°C a 700°C (SEDRIKS, 1996) acima de 700°C ocorre a difusão de cromo até as regiões vizinhas empobrecidas, levando à recuperação da resistência à corrosão intergranular (SEDRIKS, 1996) o que explica as reduções no grau de sensitização para as amostras tratadas a 800, 850, 900 e 950°C.

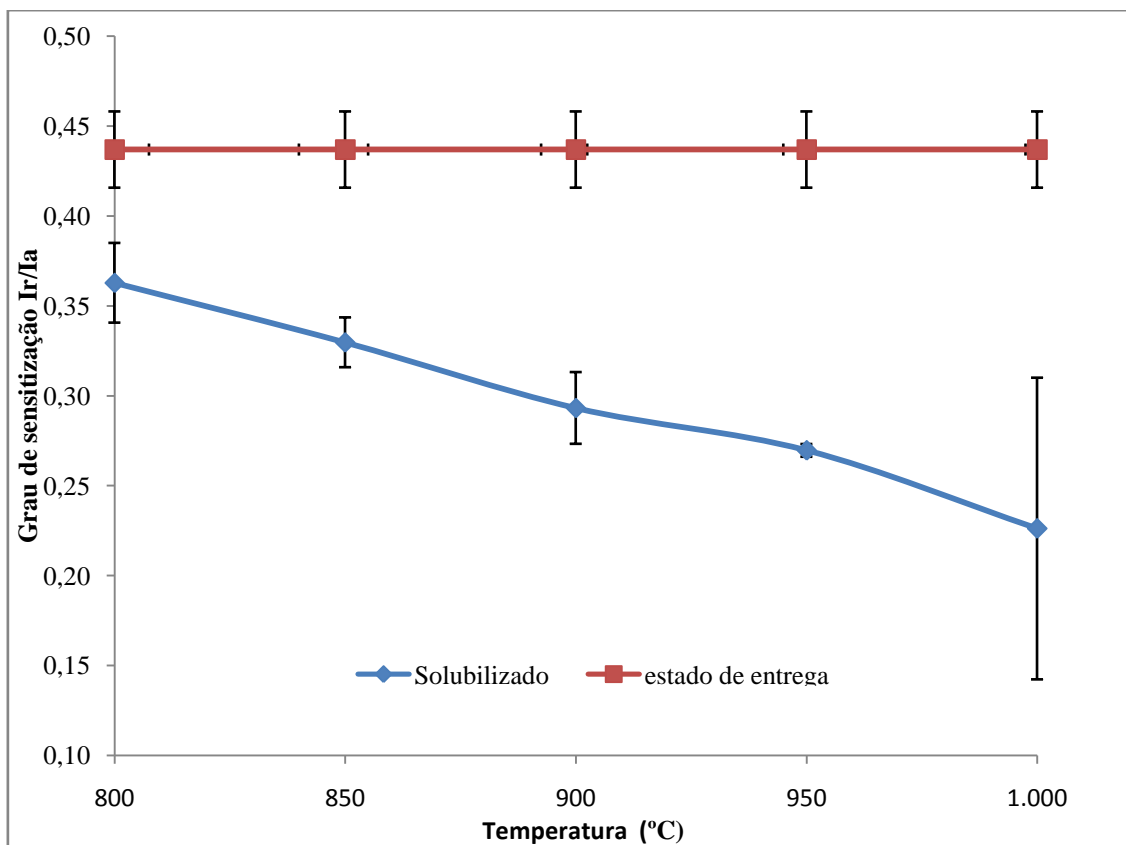
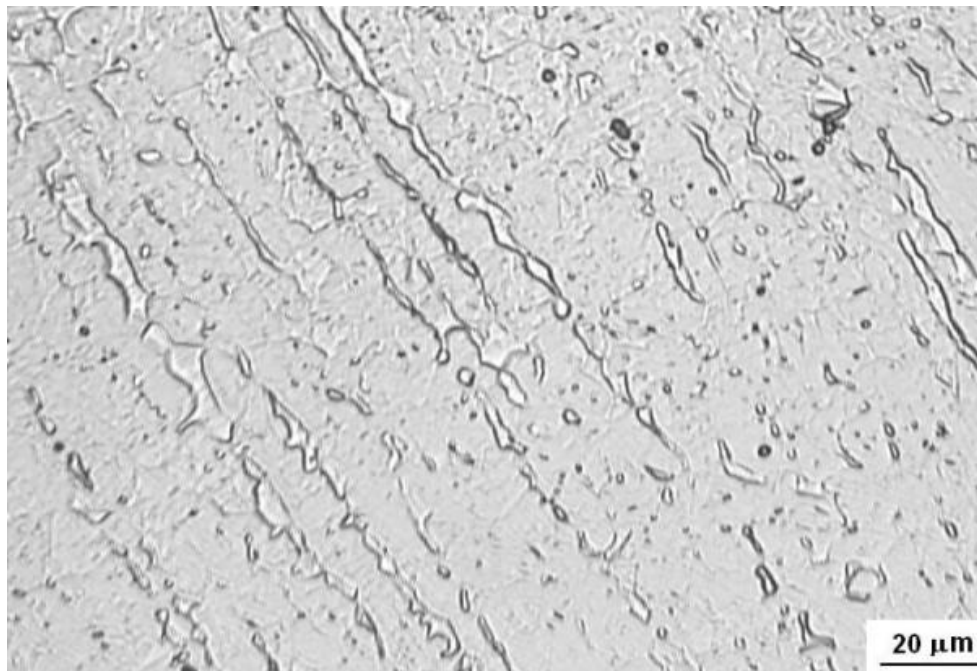


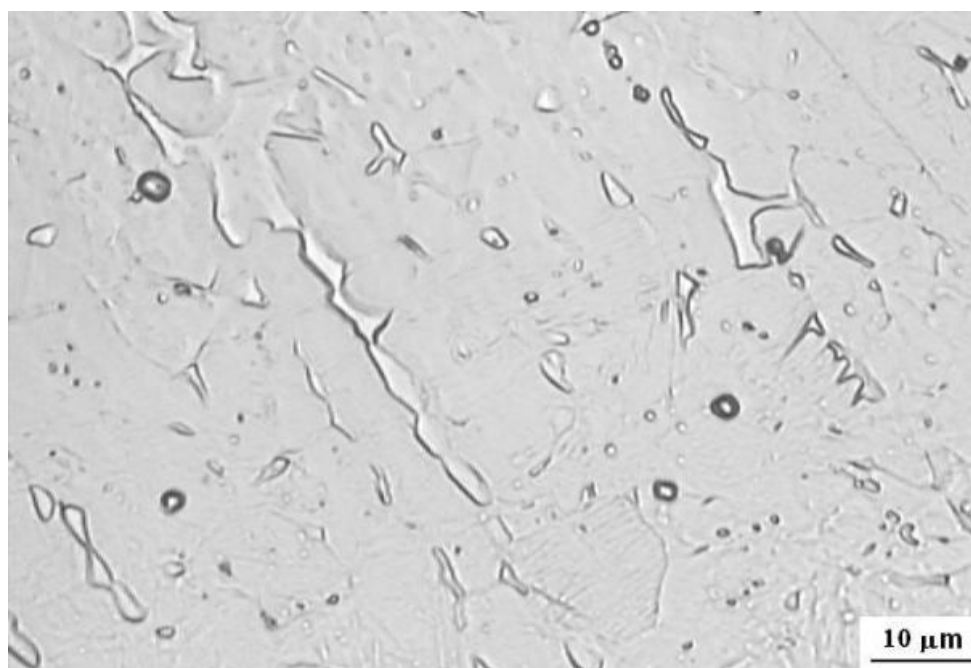
Figura 5.6 - Grau de sensitização (I_r/I_a) para metal base solubilizado 30 minutos, em função da temperatura para material com e sem solubilização.

A micrografia do metal base tratado a 1000°C, obtido pelo ataque em ácido oxálico, se mostrou praticamente livre de carbonetos, Figura 5.7 a e b; além disso, embora tenha ocorrido alguma corrosão durante o ensaio DL-EPR o material não apresentou ataque em contornos de grão, Figura 5.8 a e b. No entanto, a microestrutura da amostra solubilizada que apresentou menor redução no grau de sensitização, sofreu ataque tanto no interior do grão quanto em contornos, sendo o último mais intenso, Figura 5.9 a e b.

A fase alongada vista na Figura 5.7 assemelha-se a ferrita δ observada por LUZ (2009).

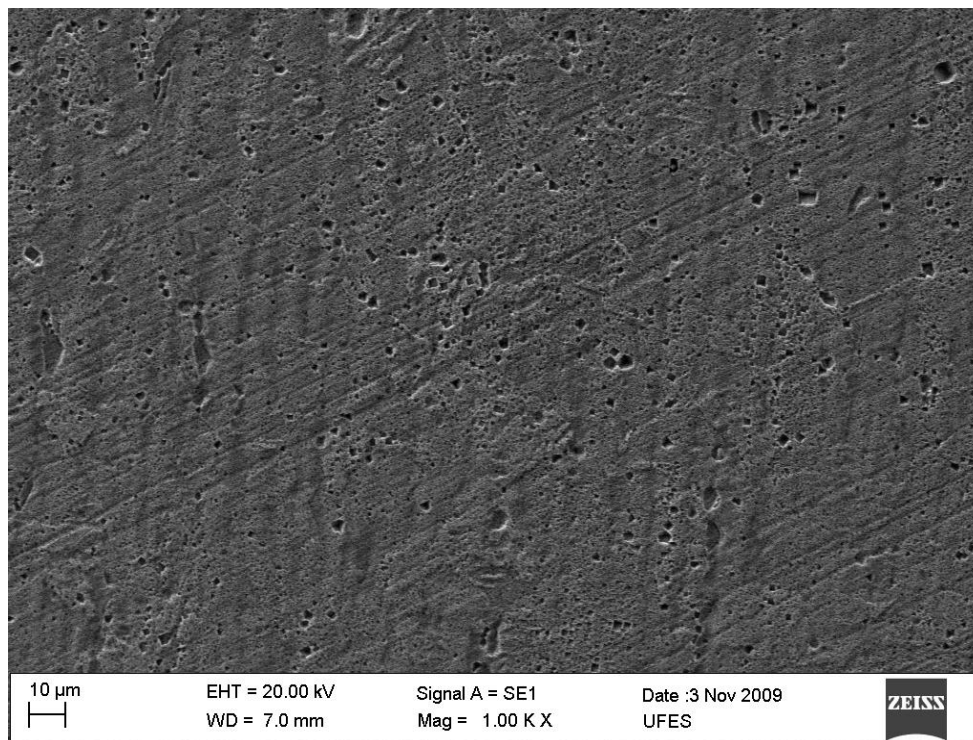


a)

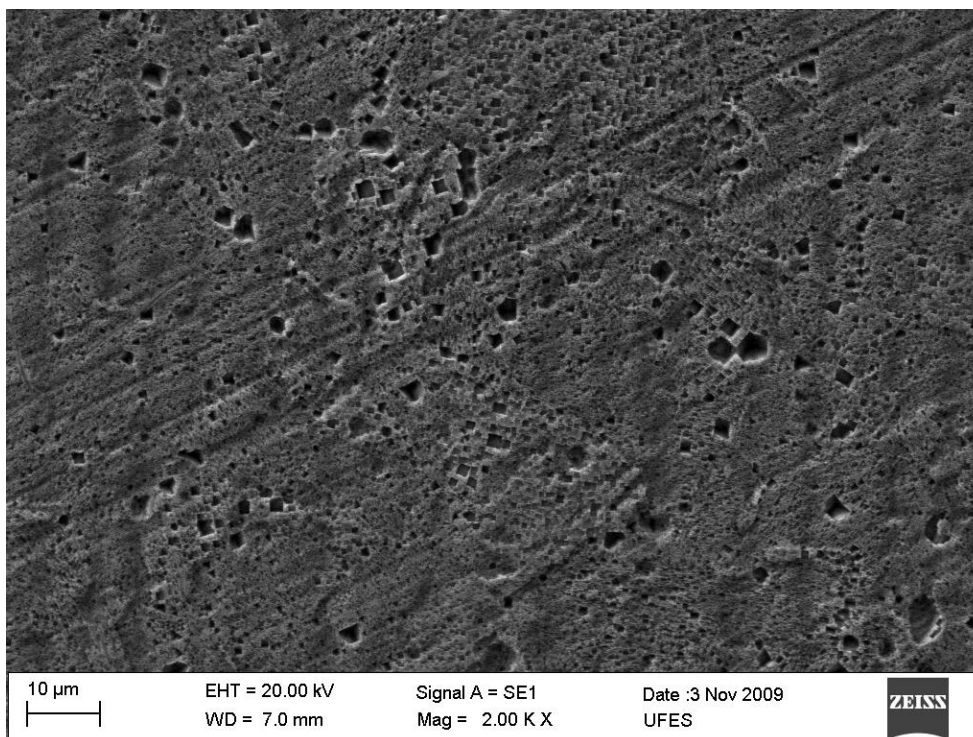


b)

Figura 5.7 - Microestrutura do metal de base solubilizado a 1000°C, 30 minutos. Ataque: ácido oxálico; a) 20X; b) 40X.

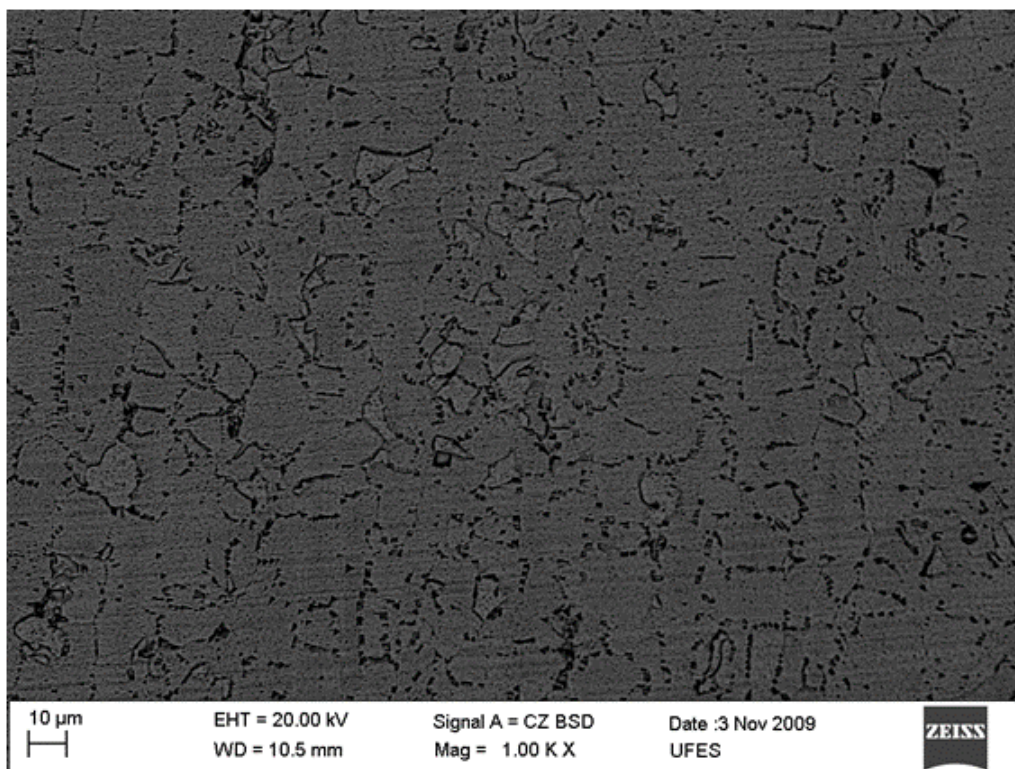


a)

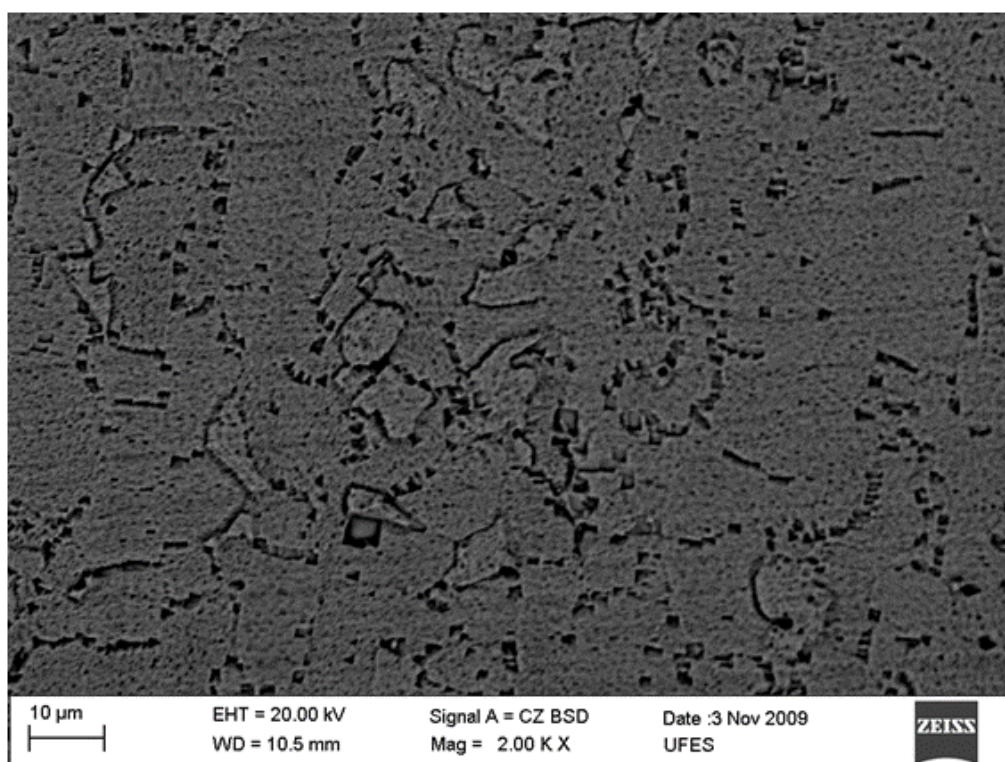


b)

Figura 5.8 - Microestrutura do metal base solubilizado a 1000°C, 30 minutos; MEV após o ensaio DL-EPR; a) 1000X; b) 2000X.



a)



b)

Figura 5.9 - Microestrutura do metal base solubilizado a 800°C, 30 minutos; MEV após ensaio DL-EPR; a) 1000X; b) 2000X.

5.2. Avaliação da Solda

A avaliação da região de solda foi realizada através de ensaio de microdureza e o ensaio de reativação eletroquímica na versão DL-EPR. As amostras que apresentaram maior grau de sensitização foram solubilizadas a 1000°C por 30 minutos e resfriadas em água, e ensaiadas novamente pela técnica DL-EPR; além disso, a análise foi complementada com imagens obtidas pelo MEV.

5.2.1. Microdureza

Os perfis de microdurezas, Figura 5.10, revelaram um pequeno aumento na microdureza das ZTAs para as condições pulsadas.

Era esperado que os processos pulsados aumentassem a dureza com o refino da microestrutura. As vantagens metalúrgicas da soldagem a arco pulsado são frequentemente relatadas na literatura; estas incluem refino de grão na zona fundida, redução da largura da zona termicamente afetada, menos distorção, controle da segregação, redução da sensibilidade a trinca a quente e redução de tensões residuais (KOU, 1986; MADUSUDHAN et. al., 1997). KUMAR, 2008, obteve estrutura de grão refinado para soldas realizadas com corrente pulsada quando comparadas com corrente contínua. MADUSUDHAN et. al., 1997, obtiveram uma dureza superior nas soldas com corrente pulsada, em comparação com as juntas soldadas contínuas. Ele atribuiu, como possível causa do fenômeno, o refinamento da estrutura de grãos e baixa segregação de impurezas. Assim, a utilização do TIG pulsado melhorou as propriedades mecânicas da solda, devido ao refinamento de grão, quando comparado com a soldagem com corrente contínua. O mesmo ocorreu neste trabalho, se forem comparadas os perfis de microdureza obtidas nas condições de soldagem 1, 2 e 3. As três condições apresentaram valores da ordem de 300 HV na região da Zona Fundida; este valor segundo LUZ (2009) seria devido à formação de martensita e refino de grão.

Os valores obtidos na ZTA são da mesma ordem dos resultados de LUZ (2009) que estudou o mesmo aço, porém num processo de alimentação do arame contínua, GMAW, “Gás Metal Arc Welding ou MIG (Metal Inert Gás) / MAG (Metal Active Gás); com energia de soldagem de 14kJ/cm. Segundo, LUZ (2009), a ZTA tem formação de martensita na região de grão grosseiro.

LAKSHMINARAYANAN et. al. (2009), estudando o efeito do processo de soldagem autógeno na resistência mecânica e na tenacidade ao impacto de juntas soldadas de aço inoxidável ferrítico, obteve uma resistência mecânica do processo a corrente pulsada 5% maior que para o contínuo, mesmo sendo o aporte térmico do processo contínuo 17% maior que a do pulsado.

Comparando os dois processos por corrente pulsada, a condição de soldagem 2, com maior frequência, apresentou valores de microdureza ligeiramente superiores que o da condição 1.

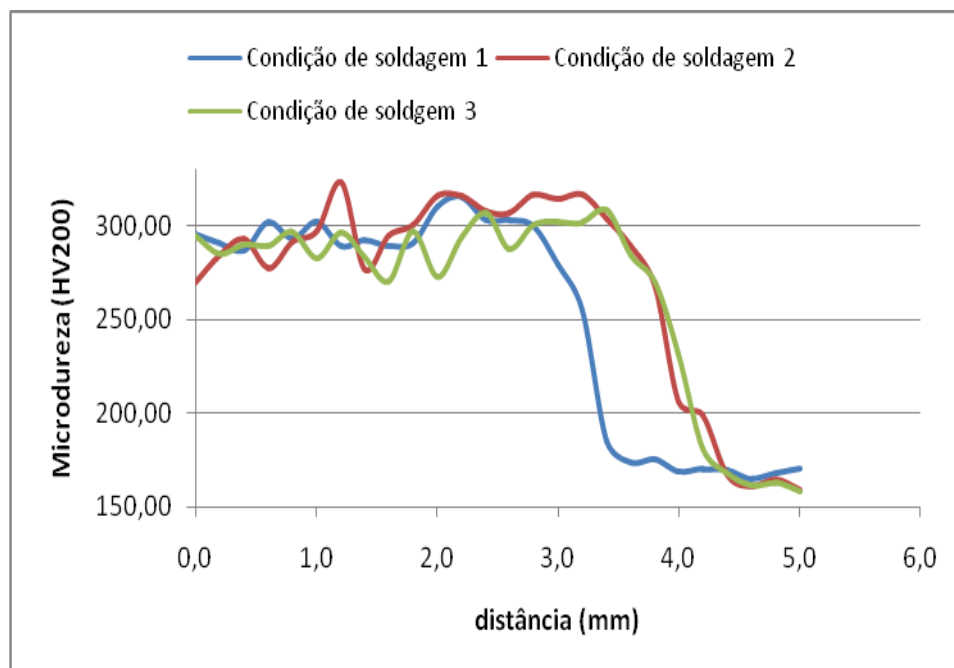


Figura 5.10 - Perfis 1 de microdureza Vickers, perpendicular à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 1 TIG pulsada, condição 2 TIG pulsada com maior frequência, condição 3 TIG corrente contínua.

A partir da literatura (SUNADARESAN, 1999) e trabalhos realizados (KUMAR et. al., 2007; KUMAR et. al., 2008), os parâmetros mais importantes e que possuem maior influência sobre o refinamento de grão da solda para o

processo de soldagem pulsada foram identificados. Estes são: corrente de pulso, corrente de base e frequência de pulso. KUMAR et. al., 2007, estudando a influência dos parâmetros de soldagem do GTAW pulsado nas propriedades mecânicas de uma liga de alumínio do tipo AA 6061, verificou ser o pico de corrente e a frequência de pulso diretamente proporcional à resistência mecânica; enquanto a corrente de base, e o tempo de pulso foram inversamente proporcionais. O aumento dos dois primeiros parâmetros mantendo os demais constantes provocou o refino de grão da estrutura.

KUMAR et. al., 2008, investigou a otimização dos parâmetros de soldagem para o processo GTAW pulsado na propriedade mecânica de ligas de alumínio AA5456. Ele avaliou os parâmetros, corrente pulsada, frequência e corrente de base, para isso ele variou cada um desses parâmetros individualmente enquanto os demais foram mantidos constantes. Os resultados mostraram que a corrente de pulso e frequência são diretamente proporcionais a resistência mecânica, limite de escoamento e microdureza, enquanto a corrente de base é inversamente proporcional.

A condição de corrente pulsada com maior frequência apresentou maior profundidade da ZTA que a condição pulsada de menor frequência, entretanto não houve redução na largura da ZTA, apenas um perfil mais estreito. A solda com corrente contínua gerou um perfil mais uniforme, Figura 5.11.

Os perfis da solda com ataque Vilella mostraram a presença de duas meia lua. A meia lua interna é mistura de zona fundida com zona termicamente afetada de granulação grosseira. A segunda região trata-se da ZTA de granulação fina, Figura 5.11.

A diferença de granulação nestas regiões provoca diferença na microdureza, Figuras 5.12, 5.13 e 5.14.

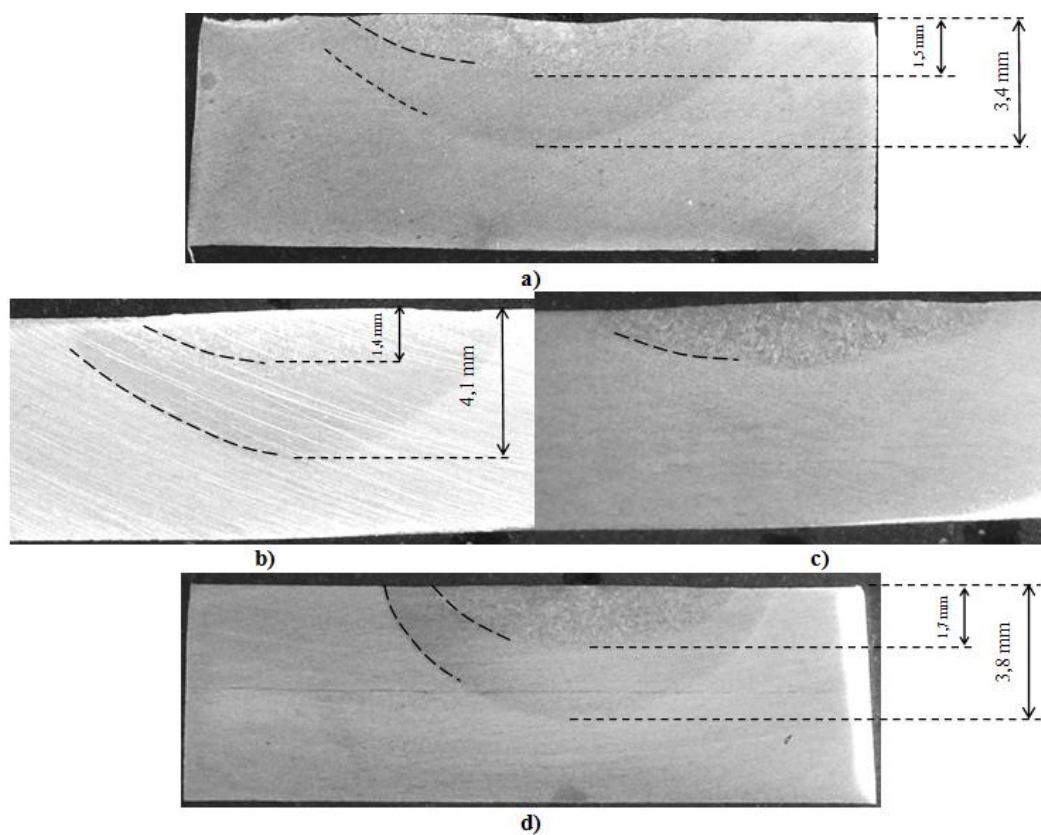


Figura 5.11 - Perfil da solda; ataque Vilella. a) condição 1 (TIG corrente pulsada), b) condição 2 (TIG corrente pulsada maior frequência), c) outro ângulo detalhando a região de granulação grosseira d) condição 3 (TIG corrente contínua).

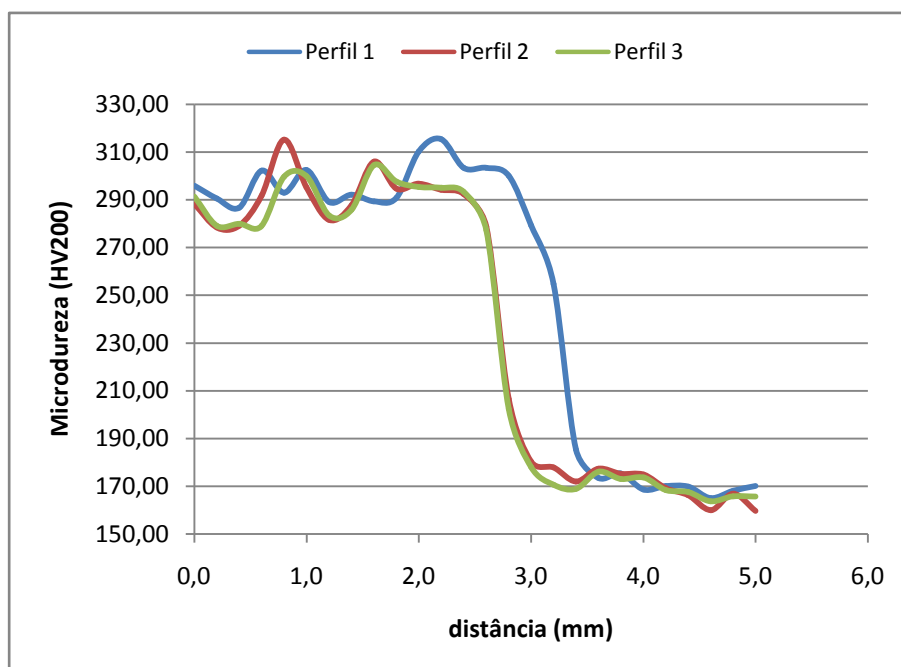


Figura 5.12 - Perfis de microdureza Vickers; 1 perpendicular, 2 e 3 oblíquo à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 1, GTAW pulsada com menor frequência.

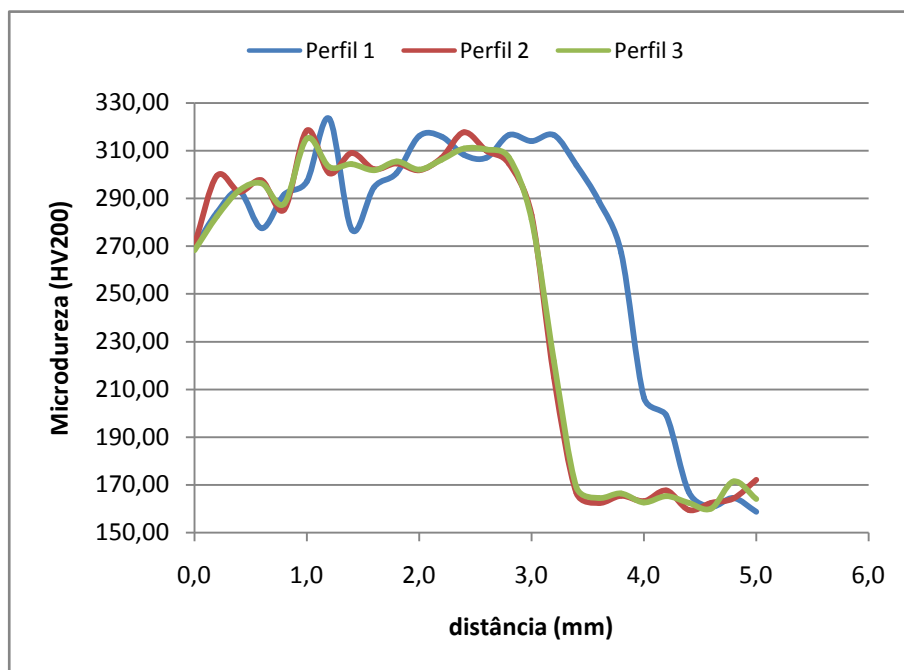


Figura 5.13 - Perfis de microdureza Vickers; 1 perpendicular, 2 e 3 oblíquo à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 2, GTAW pulsada com maior frequência.

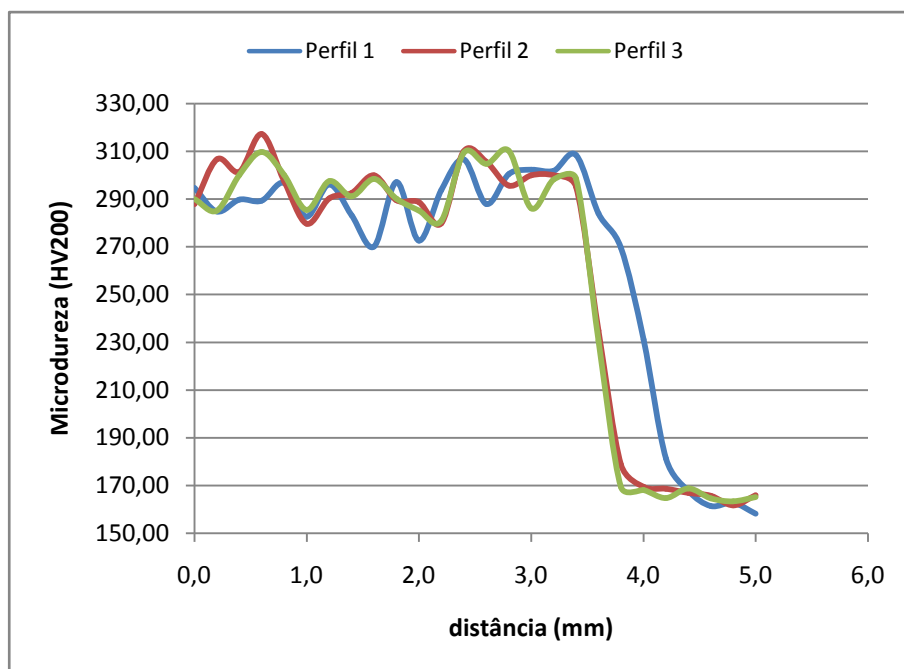


Figura 5.14 - Perfis de microdureza Vickers, 1 perpendicular, 2 e 3 oblíquo à Zona Fundida (ver Figura 4.3). Condição 3, GTAW corrente contínua.

Com relação à microdureza nas amostras das seções longitudinais, feitas aleatoriamente na seção, apresentaram maior microdureza média, medida com

carga de 500g, para as condições de soldagem com corrente pulsada em relação à corrente contínua, Figura 5.15.

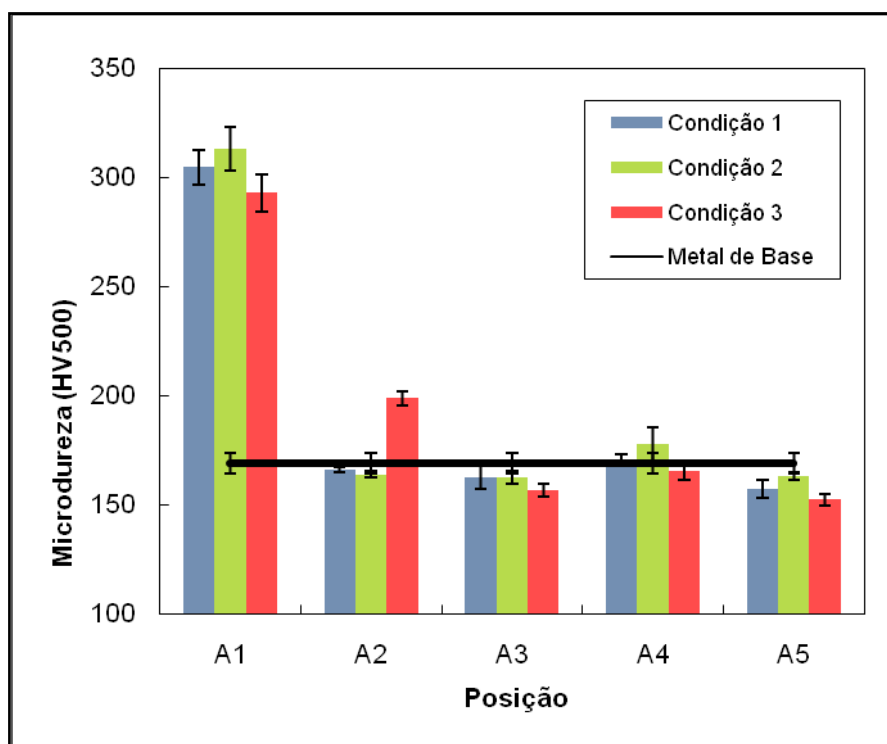


Figura 5.15 - Microdureza para as amostras longitudinais. A1 = centro da ZF, A2 = intercessão ZF e ZTA, A3, A4, e A5 cortes distanciados de 2, 4 e 6 mm de A2. Condição 1: soldagem TIG corrente pulsada, condição 2: soldagem TIG corrente pulsada com maior frequência, condição 3: soldagem TIG corrente contínua.

5.2.2. Grau de sensitização

Antes da avaliação do grau de sensitização das amostras, foi avaliada a composição do eletrólito. O ensaio de reativação potenciodinâmica na versão ciclo duplo (DL-EPR) foi aplicado nas amostras com corte longitudinal, transversal e após a solubilização.

5.2.2.1. Composição do eletrólito

Foram ensaiadas as amostras A1 e A5 da condição de soldagem 3 obtendo I_r/I_a de 0,6244 e 0,6689, respectivamente, utilizando uma solução de 0,5M H_2SO_4 + 0,01M KSCN. A segunda solução possuía metade da concentração, 0,25M H_2SO_4 + 0,005M KSCN. Os novos valores de I_r/I_a foram de 0,5185 e 0,4694. A terceira solução utilizada foi de 0,14M H_2SO_4 + 0,0025M KSCN que

foi utilizada por KIM et. al. (2009) obtendo valores de I_r/I_a de 0,3298 e 0,3292 para as mesmas amostras.

KIM et. al. (2009), obteve valores de I_r/I_a muito menores; valor máximo de 0,076 para amostras envelhecidas por 10 horas. No entanto, o aço inoxidável ferrítico utilizado em seus trabalhos possui quantidade significativa de elementos estabilizadores, além de baixo percentual de carbono.

Várias soluções têm sido utilizadas para avaliar ao grau de sensitização, dentre elas pode-se citar: 2,0 M H_2SO_4 + 0,01%KSCN, 0,5 M H_2SO_4 + 0,01%KSCN, 1,0 M $HClO_4$ + 0,4 M NaCl, 0,5 M H_2SO_4 + 0,01%KSCN, 0,5 M H_2SO_4 + 0,001 M CH_3CSNH_2 , 0,5 – 2,5 M H_2SO_4 e 0–0,1 M KSCN. (CIHAL et. al., 2000).

ALLONSO-FALLEIROS, MAGRI e FALLEIROS. (1999), estudaram a susceptibilidade à corrosão intergranular do aço inoxidável martensítico AISI 410 em solução 0,5M H_2SO_4 por meio do ensaio DL-EPR. Quando o ensaio foi realizado na presença de KSCN, foram observadas instabilidades nas densidades de corrente e nos potenciais de corrosão. A eliminação de KSCN e o abaixamento da temperatura viabilizaram a aplicação do método para o aço AISI 410. Sendo assim, as condições originais de ensaio foram agressivas ao aço AISI 410 que é menos resistente à corrosão que os austeníticos. O que valida à redução do teor de KSCN neste trabalho.

SEDRIKS, 1996, cita a utilização de solução, para o aço inoxidável ferrítico baixo cromo tipo AISI 405, de 0,1M H_2SO_4 + 0,4M Na_2SO_4 + 1000 ppm KSCN a 20°C; esta solução e a baixa temperatura representam uma condição menos corrosiva necessária para avaliar o aço inoxidável ferrítico de baixo cromo. Além disto, solução similar, 50 mM H_2SO_4 + 0,10 M Na_2SO_4 + 1 mM KSCN, tem sido utilizada para avaliar o aço tipo inoxidável ferrítico baixo cromo tipo AISI 409 usado em escapamentos de automóveis (BROSSIA e MARTIN, 1998).

A função do tiocianato de potássio é a de aumentar as correntes de reativação. Este promove a quebra da película passiva, é utilizado como um

ativador do contorno de grão; logo se espera que o parâmetro I_r/I_a aumente com a concentração deste, o que pode ser visto nos resultados. Segundo MAJIDI e STREICHER (1984b), quando não se utiliza KSCN a estrutura resultante praticamente é atacada, indicando ser o KSCN essencial para que seja feita diferenciação entre corpos de prova sensibilizados e não sensibilizados.

O tiocianato de potássio é utilizado como ativador do contorno de grão, aumentando a corrente durante o processo de reativação. MAJIDI e STREICHER, (1984b), avaliaram o aço inoxidável austenítico AISI 304 empregando o ensaio DL-EPR e verificaram que o aumento na quantidade de KSCN, incrementa a corrosão uniforme durante a varredura tanto na ativação quanto na reativação, e aumenta a corrosão em contornos de grão na reativação.

TSUNG-FENG, WEN-TA, (2003a) estudaram o efeito do KSCN e sua concentração, mantendo o H_2SO_4 constante, em ligas 600 empregando-se o método EPR na versão SL, descrito na seção 3.3.2.1.1. Foi verificado que para baixas concentrações ($< 0,5 M$) a extensão da corrosão intergranular aumentou com a concentração de KSCN. No entanto, em altas concentrações de KSCN (0,5M), a passivação da liga 600 em 0,5 M H_2SO_4 foi reforçada; segundo eles esse fenômeno ocorreu devido à superfície ficar completamente coberta por íons SCN^- que previne a corrosão intergranular mesmo durante o ensaio.

Com relação ao H_2SO_4 , o aumento de sua concentração na solução provoca um aumento na densidade de corrente, porém com maior influência na corrosão da matriz. WU et. al. (2001) estudaram o efeito da concentração do eletrólito no comportamento da liga 600, identificando dois picos de reativação para ligas não sensibilizadas e três picos de reativação para ligas sensibilizadas. Os ensaios foram realizados com três relações de $H_2SO_4/KSCN$ com os componentes na faixa de 0,05 a 0,5M. Para uma relação de $H_2SO_4/KSCN = 100$, o pico de corrente associado com a corrosão da matriz se tornou muito maior que o da corrosão intergranular, e o pico referente ao contorno de grão e ao pite não foram distinguidos. Para a relação de $H_2SO_4/KSCN$ igual a um, o pico de corrente relacionado à corrosão da matriz diminuiu, porém não houve

distinção significativa entre o pico de corrente da corrosão por pite e intergranular. Para a relação de $H_2SO_4/KSCN$ igual a dez, a susceptibilidade à corrosão intergranular foi facilmente identificada. Baseado nestes resultados o ensaio EPR deve ser aplicado para detectar o grau de sensitização para ligas 600 apenas se a composição do eletrólito for corretamente escolhida.

5.2.2.2. DL-EPR

Depois de selecionada a solução eletrolítica mais adequada (0,14M H_2SO_4 + 0,0025M KSCN), os ensaios foram realizados conforme descrito na seção 4.5. O grau de sensitização médio diminuiu para as amostras da condição de soldagem 2 e 3, Figura 5.14. Essas reduções se atribuem provavelmente a taxas de resfriamentos maiores no processo de soldagem do que durante a fabricação do material. Ou uma leve solubilização seguida do resfriamento rápido.

Para as três condições de soldagem a região de maior grau de sensitização ocorreu para a amostra A3. Isso sugere que as transformações metalúrgicas sofridas a esta distância, induzida pelo ciclo térmico de soldagem, favoreceram maior precipitação de carbonetos. Nesta amostras ocorreu exposição mais longa a temperaturas de sensitização provocada pelo ciclo térmico de soldagem, (LEE e WU, 2009). Além disto, a microestrutura após o ensaio de DL-EPR mostrou o contorno de grão mais atacado para a amostra A3, Figura 5.17 a e b.

Em geral, as taxas de aquecimento e resfriamento, gerados pela soldagem dependem das características da fonte utilizada, aporte térmico, processo de soldagem, espessura e geometria da solda, dentre outros fatores (ADAMS JR., 1976; K. POORHAYDARI et. al., 2005).

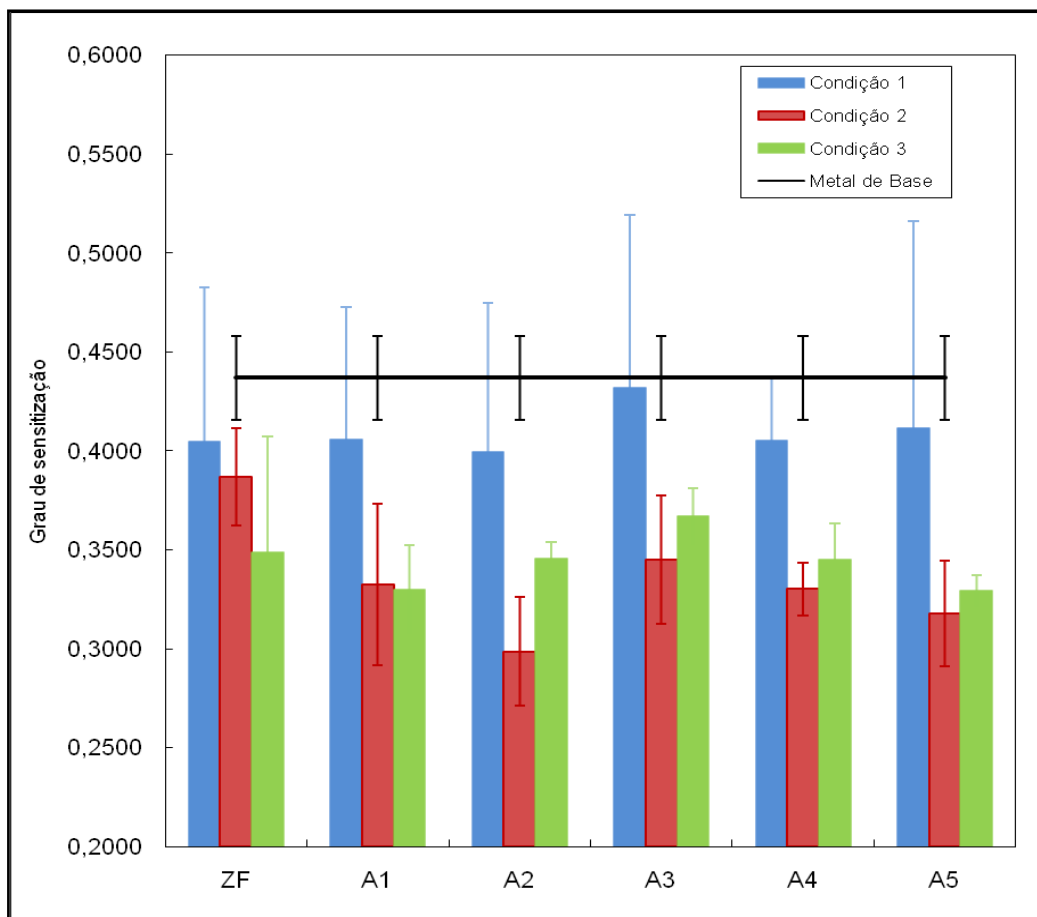
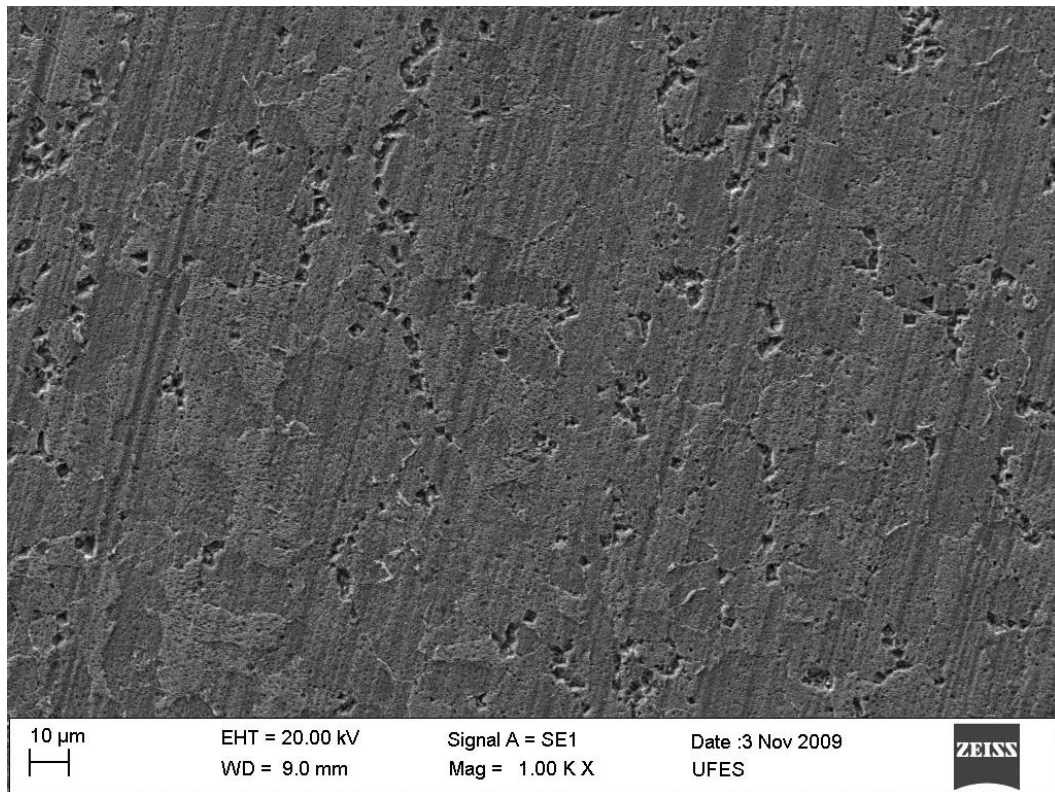


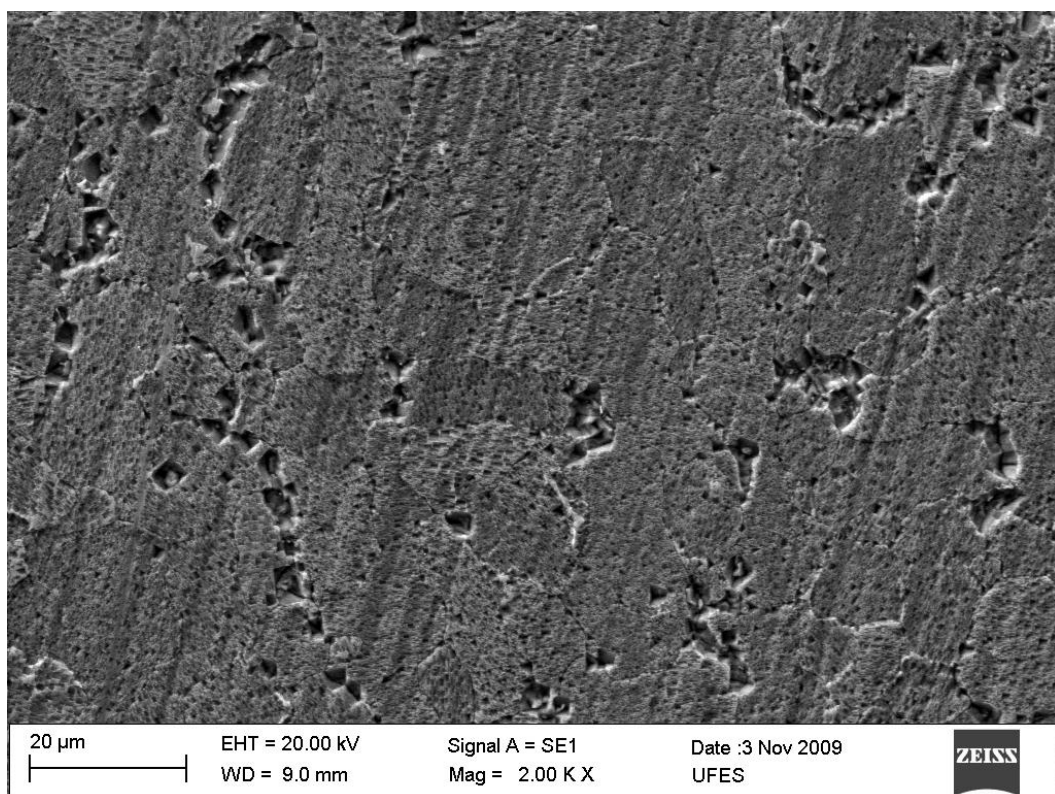
Figura 5.16 - Grau de sensitização; ZF amostras de topo; A1 = centro da ZF, A2 = interseção ZF e ZTA, A3, A4, e A5 cortes distanciados de 2, 4 e 6 mm de A2. Condição 1: soldagem TIG corrente pulsada, condição 2: soldagem TIG corrente pulsada com maior frequência, condição 3: soldagem TIG corrente contínua.

Embora não haja muita diferença na corrente média ($\pm 1A$) e, portanto na energia de soldagem ao comparar o grau de sensitização com as condições de soldagem percebe-se que este se comportou inversamente proporcional a energia de soldagem. Uma vez que as condições 2 (pulsada, 201 A e 8,06 kJ/cm) e 3 (contínua, 200 A e 7,78 kJ/cm) apresentaram uma redução média do grau de sensitização maior que a 1 (pulsada, 198 A e 7,69 kJ/cm).

Ao comparar apenas as condições de soldagem pulsada, condição 1 e 2; a condição de soldagem 2, que possui maior frequência, propiciou menor grau de sensitização, vide Figura 5.16.



a)



b)

Figura 5.17 - Microestrutura da amostra A3; condição de soldagem 2 (GTAW pulsado maior frequência); MEV; (a) 1000X; (b) 2000 X.

A análise microestrutural das amostras de topo da zona fundida mostra a presença de martensita (Figura 5.18 a 5.35) e ferrita Widmanstätten (Figura 5.30, 5.31, e 5.33). Além disto, as micrografias revelam um menor ataque na região de contornos de grão em comparação com outras regiões. Por outro lado o ataque nas amostras de zona fundida ensaiadas ocorre também no interior dos grãos, por exemplo, entre as ripas de martensita (Figura 5.34 e 5.35).



Figura 5.18 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 150X.

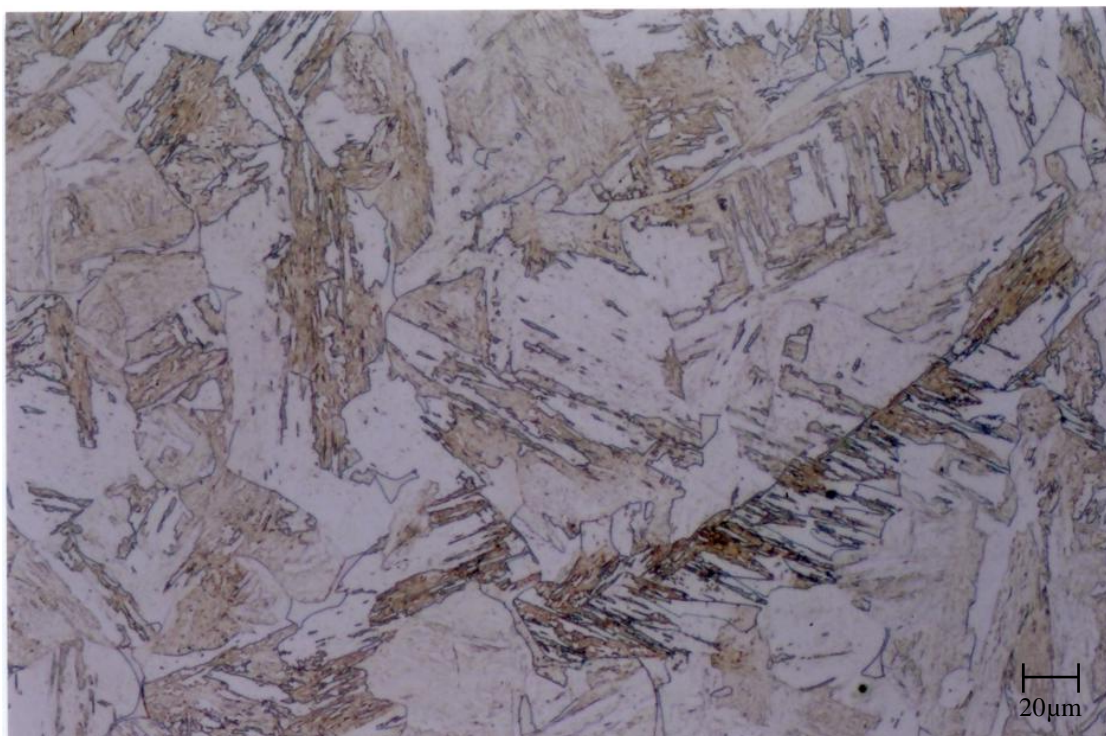


Figura 5.19 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 300X.

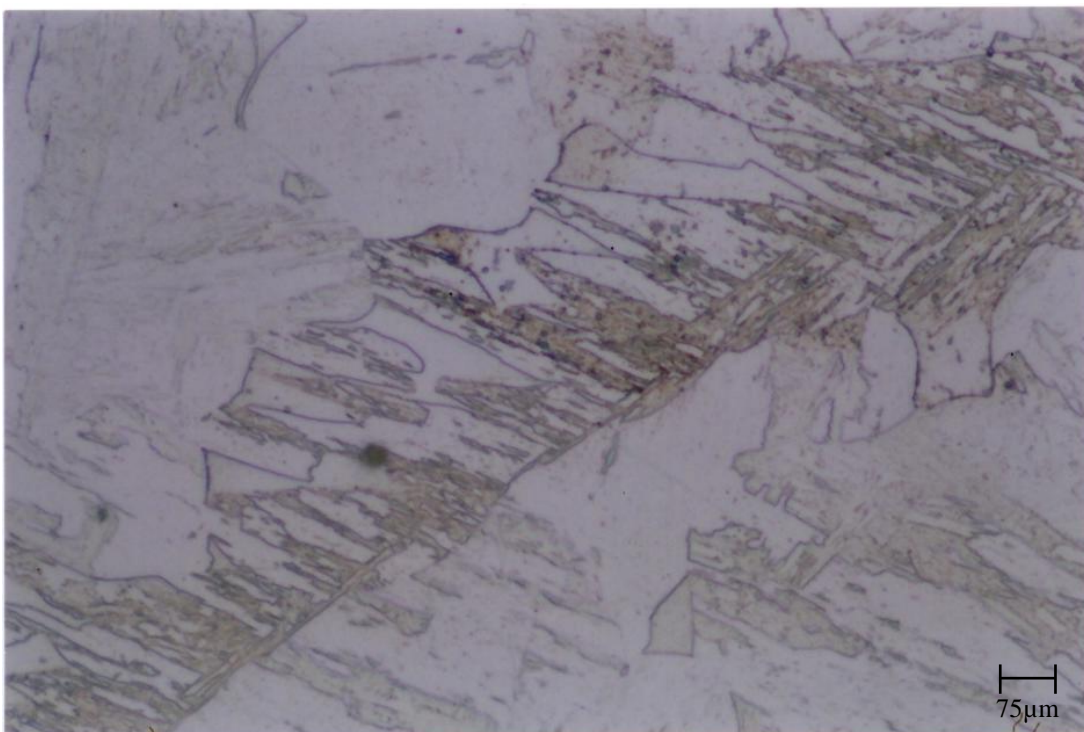


Figura 5.20 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópico óptico, 750X.

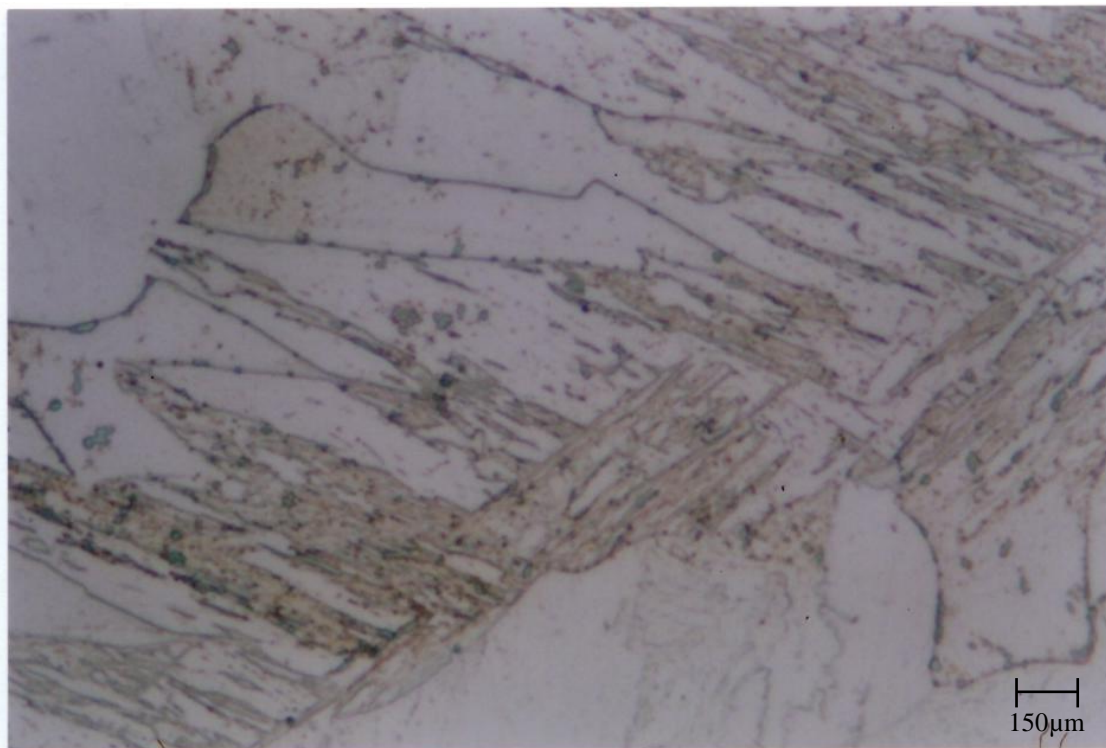


Figura 5.21 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 1500X.

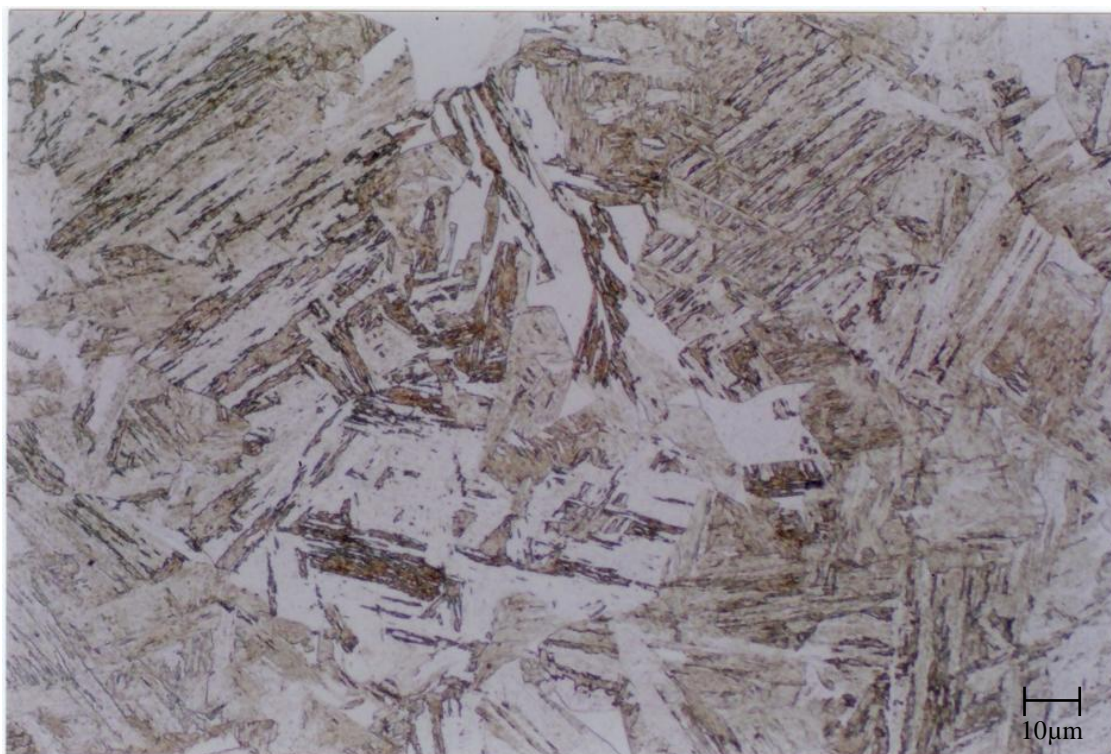


Figura 5.22 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 150X.

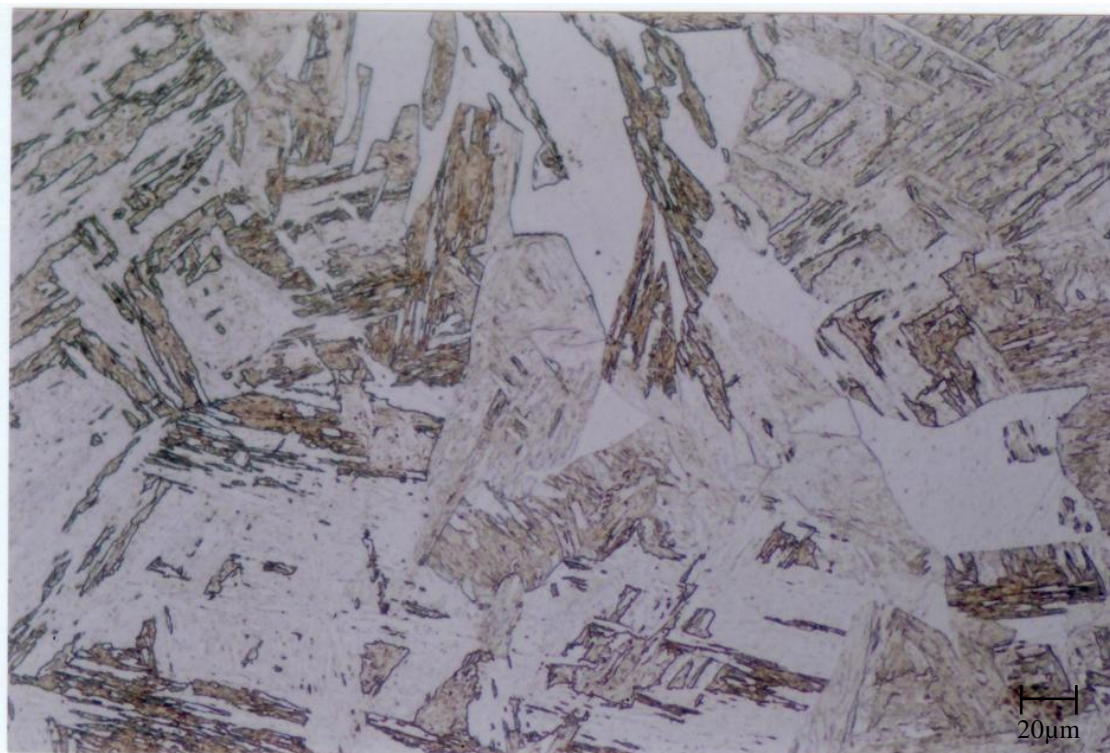


Figura 5.23 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 300X.

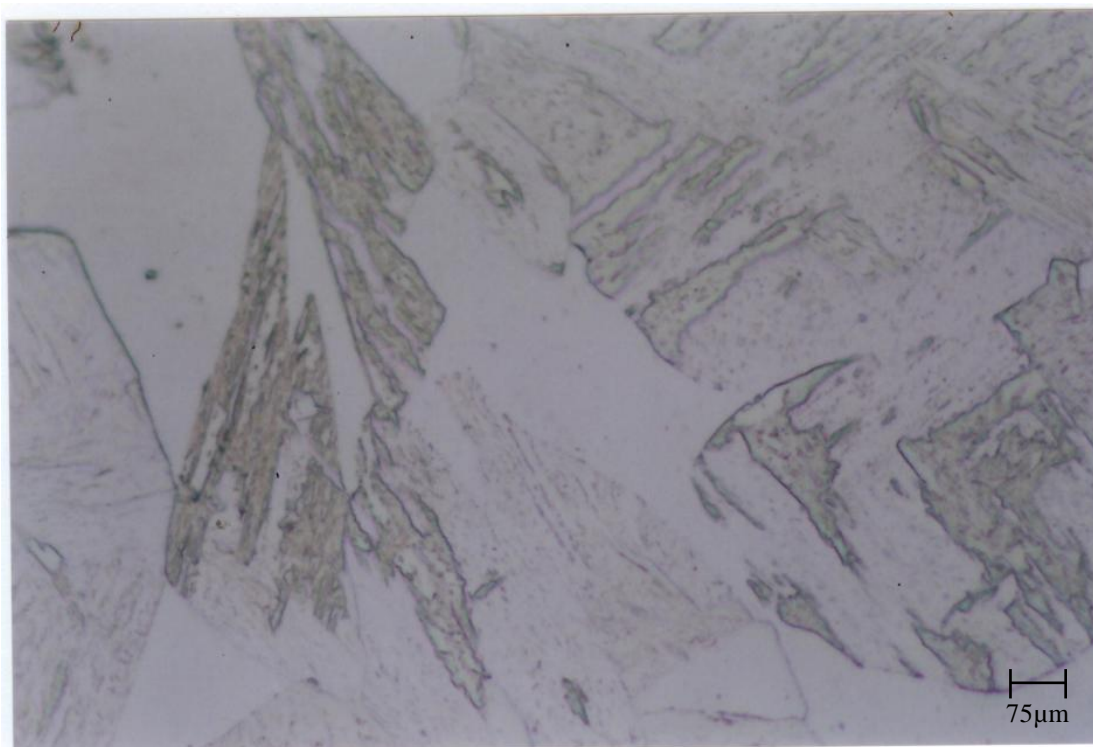


Figura 5.24 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 750X.

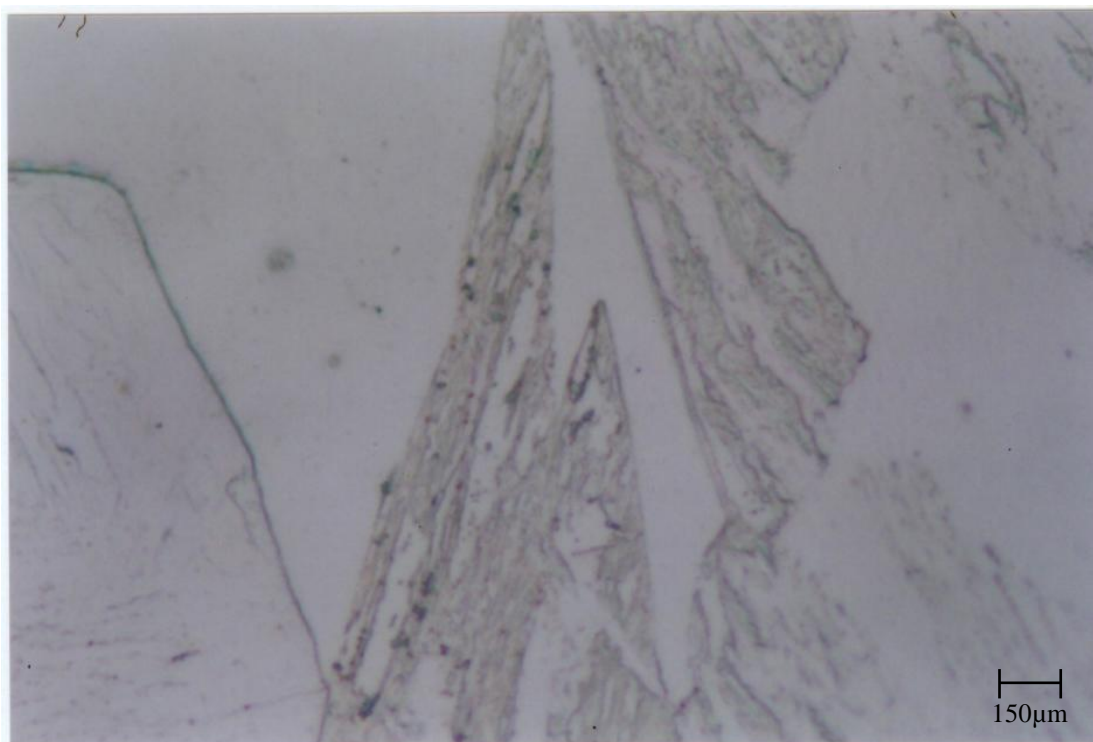


Figura 5.25 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 1500X.

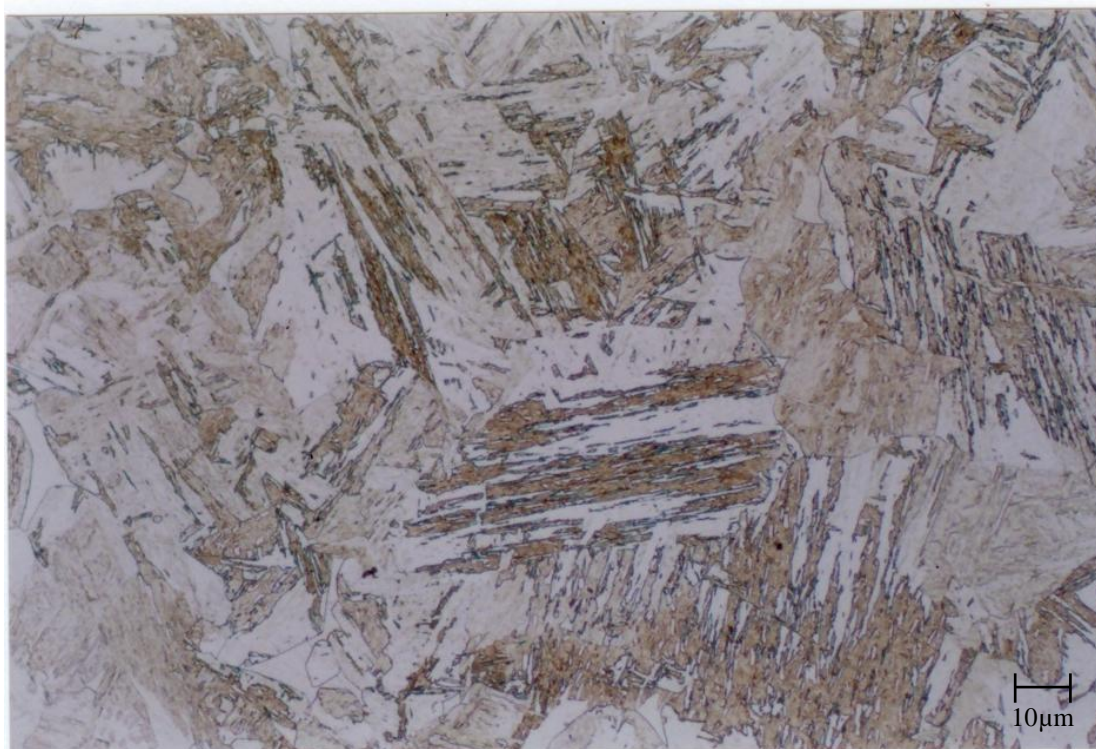


Figura 5.26 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 150X.

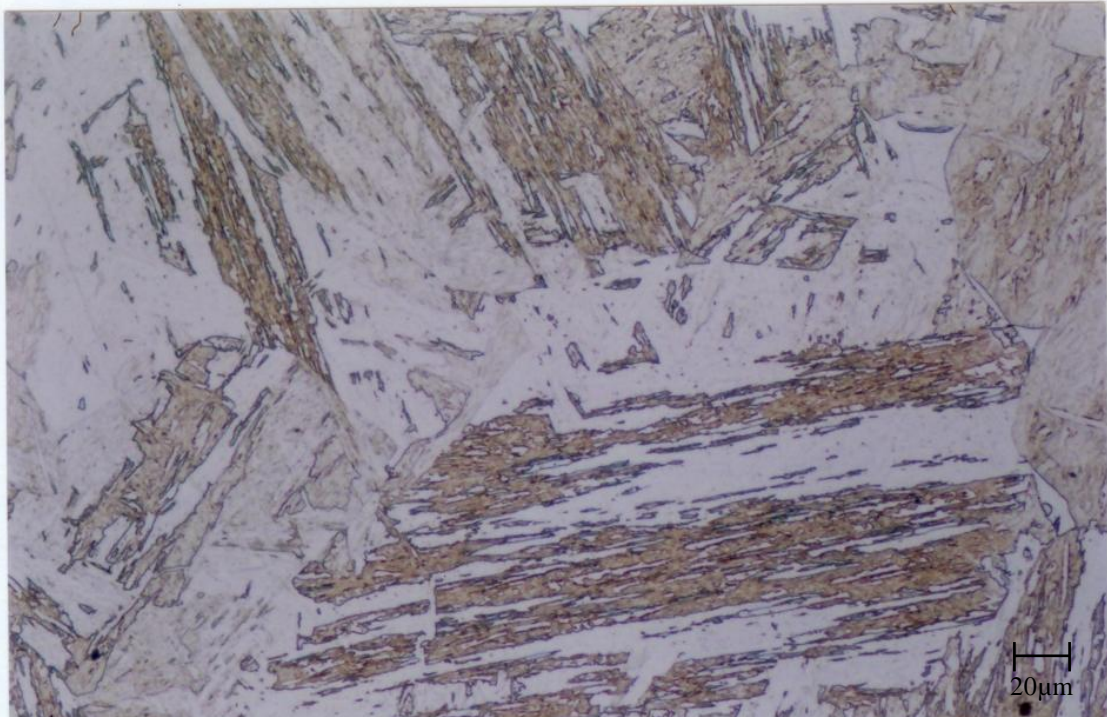


Figura 5.27 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 300X.

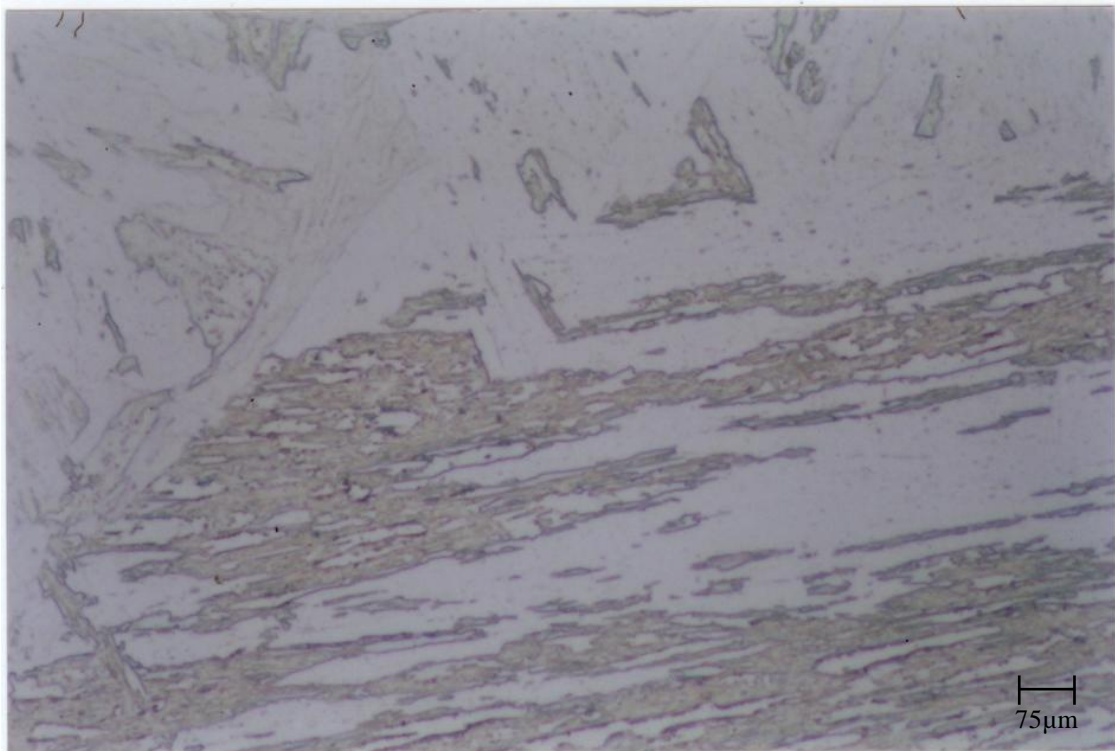


Figura 5.28 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 750X.

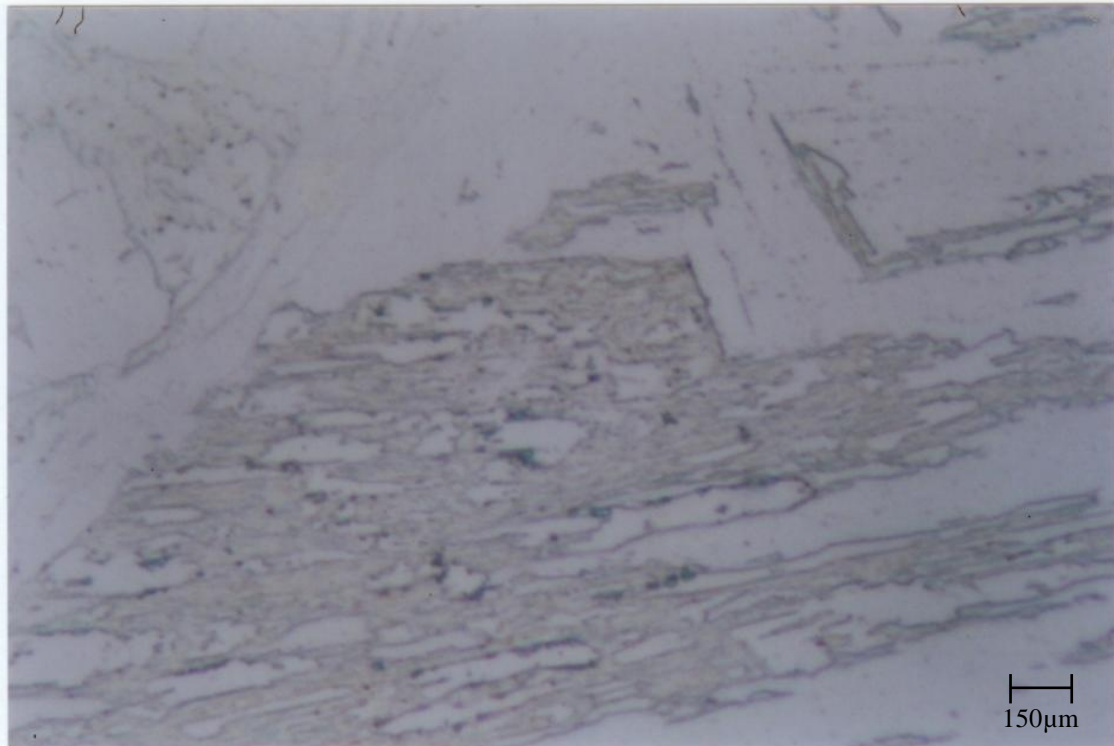


Figura 5.29 - Microestrutura da Zona fundida, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita; reativo: Vilella, microscópio óptico, 1500X.

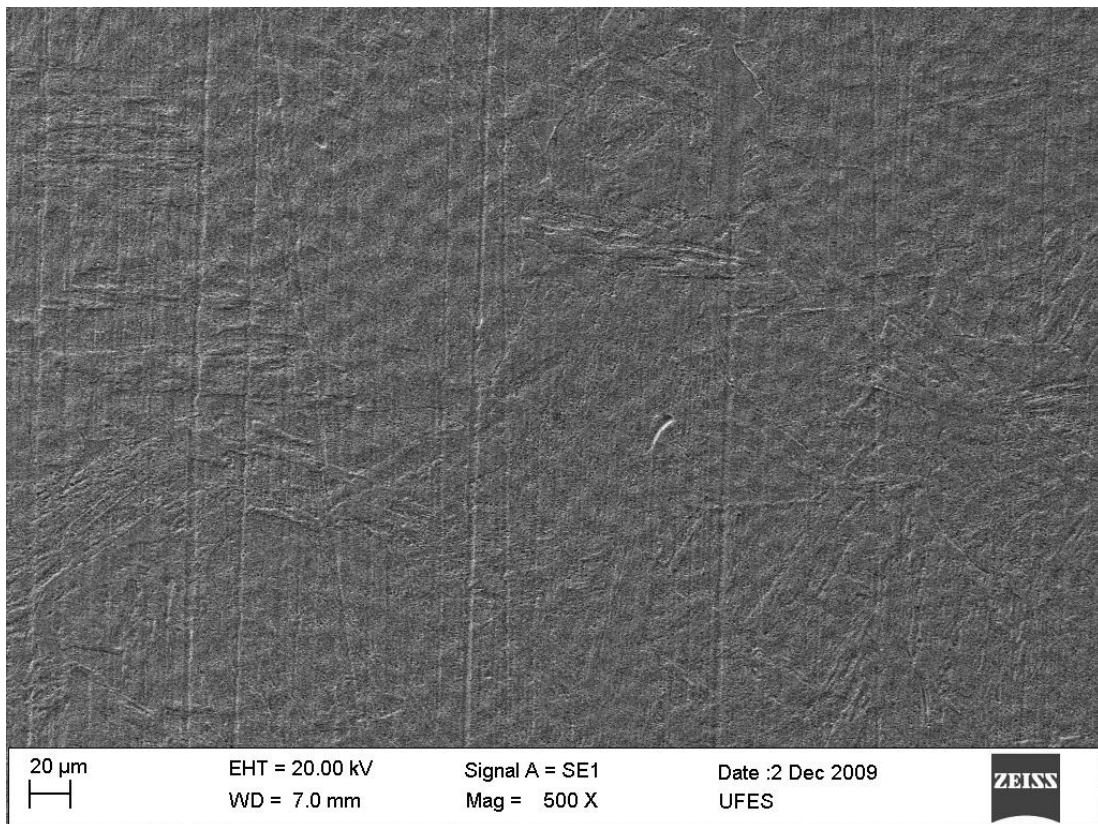


Figura 5.30 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Presença de martensita e ferrita Widmanstätten; MEV; 500X.

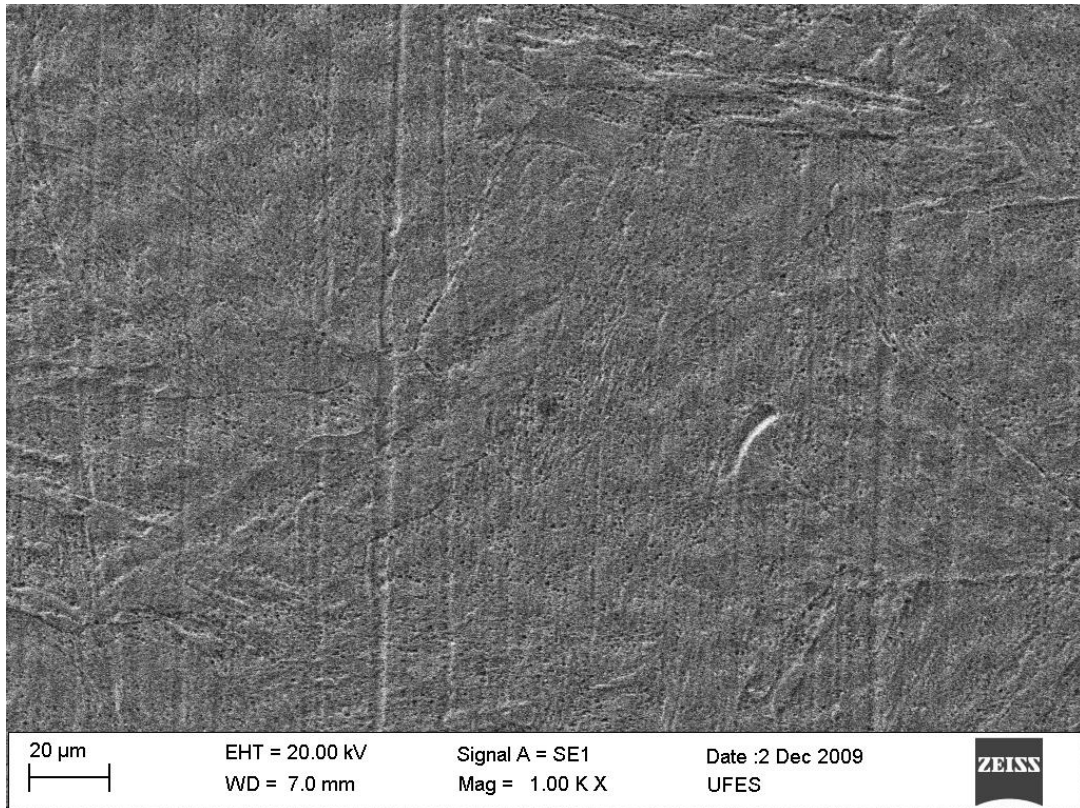


Figura 5.31 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 1 (GTAW com menor frequência). Detalhe da Figura 5.19 presença de martensita e ferrita Widmanstätten; MEV; 1000X.

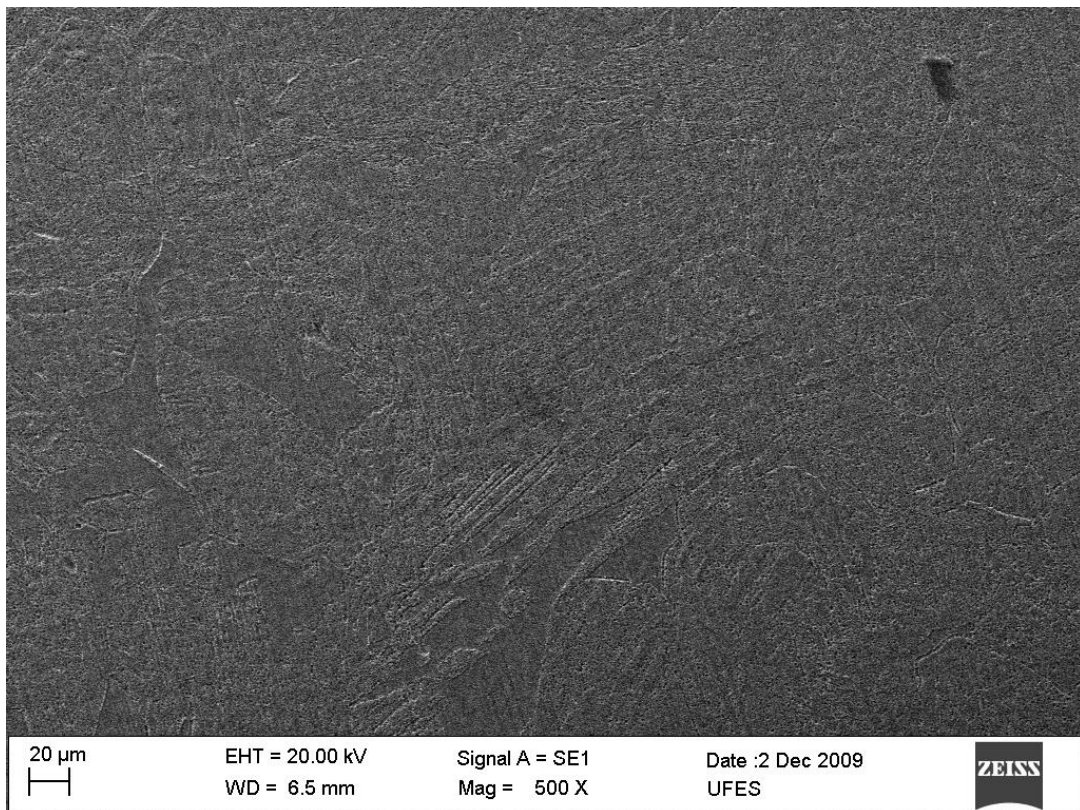


Figura 5.32 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 2 (GTAW com maior frequência). Presença de martensita; MEV; 500X.

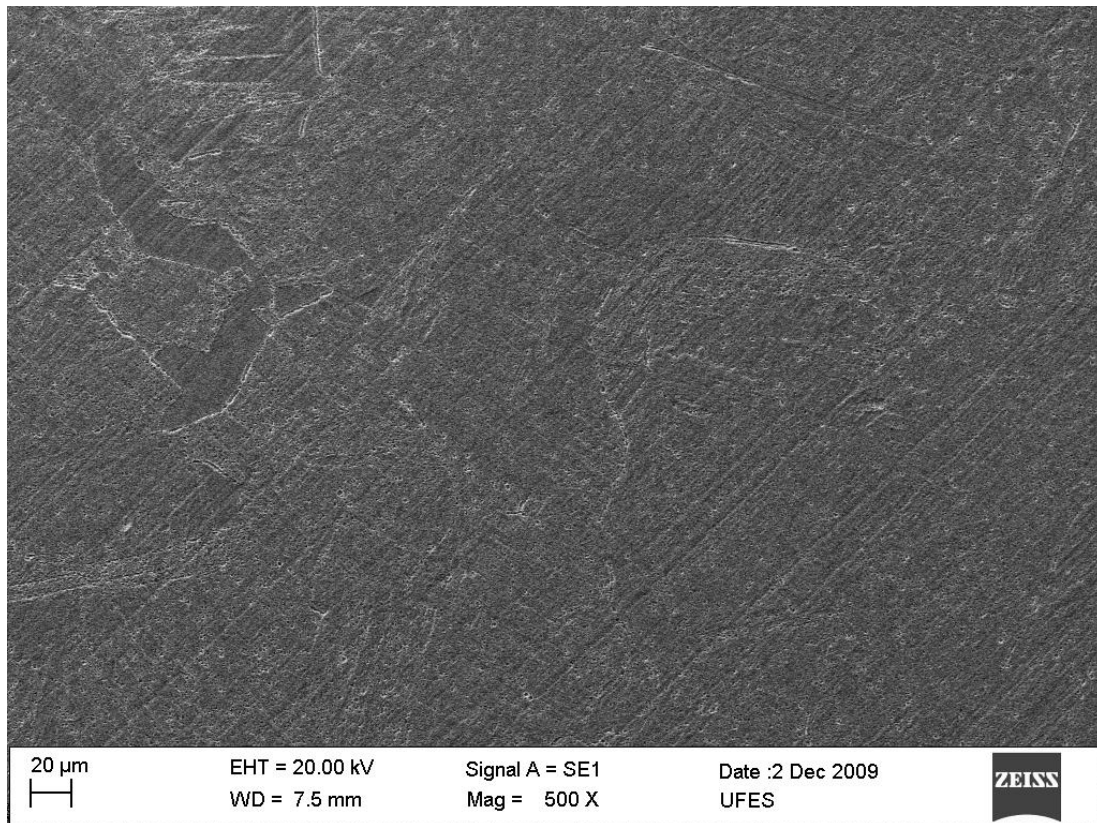


Figura 5.33 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Presença de martensita e ferrita Widmanstätten; MEV; 500X

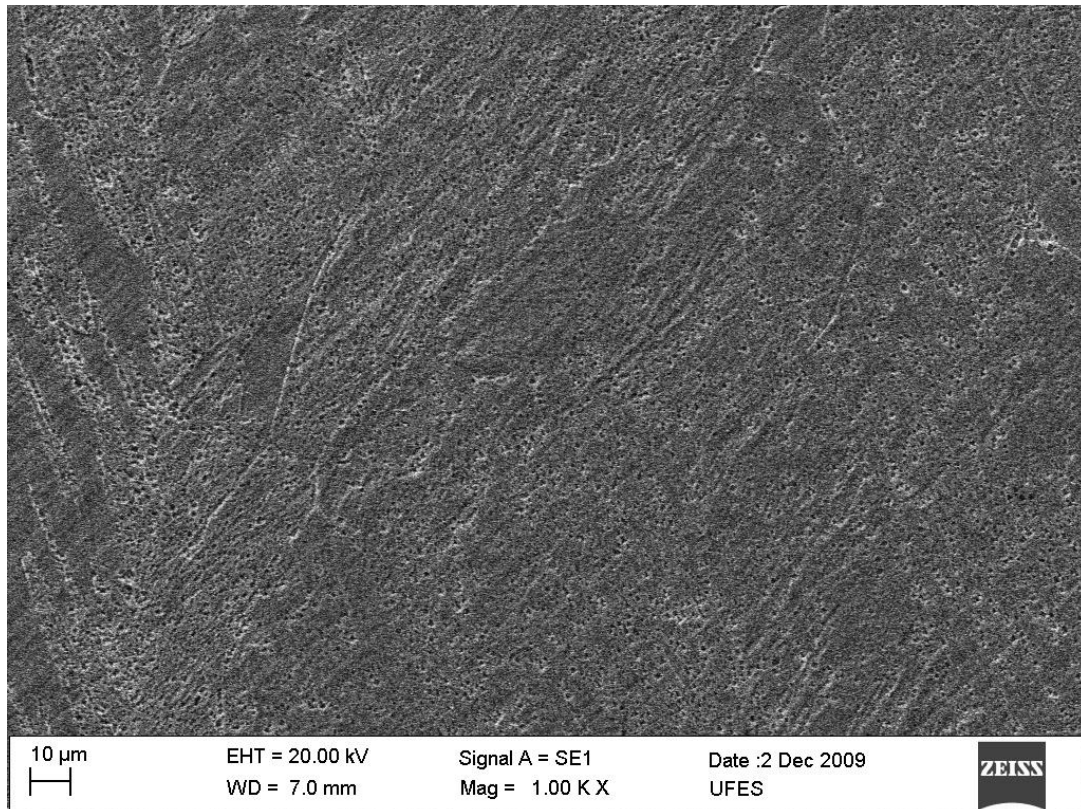


Figura 5.34 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR, condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Corrosão uniformemente distribuída e entre as ripas de martensita; MEV; 1000X.

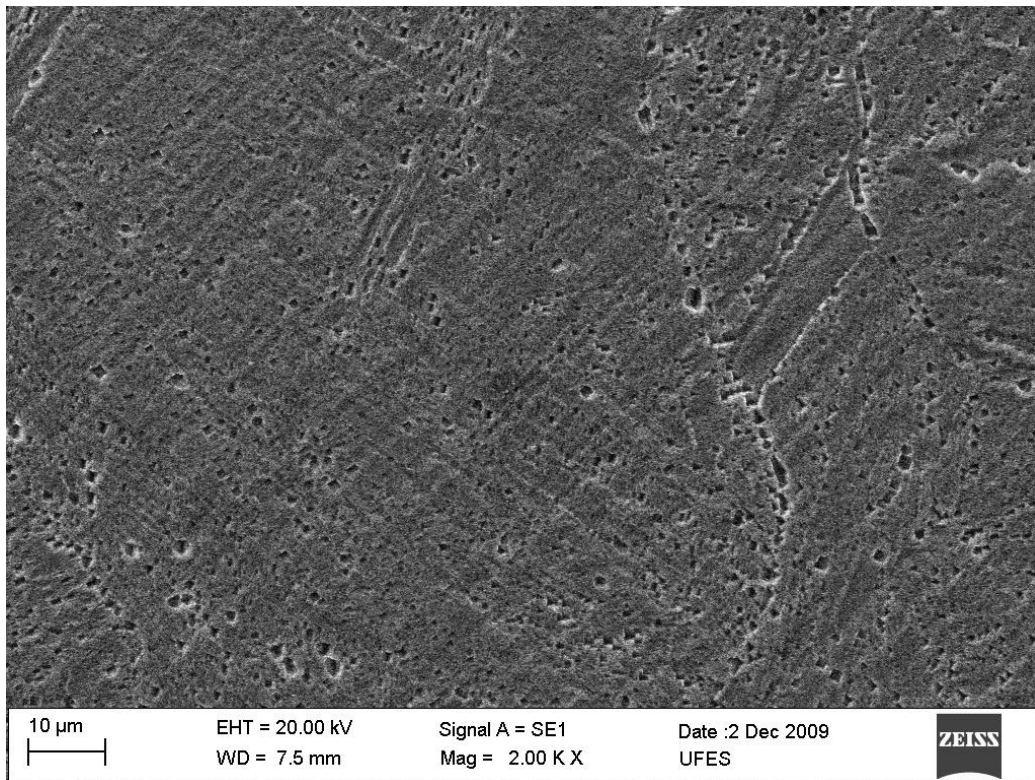


Figura 5.35 - Microestrutura da Zona fundida após DL-EPR; condição de soldagem 3 (GTAW corrente contínua). Detalhe da Figura 5.22; MEV; 2000X.

Observando as coordenadas referentes à composição do material em estudo, no Diagrama de Balmforth e Lippold, citado na seção 3.2.3, já era previsto formação de martensita na microestrutura da região de Zona Fundida, vide Figura 5.36.

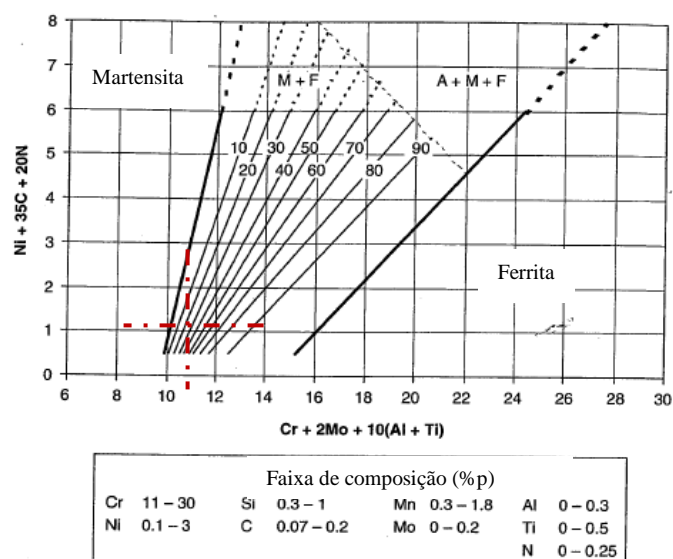


Figura 5.36 - Diagrama de Balmforth para aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos com as coordenadas, destaque em vermelho, do aço AISI 410S sobreposta. $Cr_{eq} = Cr + 2Mo + 10(Al + Ti) = 11,17$; e $Ni_{eq} = Ni + 35 + 20N = 1,12$.

5.2.2.3. Zona termicamente afetada solubilizada

As amostras soldadas que apresentaram maior grau de sensitização, amostras A3 retiradas a 2 mm da região fundida, sofreram tratamento de solubilização a 1000°C por 30 minutos, seguido de resfriamento em água.

As reduções nos valores de I_r/I_a , verificados nas três amostras solubilizadas, Figura 5.37, são consequência da dissolução dos carbonetos formados durante a soldagem.

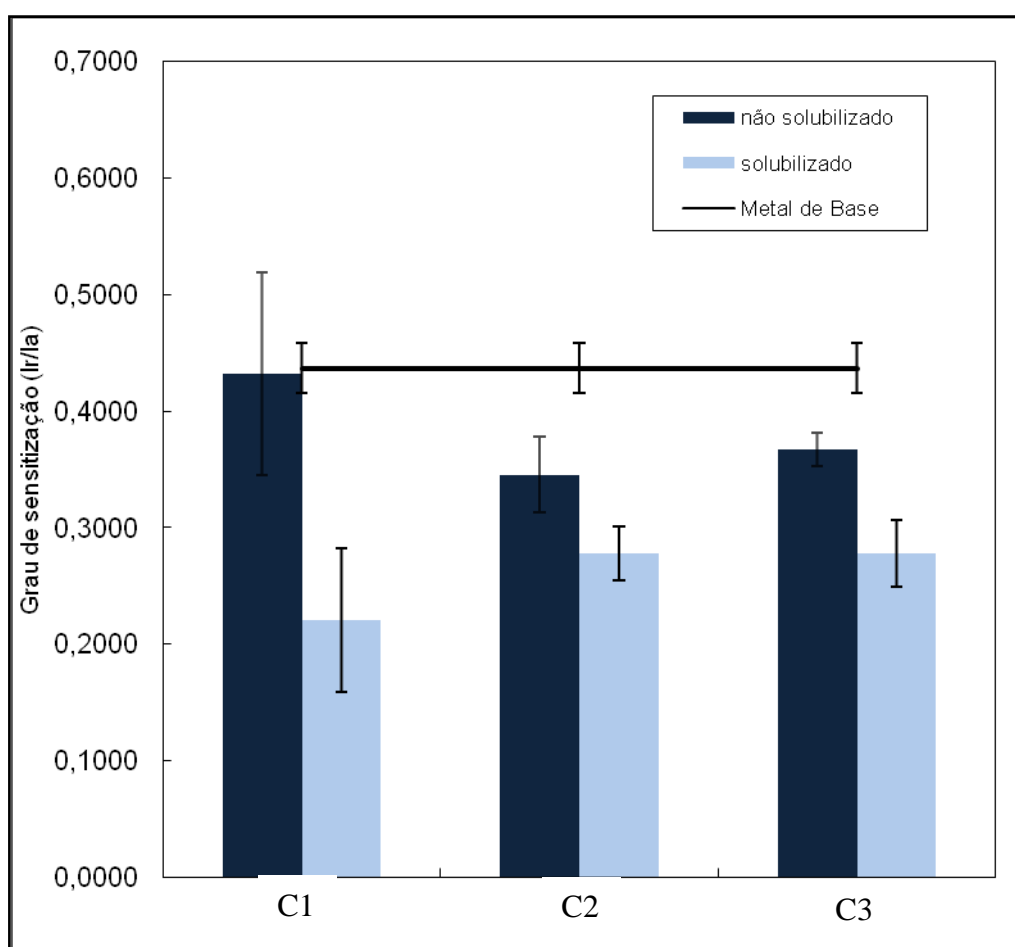
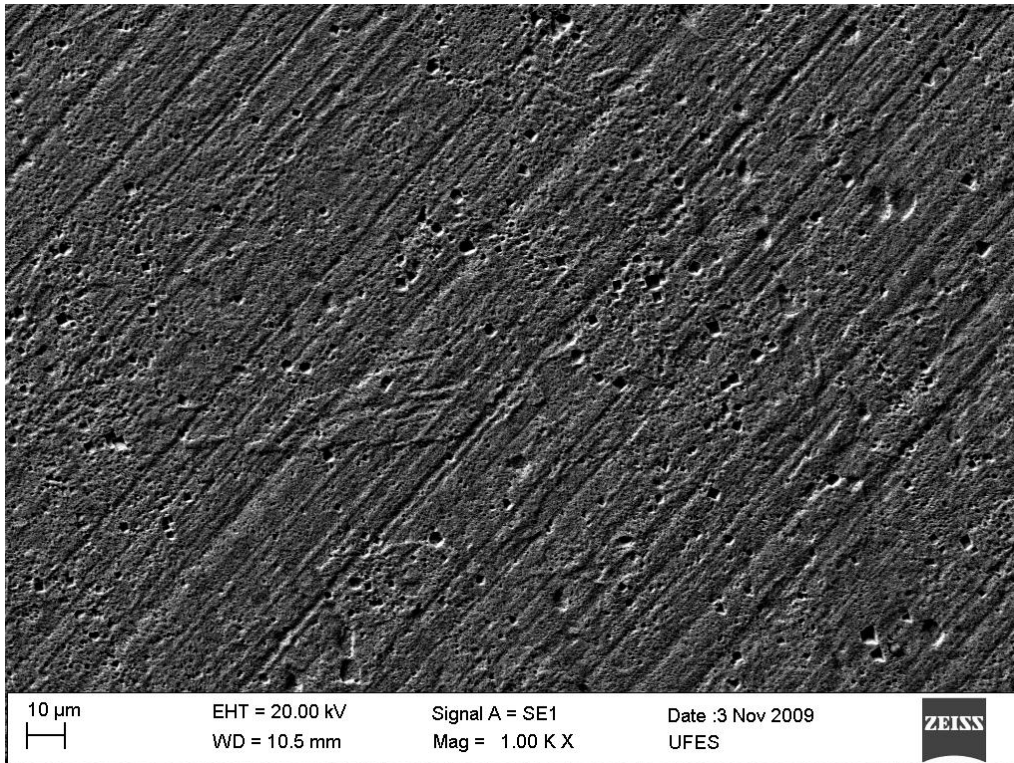
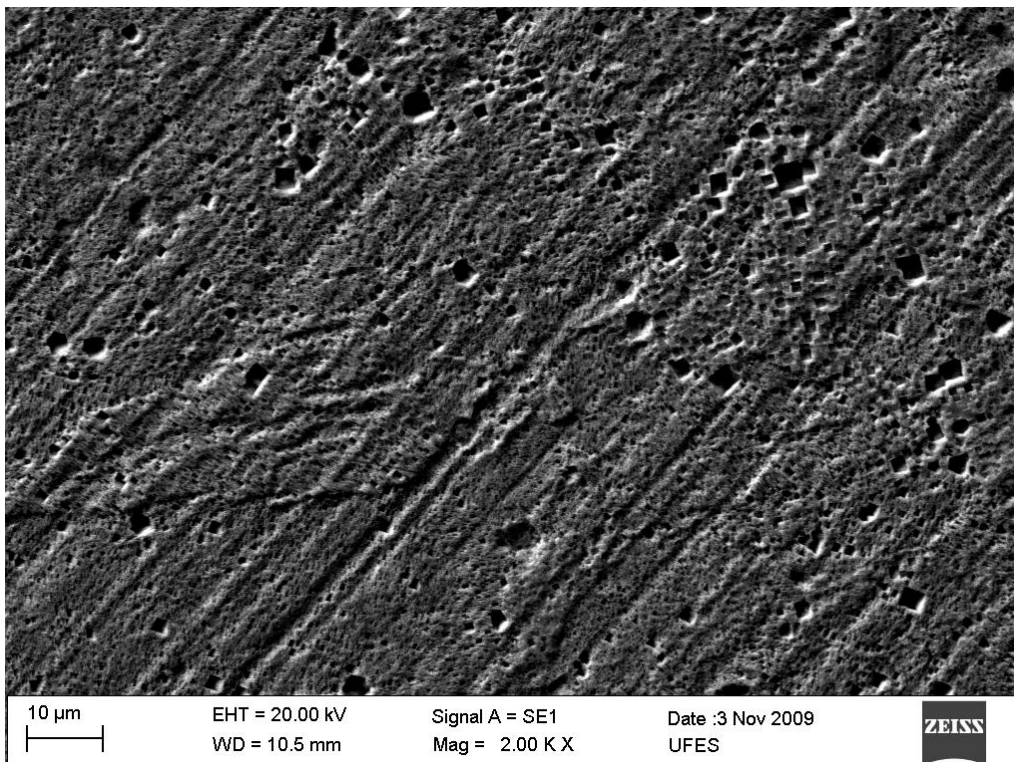


Figura 5.37 - Reduções no grau de sensitização; C1 - GTAW pulsado menor frequência. C2 - GTAW pulsado maior frequência. C3 - GTAW corrente contínua.

A microestrutura, após a solubilização e ensaio DL-EPR, não apresentou ataque em contornos de grão, Figura 5.38 a e b.



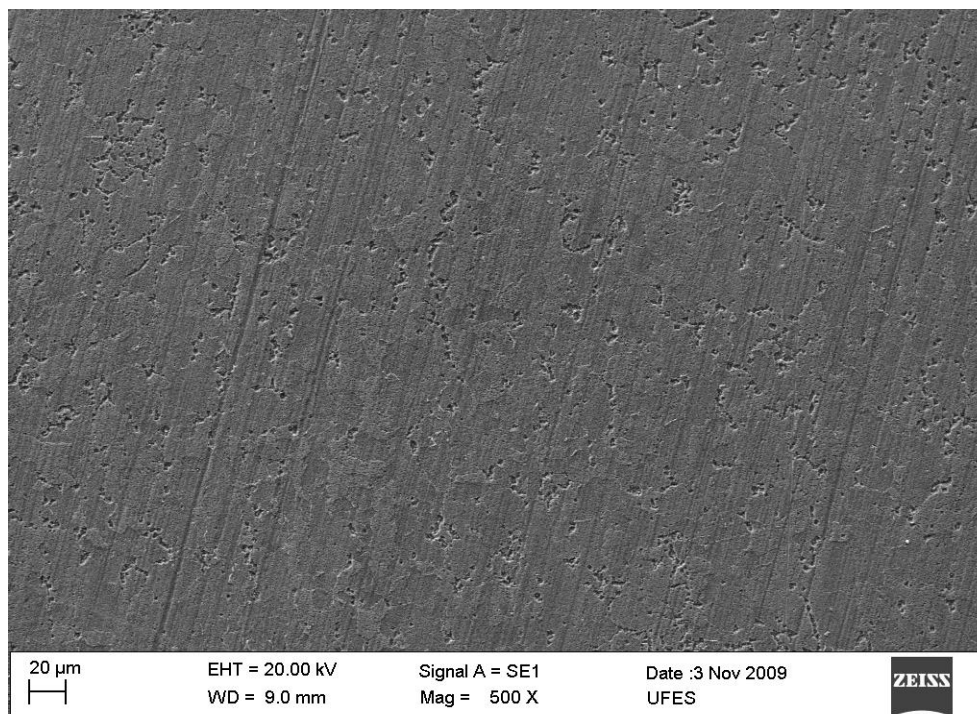
a)



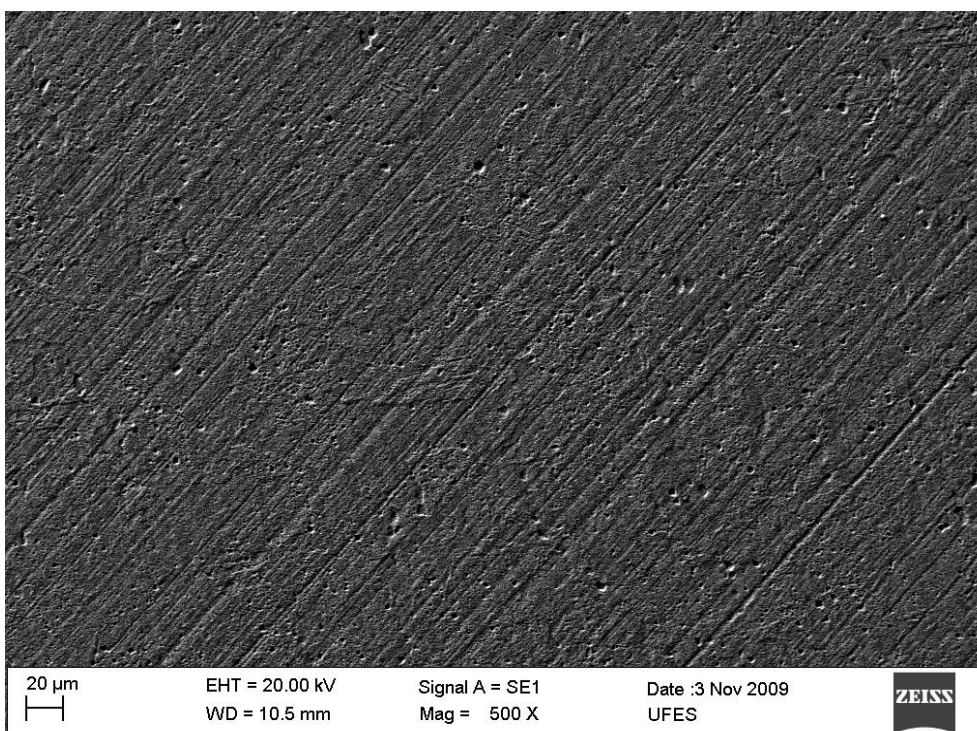
b)

Figura 5.38 - Microestrutura da amostra A3 (ZTA a 2 mm da região fundida); condição de soldagem 2 (GTAW pulsado maior frequência). Solubilizada 1000°C, 30 minutos. MEV; a) 1000X, b) 2000X.

Comparando microestrutura das amostras antes e depois de solubilizadas, o grau de sensitização medido por I_r/I_a é maior para aquela que apresenta maior ataque nos contornos de grão, figura 5.39.



a)



b)

Figura 5.39 - a) Microestrutura da amostra A3 (ZTA a 2 mm da região fundida); condição 2 antes de solubilizar, $I_r/I_a = 0,3451$. b) condição 2 depois de solubilizar, $I_r/I_a = 0,2778$; MEV; 500X.

CAPÍTULO 6

6. CONCLUSÕES

Ensaio de reativação eletroquímica na versão ciclo duplo, DL-EPR:

- No estudo da composição do eletrólito, não foi obtido maior diferenciação entre as amostras com a utilização da solução mais fraca conforme esperado, entretanto esta foi selecionada por ser considerada menos agressiva para o material deste trabalho.
- Os tratamentos térmicos de solubilização seguidos de resfriamento rápido foram eficientes em reduzir o grau de sensitização, tanto do metal base quanto das amostras das regiões soldadas.
- Em termos de grau de sensitização, as condições de soldagem 2 e 3 não afetaram a resistência à corrosão. Na média a condição 1 também não afetou.
- O maior valor de grau de sensitização ocorreu para as amostras A3, retiradas da ZTA a 2 mm de distância da zona fundida. Isso sugere que as transformações metalúrgicas sofridas a esta distância, induzidas pelo ciclo térmico de soldagem, favoreceram maior tempo de permanência na faixa de temperatura de sensitização.
- A morfologia do ataque, após o ensaio DL-EPR das amostras das zonas fundidas de topo, mostrou um ataque mais uniforme. Inclusive entre ripas de martensita e outras interfaces formadas no processo de soldagem. Já no material de base e em outras regiões analisadas o ataque é mais pronunciado em contornos de grão e menos intenso no interior da matriz.

Microdureza:

- Todas as condições de soldagem apresentaram maior dureza na zona fundida e na ZTA atingindo valores da ordem de 300 HV contra 160 HV do material de base. Esta diferença está ligada a formação de martensita, em algumas regiões e de ferrita de Widmanstätten. Além do refino da microestrutura.
- Houve aumento na microdureza para as condições de soldagem com corrente pulsada em comparação com a condição de corrente contínua. E comparando as condições de soldagem com corrente pulsada, a de maior frequência apresentou também maiores valores de microdureza. Este fato é atribuído a provável refino de grão da microestrutura.

CAPÍTULO 7

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar o material em outras soluções.
- Utilizar outras energias e parâmetros de soldagem.
- Aprofundar as análises das fases que precipitam na ZTA.
- Avaliar a resistência da junta soldada a outros tipos de corrosão.
- Analisar o comportamento à corrosão localizada com passes sucessivos.

CAPÍTULO 8

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMS C.M. JR., Heat flow in welding, in: C. Weisman (Ed.), Fundamentals of Welding, vol. 1, Welding Handbook, seventh ed., American Welding Society, 1976, pp. 90–97.

ALONSO-FALLEIROS, N.; MAGRI, M.; FALLEIROS, I.G.S. Intergranular corrosion in a martensitic stainless steel detected by electrochemical tests. Corrosion, v.55, n.8, 769-778, August 1999.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). 1988a Standard practices for detecting susceptibility to intergranular attack in austenitic stainless steels; A 262-86. Philadelphia. Section 3, v. 03.02. p. 1-18.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). 1988b. Standard practices for detecting susceptibility to intergranular attack in ferritic stainless steels; A 763-86. Philadelphia. Section 1, v. 01.03. p.463-445.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). 1988c. Standard methods for determining the average grain size; E 112-85. Philadelphia. Section 3, v. 03.01. p. 277-301.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Materiais Metálicos – Dureza Vickers. Parte 1 – Medição de Dureza Vickers. NBR NM 188-1. Rio de Janeiro. Maio 1999.

BAILEY, N. Weldability of Ferritic Steels. Cambridge, England: Abington Publishing, 1994.

BALMFORTH, M. C., and LIPPOLD, J. C. 1998. A preliminary ferritic-martensitic stainless steel constitution diagram, *Welding Journal*, 77(1): 1s-7s.

BROSSIA C. S. AND MARTIN K. L., 1998, Intregranular Corrosion of Type 409 Stainless Steel Used in Automotive Exhaust Applications. Armco Inc. Technology Center 705 Curtis St. Middletown, OH 45044.

BUDINSK K. G. e BUDINSK M. K. *Engineering Materials*. 7ªed. USA: Prentice-Hall, Inc. 2002.

CAMPBELL, R.D. Ferritic stainless stell welding metallurgy. *Key Engineering Materials*, v.69&70, p.167-216, 1992.

CASTRO, R., and TRICOT, R. 1962. Études des transformations isothermes dans les aciers inoxydables semi-ferritiques á 17% de chrome, *Memoires Scientifiques de la Revue de Meallurgie*, Part 1, 59:571-586; Part 2, 59:587-596.

CHIAVERINI, V., 2002, *Aços e Ferros Fundidos*, 7ª Edição, ABM, São Paulo, Brasil.

CIHAL, V.; STEFEC, R. On the development of the electrochemical potentiokinetic reactivation testing of some iron-based hardfacing alloys. *Corrosion*. v.56, n8, p.849-859, August 2000.

CRAIG, b. Environmentally Induced Cracking. *Metals Handbook vol.13 Corrosion Ninth Edition*. ASM Internacional. Metals Park, Ohio. 1987. p. 154-157.

FERRANTE, M. *Seleção de Materiais*. 2ª Ed. São Carlos: UFSCAR, 2002.

FOLKHARD, E. *Welding Metallurgy of Stainless Steels*. Springer-Verlag, 1988.

HONEYCOMBE, R. W. K. Aços: Microestruturas e propriedades. Fundação Calouste Gulbenkian. p. 16-18. 1982.

KIM J.K., KIM H. Y., UHM S. H., LEE, J. S., KIM K. Y., Intergranular corrosion of Ti-stabilized 11 wt% Cr ferritic stainless steel for automotive exhaust systems, *Corros. Sci.* (2009), doi:10.1016/j.corsci.2009.07.008

KOU S, LE Y. Nucleation mechanism and grain refining of weld metal. *Weld J* 1986;65(4):65–70.

KUMAR T. S, BALASUBRAMANIAN V., SANAVULLAH M.Y., Influences of pulsed current tungsten inert gas welding parameters on the tensile properties of AA 6061 aluminium alloy. *Materials and Design* 28 (2007) 2080–2092.

KUMAR A., SUNDARRAJAN S., Optimization of pulsed TIG welding process parameters on mechanical properties of AA 5456 Aluminum alloy weldments. doi:10.1016/j.matdes.2008.06.055.

LAKSHMINARAYANAN A. K., SHANMUGAM K., BALASUBRAMANIAN V., Effect of Autogenous Arc Welding Processes on Tensile and Impact Properties of Ferritic Stainless Steel Joints. *Journal of Iron and Steel Research, International*. 2009, 16(1): 62-68, 16.

Lee H. T., Wu J. L. Correlation between corrosion resistance properties and thermal cycles experienced by gas tungsten arc welding and laser beam welding Alloy 690 butt weldments. doi:10.1016/j.corsci.2009.02.004.

LEE, J.B. Development of an etching technique for determining the intergranular corrosion resistance of type 430 stainless steel. *Corrosion*, v37, n.8. p.437-443, August. 1981.

LEE, J.B.; SMITH, J.F.; GEIGER, A.L.; KAH, D. H. An analytical electron microscope examination of sensitized AISI 430 stainless steel. *Corrosion*, v.41, n.2. p.76-80, February 1985.

LIPPOLD, J. C. e KOTECKI, D. J. *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steel*. Hoboken, New Jersey, USA: John Wiley & Sons, Inc. 2005.

LUZ, T.S. Aspectos operacionais e metalúrgicos da soldagem do aço inoxidável ferrítico com 11% de cromo. Tese (Doutorado). Programa de Pós graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia.

MADUSUDHAN REDDY G, GOKHALE AA, PRASAD RAO K. Weld microstructure refinement in a 1441 grade Al–Lithium alloy. *J Mater Sci* 1997;32: 4117–21.

MAGRI, M. Métodos eletroquímicos para avaliação da sensitização no aço inoxidável martensítico AISI 410. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1995.

MAJIDI, A. P.; STREICHER, M. A. Potenciodynamic reactivation method for detecting sensitization in AISI 304 and 304L stainless steel. *Corrosion, Houston*, v. 40, n.8, p.393-408, Aug. 1984a.

MAJIDI, A. P.; STREICHER, M. A. The double loop reactivation method for detecting sensitization in AISI 304 stainless steel. *Corrosion, Houston*, v. 40, n. 11, p. 584-593, nov.1948b.

MAJIDI, A. P.; STREICHER, M. A. Four nondestructive electrochemical tests for detecting sensitization in type 304 and 304L stainless steel. *Nuclear Technology, La Grange Park*, v. 75, n.12, p.356-369, Dec. 1986.

METALS HANDBOOK. 1. ed. ASM, 1990. pg 2006-2007. v. 1: Properties and Selection: Irons Steels and High Performance Alloys.

METALS HANDBOOK. 2. ed. ASM, 1994. pg 363. v. 1: Stainless Steel: Selection and Application.

METALS HANDBOOK. Wrought: Selection and Application. 2. ed. ASM, 1994. pg 362.

METALS HANDBOOK. Selection of Stainless Steels. Selection of Wrought Ferritic Stainless Steels. 2. Ed. ASM, Materials Park, Oh. :ASM International, 1998. pg 443-444.

MODENESI, 2000. Técnica operatória da soldagem TIG. Disponível em <http://www.infosolda.com.br/download/61dpm.pdf> : acesso em 21 mai 2009.

OGWU, A. A.; DAVIES, T.J. Improving the sensitisation resistance of ferritic stainless steel. Scripta Materialia, v. 37, n.3, p. 259-263. 1997.

PADILHA, A.F. Aços Inoxidáveis: Histórico e Desenvolvimento. Ivani Bott Editor. Aços: perspectivas para os próximos 10 anos. 1ª. Edição. Rio de Janeiro, novembro 2001. p. 129 -138.

PICKERING, F. B. Physical Metallurgy of Stainless Steel Developments. The Institute of Metals, London, p 1-28, 1985.

POORHAYDARI K., PATCHETT B.M., IVEY D.G., Estimation of cooling rate in the welding of plates with intermediate thickness, Weld. J. 84 (2005) 149–155.

RALPH, M.; DeBOLD, T.; JOHNSON, M.J. Corrosion of stainless steels. In: METALS HANDBOOK. Metals Park: ASM, 1987. p. 145-163. v. 13: Corrosion.

SEDRIKS, A.J. Corrosion of stainless steel. Second Edition. Princeton. New Jersey. 1996.

SHEIR, L.L.; JARMAN, R.A.; BURSTEIN, G.T. ed. Corrosion, v.2: capítulo 19 Corrosion testing, Monitoring and Inspection. Third Edition, Butterworth Heinemann. Oxford. 1994.

STAINLESS STEEL. ASM International, 1994. Materials Park, Ohio. P 5-20, 146, 176-178.

STREICHER, M. A. The role of carbon, nitrogen and heat treatment in the dissolution of iron- chromium alloys in acids. Corrosion, v.29. September, 1973.

TEBECHER, C.T.P. Aços Inoxidáveis, 2004. Disponível em: www.pipesystem.com.br/artigos_tecnicos/aços_inox/body_aco_inox.html
[Acesso em 21/10/2007.](#)

TSUNG-FENG W., WEN-TA TSAI. Effect of KSCN and its concentration on the reactivation behavior of sensitized alloy 600 in sulfuric acid solution. Corrosion Science 45 (2003) 267–280

TULLMIN, M.A., WITCOMB, M.J., CORTIE, M.B., ROBINSON, F.P.A. Intergranular corrosion in low interstitial 40%Cr ferritic stainless steel. British Corrosion Journal, v.25, n.3, p. 191-196. 1990.

TURAZI, A.; OLIVEIRA, C. A. S.: Refino de grão de aços C-Mn e ARBL através de processamento termomecânico. **8º Congresso iberoamericano de engenharia mecânica**. Cusco, Peru, 2007.

WOLYNEC, S. Técnicas eletroquímicas em corrosão. Edusp – Editora da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003, 166p.

WU T., CHENG T., TSAI W. Effect of electrolyte composition on the electrochemical potentiokinetic reactivation behavior of alloy 600. Journal of Nuclear Materials 295 (2001) 233-243.

APÊNDICE A. Tabelas de microdurezas.

Tabela A1. Valores médios de microdureza (500g) com seus respectivos desvios padrão.

Amostra		Dureza (HV)
Designação	Posição	
MB	-	168,86 ± 4,825
C1A1	-	304,53 ± 8,031
C1A2	0	166,09 ± 1,230
C1A3	2	162,28 ± 5,404
C1A4	4	170,41 ± 2,833
C1A5	6	157,13 ± 4,110
C2A1	-	313,15 ± 9,976
C2A2	0	163,90 ± 1,697
C2A3	2	162,51 ± 2,762
C2A4	4	177,54 ± 7,710
C2A5	6	163,11 ± 1,791
C3A1	-	292,81 ± 8,458
C3A2	0	198,87 ± 3,237
C3A3	2	156,72 ± 2,892
C3A4	4	165,15 ± 3,621
C3A5	6	152,28 ± 2,531

C: condição de soldagem. A: amostra corte longitudinal.

Tabela A2. Perfis de Microdureza para as condições soldada.

Microdureza HV200									
distância (mm)	C1 - P1	C1 - P2	C1 - P3	C2 - P1	C2 - P2	C2 - P3	C3 - P1	C3-P2	C3 - P3
0,0	295,97	288,37	291,34	269,30	270,55	268,33	294,70	287,97	290,06
0,2	290,60	278,47	279,15	284,19	299,53	282,50	284,79	306,70	285,24
0,4	286,77	279,25	280,06	293,05	292,84	293,47	289,79	301,48	300,17
0,6	302,33	291,82	279,14	277,61	297,63	296,40	289,36	317,30	309,72
0,8	293,06	315,24	299,78	291,62	285,34	287,76	296,79	297,63	300,14
1,0	302,55	295,33	300,04	297,22	318,48	315,17	282,62	279,72	285,55
1,2	289,16	281,66	283,46	323,44	300,61	303,21	296,17	290,39	297,63
1,4	292,22	287,81	285,91	277,06	309,14	304,46	283,21	292,64	291,20
1,6	289,36	306,03	304,58	294,70	302,33	301,89	270,18	299,97	298,45
1,8	290,80	294,70	297,64	300,59	304,71	305,52	297,22	289,58	290,19
2,0	310,27	296,79	295,40	316,16	301,91	302,16	272,58	288,78	285,27
2,2	315,47	294,28	295,07	315,94	307,12	306,35	293,88	279,92	280,96
2,4	303,43	292,43	293,36	308,24	317,79	310,97	306,70	310,02	309,42
2,6	303,43	278,77	277,29	307,12	310,02	310,58	287,97	305,58	304,78
2,8	300,18	206,66	202,47	316,61	304,71	307,22	300,51	295,74	310,23
3,0	279,32	180,43	178,12	314,10	283,02	281,40	302,33	299,97	286,14
3,2	254,83	177,97	170,65	316,61	215,08	221,78	301,91	299,94	298,25
3,4	185,51	172,07	168,96	304,06	166,73	169,15	308,47	295,13	298,56
3,6	173,56	177,38	176,14	288,98	162,49	164,61	284,01	235,01	230,78
3,8	175,46	175,27	173,16	267,28	165,51	166,47	269,63	178,95	169,49
4,0	168,70	174,98	173,74	206,66	163,25	162,70	231,21	169,50	168,15
4,2	170,15	169,20	168,47	199,08	167,72	165,33	181,32	168,70	164,85
4,4	169,93	166,25	167,61	167,08	159,56	162,48	167,72	166,91	168,82
4,6	165,14	160,04	163,70	160,96	162,49	160,10	161,46	165,77	164,72
4,8	168,20	166,90	165,82	164,55	164,36	171,50	162,82	161,72	163,43
5,0	170,12	159,73	165,76	158,73	172,18	164,14	158,23	165,95	165,20

APÊNDICE B. Tabelas de I_r/I_a .

Tabela B1. Valores médios das relações I_r/I_a com seu respectivo desvio padrão para amostra com corte longitudinal e de topo.

Amostra corte longitudinal		I_r/I_a
Designação	Posição (mm)	
C1A1	-	$0,4059 \pm 0,0667$
C1A2	0	$0,3992 \pm 0,0757$
C1A3	2	$0,4320 \pm 0,0872$
C1A4	4	$0,4055 \pm 0,0317$
C1A5	6	$0,4116 \pm 0,1046$
C2A1	-	$0,3323 \pm 0,0408$
C2A2	0	$0,2987 \pm 0,0273$
C2A3	2	$0,3451 \pm 0,0324$
C2A4	4	$0,3303 \pm 0,0133$
C2A5	6	$0,3177 \pm 0,0268$
C3A1	-	$0,3298 \pm 0,0225$
C3A2	0	$0,3454 \pm 0,0084$
C3A3	2	$0,3668 \pm 0,0143$
C3A4	4	$0,3449 \pm 0,0183$
C3A5	6	$0,3292 \pm 0,0081$
Amostra corte de topo		I_r/I_a
Designação	Posição	
ZF1	-	$0,4047 \pm 0,0778$
ZF2	-	$0,3871 \pm 0,0246$
ZF3	-	$0,3485 \pm 0,0587$

Tabela B2. I_r/I_a Amostras A3, antes e depois da solubilização.

Amostra corte longitudinal		
Designação	I_r/I_a antes da solubilização	I_r/I_a após solubilização
C1A3	$0,4320 \pm 0,0872$	$0,2209 \pm 0,0615$
C2A3	$0,3451 \pm 0,0324$	$0,2778 \pm 0,0232$
C3A3	$0,3668 \pm 0,0143$	$0,3012 \pm 0,0286$