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).

Investigação Eletroquímica do Aço AISI 347 Sensitizado Utilizando Técnicas de Polarização e Impedância Eletroquímica

Renata S. da Conceição[1], Clairon L. Pinheiro[1], Regina C. de Sousa[2], José C. Cardoso Filho[3]

Abstract

The electrochemical behavior of stainless steel AISI 347 submitted to a thermal treatment at 700 °C in varied intervals of 1, 20, 50, 80 and 100 hours was studied in the highly aggressive solution of H_2SO_4 (0,5 mol.L^{-1}) + KSCN (0,01 mol.L^{-1}) at 25°C. Different electrochemical methods such as double loop electrochemical potentiodynamic reactivation (DLEPR) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) were used. Morphology of the samples was examined using optical microscopy. The results showed that sensitization process was not verified for samples and the diagrams of impedance electrochemistry presented a few differences among the polarization resistance values.

Keywords: Stainless steel, sensitization, corrosion.

Resumo

Realizou-se um estudo do comportamento eletroquímico do aço inoxidável AISI 347 através da utilização de técnicas eletroquímicas. As amostras da liga metálica foram submetidas a um tratamento térmico a 700 °C em intervalos de tempo que variaram de 1, 20, 50, 80 e 100 horas. Visando analisar o grau de sensitização nas amostras, foram realizados ensaios eletroquímicos de reativação potenciocinética de duplo ciclo (EPR-DL) e espectroscopia de impedância eletroquímica, ambos em meio de solução de H_2SO_4 0,5 mol.L^{-1} com KSCN 0,01 mol L^{-1}. Os resultados de DLEPR mostraram sensitização residual do aço inoxidável AISI 347 na temperatura de tratamento térmico (700°C) com o fenômeno mantendo-se praticamente independente do intervalo de tempo. Os resultados de espectroscopia de impedância eletroquímica apresentaram somente um arco capacitivo e uma resistência de polarização (Rp) com variações desprezíveis, corroborando com os resultados de polarização cíclica (EPR-DL).

Palavras-chave: aço inoxidável, sensitização, corrosão**.**

[1] Mestranda do PPEQ – Universidade Federal do Pará
[1] Mestrando da PPEQ – Universidade Federal do Pará
[2] Drª., Profª. Associada I – Universidade Federal do Maranhão
[3] Dr., Prof. Associado I– Universidade Federal do Pará

1. Introdução

Processos industriais cujas características são de elevada agressividade química, bruscas variações de temperatura e sujeitos a elevadas tensões mecânicas exigem ligas metálicas de alta resistência, como aquelas observadas nos aços inoxidáveis. Tais ligas se caracterizam por apresentarem boas propriedades mecânicas associadas à elevada resistência à corrosão (SEDRICKS, 1996; TEBECHERANI, 2005).

Um problema relevante é constatado em alguns tipos de aço inoxidável, quando expostos em determinadas condições de temperatura e específicos intervalos de tempo. Constata-se um gradiente de concentração de cromo no interior da liga metálica, tornando-a mais susceptível à ação de meios corrosivos, que é denominada como uma região sensitizada (SILVA et al, 2003).

A determinação do grau de sensitização de um aço inoxidável pode ser realizada pelo método de reativação potenciocinética de ciclo duplo (EPR-DL) como mostra a norma ASTM 262-98. Recentemente a espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) está sendo utilizada com o mesmo propósito (CARDOSO FILHO et al, 2004; MORAES, et al, 2005).

O objetivo deste trabalho foi investigar o comportamento eletroquímico de aço inoxidável AISI 347 austenítico, tratados termicamente a 700 °C em diferentes intervalos de tempo. Com este intuito foram realizados ensaios eletroquímicos de reativação potenciocinética de ciclo duplo (DC), espectroscopia de impedância eletroquímica (AC) e ensaios metalográficos, definindo desta forma o grau de sensitização da liga metálica.

2. Experimental

- Material e Preparação das Amostras

Os corpos-de-prova (eletrodos de trabalho) foram confeccionados a partir de amostras de aço inoxidável AISI 347 (Tabela 1), que passaram por tratamento térmico a 700 °C e diferentes intervalos de tempo. A Tabela 2 mostra a identificação dos corpos-de-prova com uma área ativa de um centímetro quadrado que foi lixada até a granulometria 1000.

Os ensaios eletroquímicos foram efetuados através de um potenciostato/galvanostato PCI 300/MA da Gamry Instruments e a célula eletroquímica utilizada foi composta com um eletrodo de calomelano saturado como eletrodo de referência e como contra-eletrodo uma rede de platina. O eletrólito utilizado foi uma solução de H_2SO_4 0,5 mol.L^{-1} e KSCN 0,01 mol.L^{-1} no volume de 400 mL (em todos os ensaios) à temperatura ambiente (aproximadamente 25 ºC). Os ensaios de EPR-DL foram realizados com velocidade de polarização de 3mVs^{-1} e sobretensão de 500mV e os de EIS no potencial de corrosão (-470mV-ECS) para uma faixa de freqüência de 0,03 a 1,0 KHz.

3. Resultados e Discussão

- Ensaios de Polarização Cíclica (EPR – DL)

Os ensaios de reativação potenciocinética de ciclo duplo (EPR-DL), realizados para os cinco corpos-de-prova foram realizados em triplicata. Na Figura 1, observam-se as curvas das amostras tratadas a 700°C por 1, 20, 50, 80 e 100 horas, denominadas de A1, A2, A3 A4 e A5, respectivamente. Observa-se a presença de dois picos de corrente, denominados como pico de ativação (I_A) e de pico reativação (I_R). Constata-se que para a amostra tratada no tempo de 20 horas a curva apresentou apenas o pico de ativação. Na técnica EPR-DL, a relação entre os picos de reativação e ativação (I_R/I_A) encontrados experimentalmente determina grau de

sensitização do aço inoxidável. Os parâmetros de (I_R/I_A) obtidos através das curvas experimentais são apresentados na Tabela 3, mostrando que o aumento no tempo do tratamento térmico não afetou o processo de sensitização, indicando a presença de sensitização residual, ou seja, havia sensitização no aço inoxidável mesmo antes que ele fosse tratado termicamente.

- Ensaios de Impedância Eletroquímica (EIS)

Somente um arco capacitivo bem definido e próximo a um semicírculo é observado na Figura 2 para todos os corpos de prova estudados em uma faixa de freqüência de 0,03Hz a 1000Hz. Além da forma, a dimensão (Rp) e a freqüência máxima (0,6Hz) não apresentam mudanças significativas nos diagramas de impedância eletroquímica da Figura 2, indicando que no meio investigado, independentemente do intervalo de tempo de exposição à temperatura de 700° C, a interface metal/meio apresenta somente uma constante de tempo.

Na Figura 3 são apresentados três diagramas de impedância eletroquímica obtidos em uma faixa de freqüência de 1 KHz a 0,03Hz, para três diferentes tempos de tratamento térmico (1h, 50h e 100h). Todos os arcos capacitivos observados nessa figura, possuem a mesma característica e, em relação a freqüência máxima, essa fica situada em torno de 0,6 Hz, indicando que o mesmo fenômeno de superfície é constatado no intervalo de tempo estudado. Esses resultados de EIS corroboram com os resultados EPR-DL, nos quais, da mesma forma, não se observam mudanças nas curvas de polarização (Figura 1).

Para o cálculo da resistência de polarização (Rp) foi utilizado um circuito elétrico equivalente, que mostrou um bom ajuste entre os resultados experimentais, como pode ser observado na Figura 4. O resultado da simulação indica que Rp não apresenta mudanças significativas entre as amostras investigadas (Tabela 4), confirmando que mudanças no tratamento térmico praticamente não afetaram os valores de Rp.

- Ensaios Metalográficos

A Figura 5 apresenta metalografias do material em estudo, na temperatura de 700°C para os tempos de 1 e 50 horas, evidenciando que não há mudanças significativas nas características do aço inoxidável AISI 347 (austenítico).

Conclusões

O potencial de corrosão determinado para o aço inox AISI 347 em meio H_2SO_4 0,5 mol.L^{-1} + KSCN 0,01 mol.L^{-1} é estável e independente do tempo de tratamento térmico. O potencial de corrosão ficou em torno de -470mV (ECS).

As curvas geradas pelo ensaio de reativação potenciocinética de ciclo duplo (EPR-DL) mostraram que há um comportamento semelhante para todas as amostras, não sendo observada evolução alguma no grau de sensitização. Os valores da razão: I_R/I_A, indicam que os corpos-de-prova não foram sensitizados, sendo que a sensitização aparente observada através dos diagramas se deve a uma sensitização residual, ou seja, uma sensitização que havia nas amostras antes de passarem pelo tratamento térmico a 700° C por diferentes períodos.

Os diagramas no ensaio de impedância eletroquímica apresentaram forma e dimensão (Rp ≈ 500 Ohm) semelhantes para as cinco amostras. Estes resultados estão em conformidade com os de EPR-DL e indicam a possibilidade da utilização da impedância eletroquímica na caracterização do grau de sensitização em aços inoxidáveis.

Todos os resultados dos ensaios realizados neste trabalho mostraram que o aço inoxidável AISI 347 não apresentou o fenômeno de sensitização após a realização de tratamentos térmicos a 700 °C para os diferentes períodos de tratamento(1, 20, 50, 80 e 100 horas).

Agradecimentos
FINEP (Convênio – 2201076200)

CNPq

Referências bibliográficas

CARDOSO FILHO, J. C.; OLIVEIRA, A.; COSTA, L. C. e LIMA NETO, P. – Estudo do comportamento eletroquímico do aço inoxidável AISI 304L sensitizado. In: Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, 2004, Belém. *Anais*.

MORAES, A. M.; CONCEIÇÃO, R. G.; BARROZO, T.; SIQUEIRA, C. A. and CARDOSO FILHO, J. C. - Corrosion Characteristics of Coating Type 309l Stainless Steel Prepared By Weld Overlay. In: 18th International Congress of Mechanical Engineering, Nov. 2005, Ouro Preto. **Anais** Ouro Preto: 18th International Congress of Mechanical Engineering, 2005.

SEDRICKS, A. J. **Corrosion of stainless.** 2ªed. New York: Wiley_interscience Publications, 1996.

SILVA, M. J. G.; SOUZA, A. A., SOBRAL, A. V. C.; LIMA NETO, P. and ABREU, H. F. G. "Microstrutural and electrochemical characterization of the low temperature sensitization of AISI 321 stainless steel tube used in petroleum refining plants". **Journal of materials science** v. 38, 2003. p. 1007-1011.

TEBECHERANI, C. T. P. Aços Inoxidáveis. Disponível em: http: //<www.google.com.br/Artigo_para_pipesystem_sobre_inox1> Acesso em: 15 de dez. de 2005.

Tabelas

Tabela 1: Composição química do aço inoxidável AISI 347 (austenítico)

Elementos	O	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo	Cd	W
Composição (%)	0,098	0,258	0,081	16,904	1,352	70,072	10,105	0,548	0,189	0,385

Tabela 2: Identificação dos corpos-de-prova em relação ao intervalo de tempo de tratamento térmico a 700°C

Identificação dos corpos de prova	A1	A2	A3	A4	A5
Tempo de tratamento térmico (horas)	1	20	50	80	100

Tabela 3: Parâmetros obtidos através dos diagramas de polarização cíclica

Corpo-de-prova	**I_A (mA/cm^2)**	**I_R (mA/cm^2)**	**I_R/I_A**
A1	$2,58 \times 10^{-2}$	$1,55 \times 10^{-3}$	0,06
A2	$3,10 \times 10^{-2}$	---	---
A3	$2,69 \times 10^{-2}$	$1,00 \times 10^{-3}$	0,07
A4	$3,47 \times 10^{-2}$	$1,44 \times 10^{-3}$	0,04
A5	$2,63 \times 10^{-2}$	$1,71 \times 10^{-3}$	0,06

Tabela 4: Resistência de polarização calculada a partir da Figura 5

Corpo-de-prova	**Rp (Ohm)**	**Erro (%)**
A1	505,1	0,99
A2	518,8	0,99
A3	502,8	0,99
A4	443,8	1,00
A5	500,5	1,00

Figuras

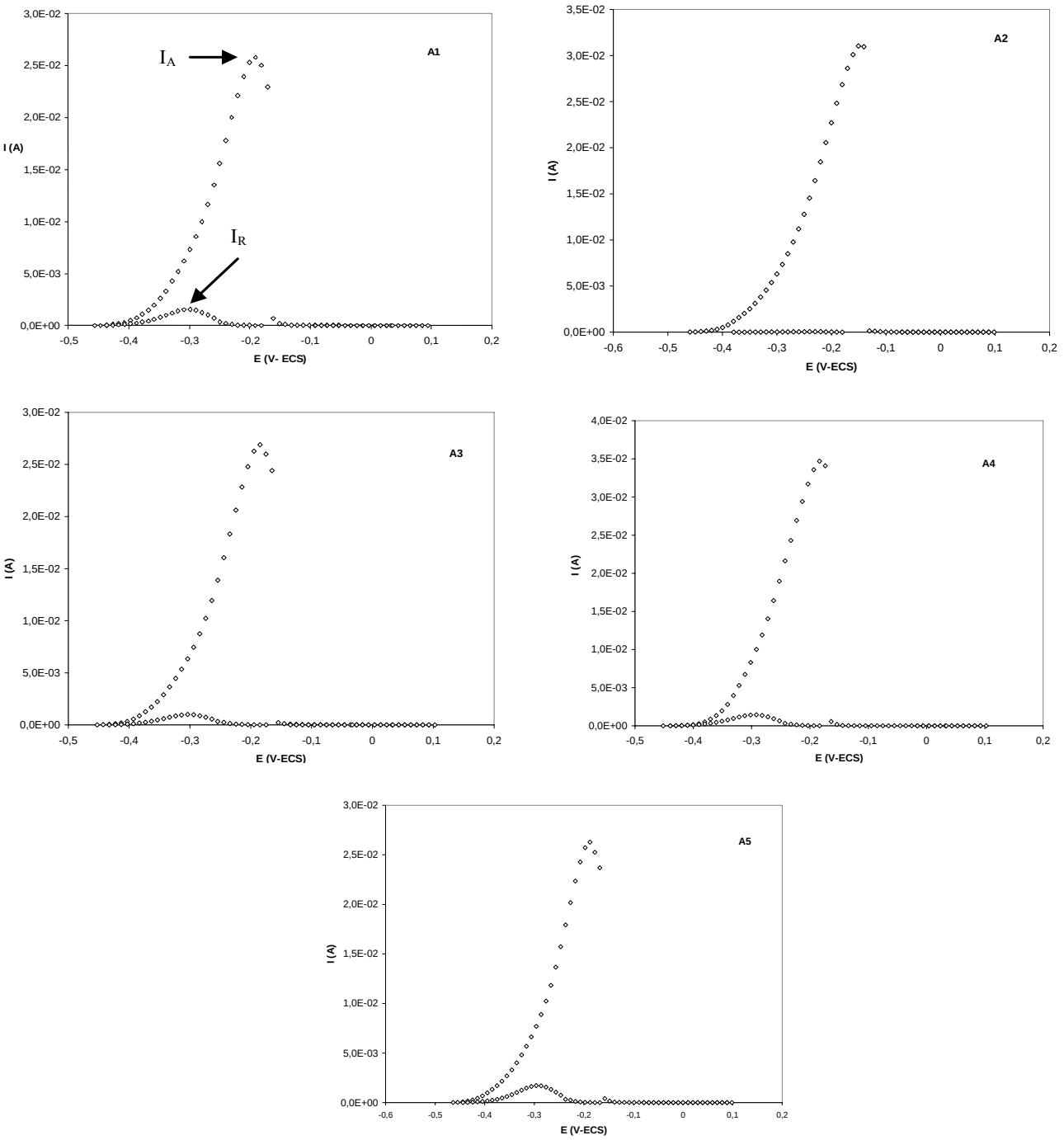


Figura 1. Curvas dos ensaios de EPR-DL para o aço inoxidável AISI 347, em meio de H_2SO_4 0,5 mol.L^{-1} + KSCN 0,01 mol.L^{-1} para diferentes tratamentos térmicos (A1 = 1h; A2 = 2 h, A3 = 50 h, A4 = 80 h e A5 = 100 horas).

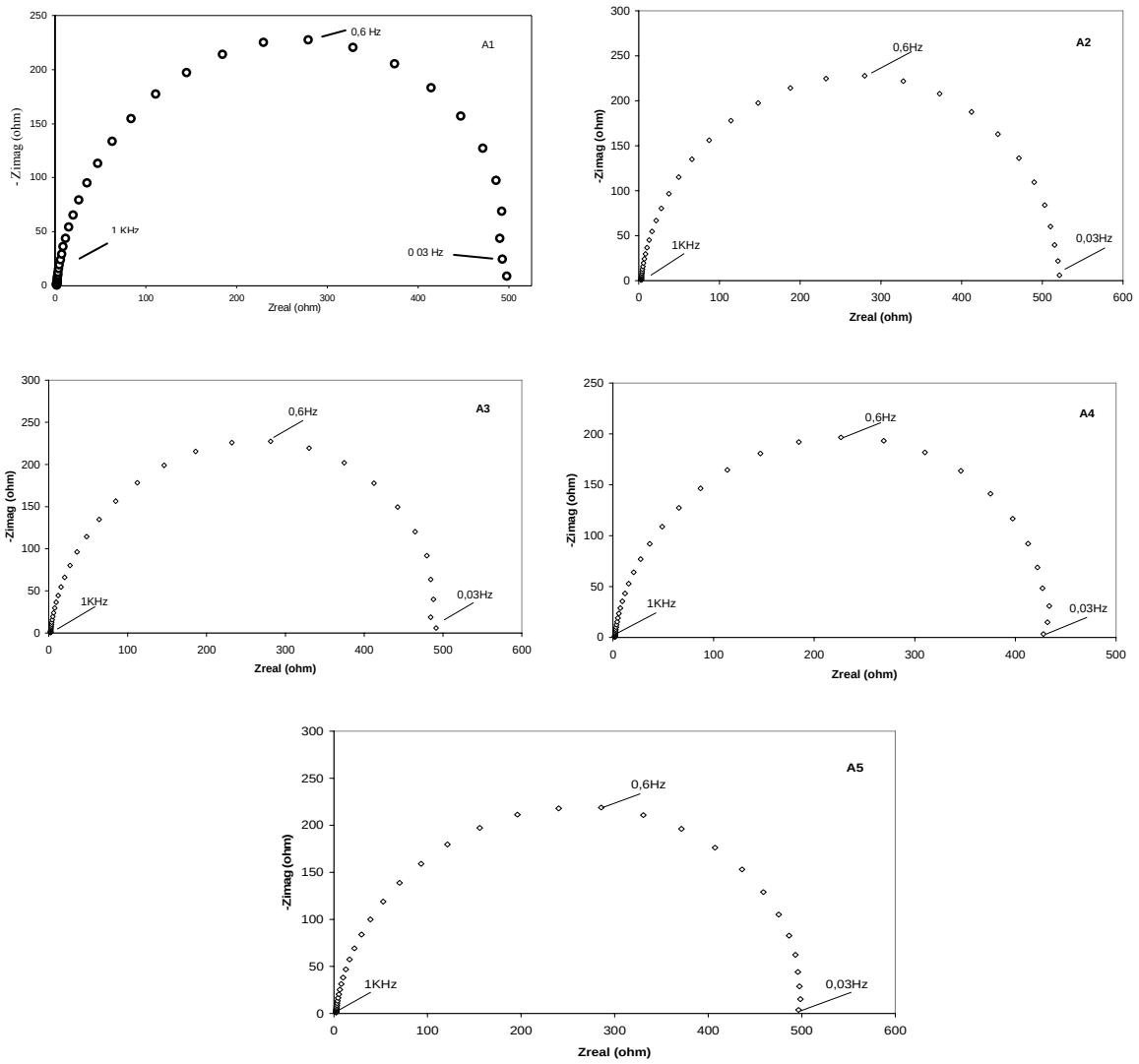


Figura 2. Diagramas de impedância eletroquímica, obtidos no potencial de corrosão para o aço inoxidável AISI 347, em meio de H_2SO_4 0,5 mol.L^{-1} + KSCN 0,01 mol.L^{-1} para diferentes tratamentos térmicos (A1 = 1h; A2 = 2 h, A3 = 50 h, A4 = 80 h e A5 = 100 horas).

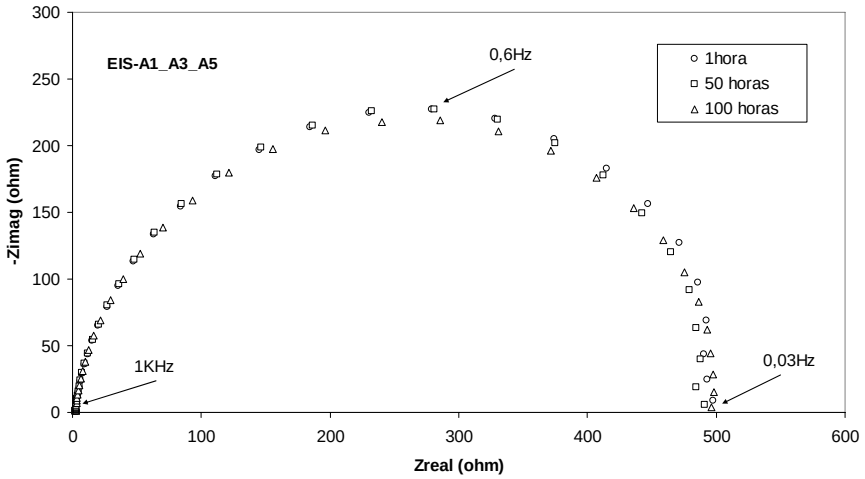
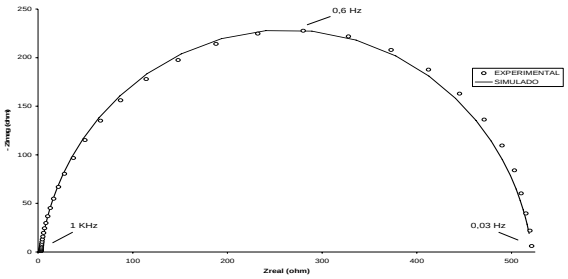
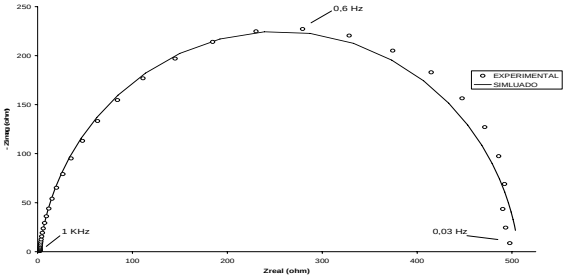


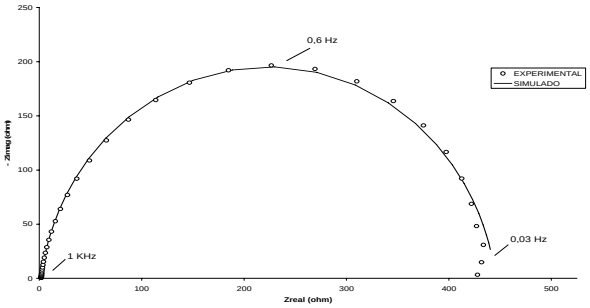
Figura 3 Diagramas de impedância eletroquímica, obtidos no potencial de corrosão para o aço inoxidável AISI 347 em meio de H_2SO_4 0,5 mol.L^{-1} + KSCN 0,01 mol.L^{-1} para diferentes tratamentos térmicos.



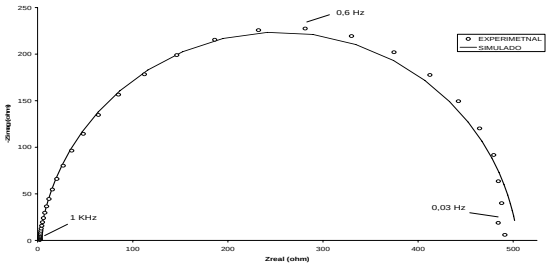
(A1)



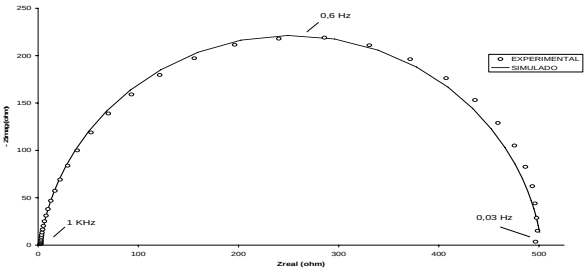
(A2)



(A3)



(A4)



(A5)

Figura 4 Diagramas de impedância eletroquímica experimental (ooooo) e simulado (——), obtidos no potencial de corrosão para o aço inoxidável AISI 347 em meio de H_2SO_4 0,5 mol.L^{-1} + KSCN 0,01 mol.L^{-1} para diferentes tratamentos térmicos (A1 = 1h; A2 = 2 h, A3 = 50 h, A4 = 80 h e A5 = 100 horas).

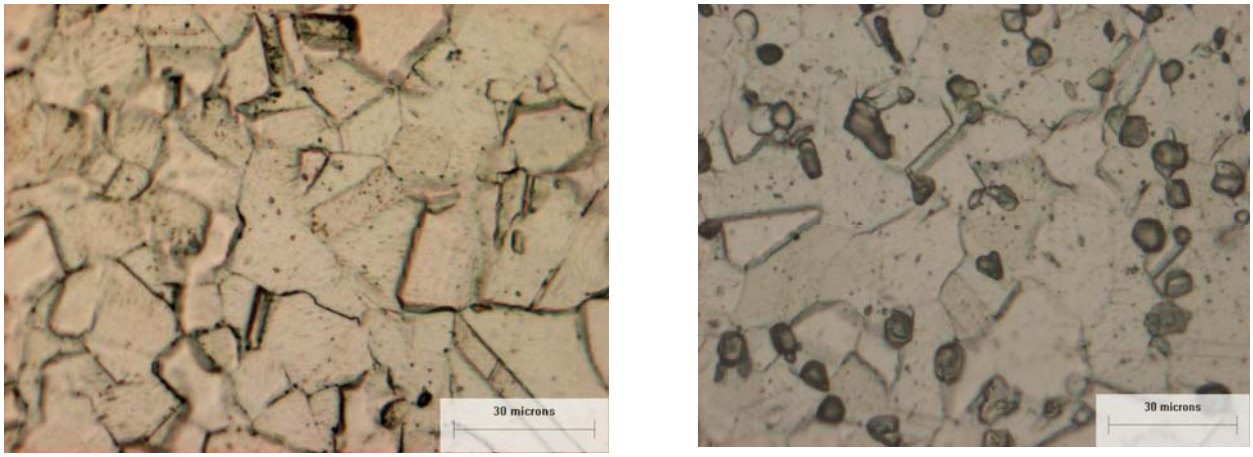


Figura 5: Ensaios metalográficos do aço inoxidável AISI 347 tratados termicamente a 700°C. (a) amostra tratada no tempo de 1 hora. (b) amostras tratadas no tempo de 50 horas.