INTERCORR2008_029

Copyright 2008, ABRACO
Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2008, em Recife/PE, no mês de maio de 2008.
As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

O COMPORTAMENTO DO AÇO AISI 321 QUANDO SUBMETIDO A TRATAMENTOS TÉRMICOS DE SENSITIZAÇÃO PARA TEMPOS CURTOS

Samuel F. Rodrigues[1], José C. Cardoso Filho [2], Auro A.Tanaka[3], Regina C. de Sousa [4]

Abstract

This work simulates the steel AISI 321 sensitization phenomenon for very short times and different two cooling ways. Three samples were heated in a furnace, stabilized at 600ºC during 15, 30 and 60 min, and then cooled under air atmosphere. A fourth sample was heated at 600ºC during 60 min and then followed by water quenching. To study the effect of the solution heat treatment on the sensitization, a fifth sample was heated at 900ºC during 80 min, followed by water quenching. Next, that sample was sensitized for 60 min at 600ºC and cooled under air atmosphere. After thermal treatment, all samples were polished and etched with an oxalic acid solution. In order to evaluate quantitatively the susceptibility of the material to intergranular attack, double loop electrochemical potentiodynamic reactivation tests DLEPR were performed. Metallographic observations were carried out in an image analysis system. The micrographs and the DLEPR tests revealed that sensitization is a function of the time of the thermal treatment, the cooling type and the applied solution heat treatment.

Resumo

Este trabalho simula o fenômeno de sensitização em um aço AISI 321, para tempos curtos e para duas diferentes formas de resfriamento. Três amostras foram aquecidas em um forno mufla, estabilizado na temperatura de 600 ^{o}C, para os tempos de 15, 30 e 60 min e posteriormente resfriadas ao ar. Uma quarta amostra foi submetida a temperatura de 600 ^{o}C, para 60 min, e temperada em água. Para verificar o efeito do tratamento de solubilização sobre a sensitização, uma quinta amostra foi submetida a temperatura de 900 ^{o}C, para 80 min, e posteriormente temperada em água. Em seguida essa amostra foi submetida ao tratamento de sensitização para 60 min em 600 ^{o}C e resfriada ao ar. Após os tratamentos térmicos, todas as amostras foram polidas e atacadas com uma solução de ácido oxálico. A verificação quantitativa do grau de sensitização do material foi feita através de ensaios eletroquímicos de reativação potencio-cinética de duplo ciclo (DLEPR). As observações metalográficas foram realizadas através de um sistema de análise de imagens. As micrografias e os ensaios DLEPR revelaram que a sensitização é função do tempo de tratamento térmico, do modo de resfriamento e do tratamento de solubilização aplicado.

Palavras-chave: aço AISI 321, sensitização, solubilização.

[1] Graduando, Técnico – Universidade Federal do Maranhão
[2] Dr., Prof. Associado I – Universidade Federal do Pará
[3] Dr., Prof. Titular– Universidade Federal do Maranhão
[4] Dr^{a}., Prof^{a}. Associada I– Universidade Federal do Maranhão

Introdução

Aços inoxidáveis austeníticos são bem conhecidos pela sua resistência à corrosão e por apresentarem boas propriedades mecânicas quando submetidos a elevadas temperaturas. Esses materiais, no entanto, podem sensitizar quando submetidos a uma determinada faixa de temperatura. A sensitização consiste na precipitação de carboneto de cromo, principalmente o $Cr_{23}C_6$, nos contornos de grão, consumindo cerca de dez vezes mais cromo do que carbono. Esta precipitação promove a diminuição do teor de cromo em regiões adjacentes aos contornos de grão, tornando-as suscetíveis à corrosão intergranular. A sensitização pode ser conseqüência, por exemplo, de um resfriamento lento após exposição a temperaturas em torno de 600 ºC ou após um processo de soldagem.

Uma das formas de se evitar a sensitização é através da adição ao aço base de elementos fortes formadores de carbonetos, que possuem maior afinidade com carbono do que o cromo. Uma outra forma consiste em submeter o material previamente a um tratamento de solubilização. O aço AISI 321 foi desenvolvido para evitar o processo de sensitização, através da adição de titânio na matriz.

Neste trabalho, investiga-se os efeitos do tempo de tratamento térmico de sensitização, da taxa de resfriamento e do tratamento de solubilização sobre o grau de sensitização de um tubo de aço AISI 321, usado em refinaria de petróleo.

Experimental

Foram utilizadas amostras de um tubo de aço inoxidável austenítico AISI 321 com área de 1,0 cm^2. Três amostras foram aquecidas em um forno mufla estabilizado na temperatura de 600 ^oC por períodos de 15, 30 e 60 minutos, respectivamente, e posteriormente refriadas ao ar. Uma quarta amostra foi submetida à temperatura de 600 ºC por um período de 60 min, em seguida temperada em água. Com o objetivo de verificar o efeito da solubilização sobre a sensitização, uma quinta amostra foi solubilizada a 900 ºC por 80 minutos e em seguida temperada em água. Após o tratamento de solubilização, a quinta amostra foi submetida a uma temperatura de 600 ºC pelo período de tempo de 60 min, e posteriormente resfriada ao ar.

Buscando a caracterização da microestrutura, as amostras foram embutidas, lixadas, polidas e atacadas com uma solução de ácido oxálico, seguindo as recomendações da norma ASTM A 262 (1). De acordo com essa norma, as microestruturas obtidas são classificadas como *step*, estrutura sem nenhum ditches (carbonetos de cromo precipitado) nos contornos de grãos; *dual*, estruturas com alguns ditches nos contornos de grãos somados a steps, mas sem nenhum contorno completamente contornado por ditches; ou estrutura *ditch*, quando existem um ou mais grãos completamente envolvidos por *ditch*. Para a observação da amostra e obtenção das micrografias, foi utilizado um analisador de imagens equipado com um microscópio óptico Olympus BX51 e um software Image-Pro Plus. Para cada amostra foram observados de dez a vinte campos.

Para avaliar quantitativamente a suscetibilidade do aço AISI 321 ao ataque intergranular, ou seja, o grau de sensitização, ensaios DLEPR (2) foram feitos à temperatura ambiente (~25 ^oC) em uma convencional célula eletroquímica de três eletrodos com uma folha de Pt como eletrodo auxiliar e eletrodo de calomelano saturado (SCE) como o de referência. A solução eletrolítica foi 0,05 M H_2SO_4 + 0,01M KSCN. O eletrodo de trabalho foi construído com as amostras do aço AISI 321 embutidas em resina de poliester. Após alcançar um quase estado constante do potencial de circuito aberto (E_{oc}) (em torno de 30 min), o potencial foi varrido na direção anódica até 0,6 V para 1mV/s, e então a leitura foi retornada ao E_{oc}. O grau

de sensitização foi avaliado da razão Ir/Ia, onde Ia e Ir representam as correntes de pico anódica e reversa, respectivamente (3).

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra as micrografias obtidas das amostras do aço que foram submetidas somente ao tratamento de sensitização (refriadas ao ar). Uma análise das mesmas revela que o aço, para o tempo de 15 min (Fig. 1a), possui uma microestrutura levemente sensitizada e classificada como dual. A intensidade da sentização aumenta com o tempo. Para 30 min, a microestrutura permanece dual (Fig. 1b), passando a ditch para o tempo de 60 min (Fig. 1c).

Os ensaios DLEPR das amostras sensitizadas e de uma amostra como recebida confirmam os resultados qualitativos obtidos anteriormente através da metalografia e comprovam quantitativamente que a sensitização aumenta com o tempo de tratamento térmico, como mostra a Figura 2.

Com o objetivo de encontrar meios de minimizar a sensitização do aço inoxidável AISI 321, foi executado o tratamento de solubilização em uma amostra como recebida por 80 min a 900 ºC e posteriormente temperada em água. Em seguida, essa amostra solubilizada foi sensitizada a 600 °C por 60 min e resfriada ao ar. A Figura 3 mostra uma micrografia dessa amostra, sendo a mesma classificada como step. O resultado do ensaio de DLEPR dessa amostra, Figura 4, revela que o grau de sensitização diminuiu consideravelmente, ou seja, o tratamento de solubilização foi eficiente em eliminar a sensitização do aço em estudo para 600ºC, durante 60 min.

Tal fenômeno ocorre porque diferente do carboneto de cromo que tem sua cinética de formação favorecida para temperaturas em torno de 600 ^{o}C, a formação do carboneto de titânio é favorecida para temperatura em torno de 800 ^{o}C (4). Desta forma, o aço AISI 321, quando colocado na temperatura de 800-900 ^{o}C, além de dissolver os carbonetos de cromo que existem, promove a formação de carbonetos de titânio, eliminando todo o carbono em solução. Na seqüência, quando este é submetido ao tratamento de sensitização não existe carbono em solução na matriz para a formação de carbonetos de cromo. Agora, quando o aço é solubilizado a temperaturas acima de 900 ^{o}C, além de dissolver os carbonetos de cromo remanescente, dissolvem também os carbonetos de titânio, aumentando significativamente o número de carbono em solução na matriz. Na seqüência, ao ser submetido ao tratamento de sensitização, ocorre no material a formação de carbonetos de cromo, cuja quantidade deve aumentar com o aumento da temperatura de solubilização, até alcançar a temperatura crítica para o crescimento de grão, T_{cg} (5).

Com o objetivo de verificar o efeito da velocidade de resfriamento do material após o tratamento de sensitização, uma amostra foi submetida a 600 ºC por 60 min e temperada em água. A Figura 5 ilustra a micrografia dessa amostra, sendo a mesma classificada como dual. Embora o tratamento térmico de têmpera não elimine completamente a sensitização do material, esse a reduz bastante. Esse resultado é comprovado pelo ensaio de DLEPR mostrado na Figura 6.

Conclusões

As micrografias e os ensaios DLEPR revelaram que para o aço AISI 321: (i) a sensitização aumenta com o tempo de tratamento térmico; (ii) que o resfriamento rápido em água reduz o grau de sensitização; e (iii) que o tratamento de solubilização aplicado foi eficiente em evitar a sensitização. Com esse resultado verifica-se que o aço AISI 321, mesmo sendo estabilizado ao titânio, apresenta sensitização para pequenos tempos de tratamento.

Referências bibliográficas

1. ASTM A 262 – Annual Book - **Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels**, 1999.
2. WOLYNEC, S. **Técnicas eletroquímicas em corrosão**, São Paulo: EDUSP, 2003. p.155-156.
3. AKASHI, M.; KAWARNOTO, T.; UMEMURA, F.; GIJUTSU, B. **Corros. Engr**.,v. 29, p. 163, 1980.
4. PADILHA, A. F.; SCHANZ, G.; ANDERKO, K. **Journal of Nuclear Materials**, v.105, p. 77, 1982.
5. SOUSA, R. C.; CARDOSO FILHO, J. C.;TANAKA, A. A.; OLIVEIRA, A. C. S.; FERREIRA, W. E. I.Effects of solution heat treatment on grain growth and degree of sensitization of AISI 321 austenitic stainless steel, **Journal of Materials Science**, v. 41, p. 2381, 2006.

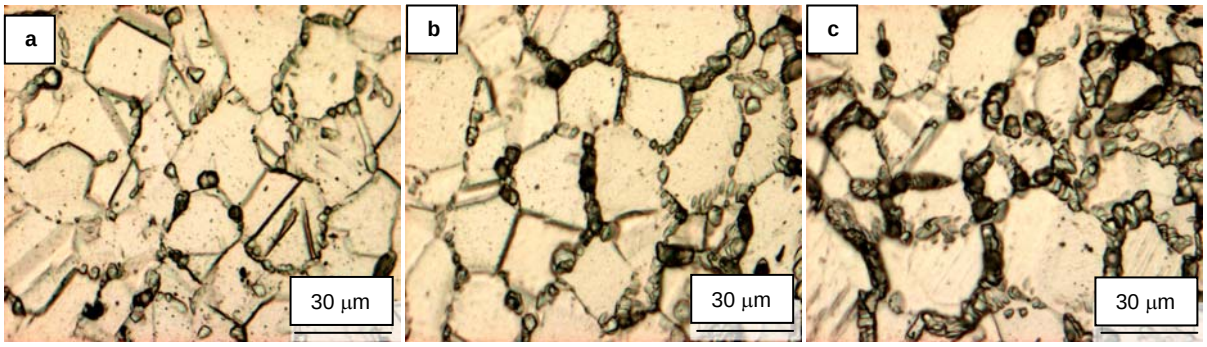

Figura 1. Micrografias obtidas de amostras tratadas a 600 ^{o}C, para os tempos de 15 min (a), 30 min (b) e 60 min (c). Resfriadas ao ar.

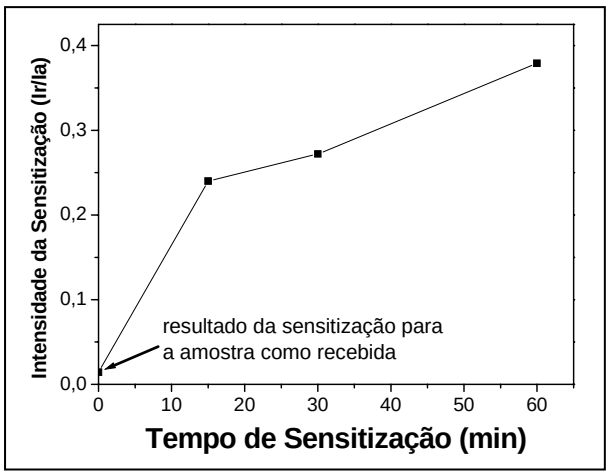

Figura 2. Comportamento do grau de sensitização para os tempos de 0 min (amostra como recebida), 15 min, 30 min e 60 min. Resfriadas ao ar.

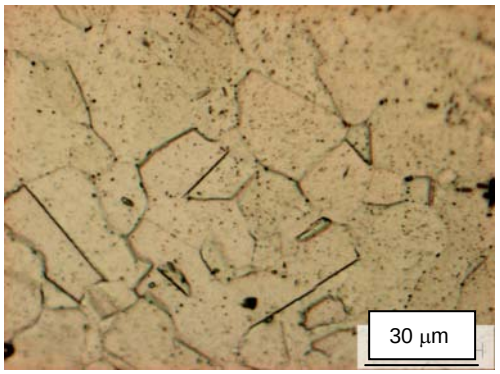

Figura 3. Microestrutura da amostra solubilizada (900°C por 80 min/temperada em água) e posteriormente sensitizada (600 ^{o}C em 60 min/refriada ao ar).

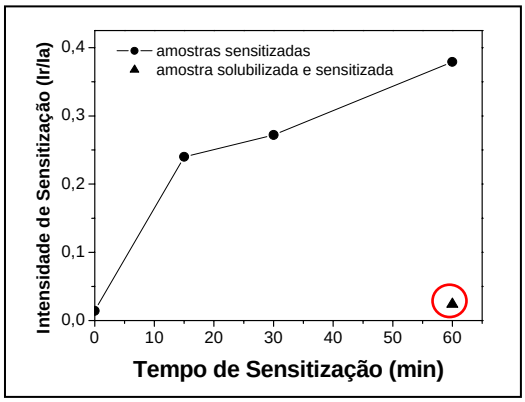

Figura 4. Comportamento do grau de sensitização das amostras sensitizadas e solubilizada/sensitizada.

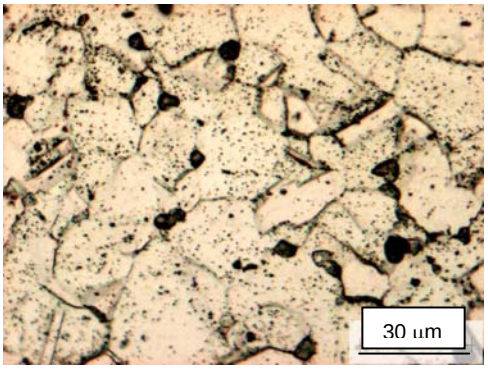

Figura 5. Microestrutura da amostra sensitizada a 600 ºC para 60 min e temperada em água.

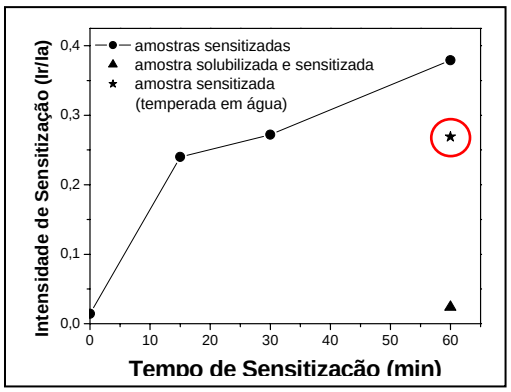

Figura 6. Comportamento da intensidade de sensitização das amostras sensitizadas/refriamento ao ar, solubilizada/sensitizada e sensitizada/refriamento rápido.