

Copyright 2012, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2012, em Salvador/BA no mês de maio de 2012.

As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

## **Análise da Susceptibilidade à Corrosão Localizada do Aço AISI 304 empregando a Técnica Eletroquímica de Reativação Cíclica (EPR-DL)**

**Tathiane C. Andrade<sup>a</sup>, Abraão D. G. Barreto<sup>b</sup>, Gerberson Q. Caetano<sup>c</sup>, Hélio C. de Miranda**

### **Abstract**

This paper has an objective of analyze the degree of sensitization of austenitic stainless steel 304 using the technique of Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation (EPR-DL) in areas and scan rate after different heat treatments, using a cell that allows the analysis, non-destructively, small regions of materials that can suffer sensitization. The stainless steel 304 was submitted to three thermal treatments: 400 °C in 1 h, 600 °C in 100 h and 700 °C in 100 h. For the test EPR-DL, the samples were sanded until the granulometry of 400 mesh. Subsequently, we used a portable cell developed by ENGESOLDA - UFC to EPR-DL test. Were used circular areas with diameters of 0.8 mm, 1.5 mm and 2.0 mm and scan rate 1.5 mV/s, 3mV/s and 6 mV/s. We analyzed the relationship between the maximum current of reactivation and the maximum current activation ( $I_r/I_a$ ) to determine the degree of sensitization. To validate the results, the microstructure was analyzed by following the usual procedure for metallography. The results showed that increasing the scan rate in samples that presented sensitization caused a diminution in  $I_r/I_a$ . The contact area showed the opposite trend of speed. The reduction of  $I_r/I_a$  may result in loss of sensitivity in the detection of sensitization.

**Keywords:** austenitic stainless steel, sensitization, EPR-DL.

### **Resumo**

Este trabalho objetiva analisar o grau de sensitização do aço inoxidável austenítico AISI 304 através da técnica de polarização eletroquímica de reativação potenciocinética de ciclo duplo, do inglês EPR-DL, em diversas áreas de contato e velocidades de varredura após diferentes tratamentos térmicos, empregando uma célula que permite a análise, de forma não destrutiva, de pequenas regiões de peças que podem sofrer sensitização. O aço inoxidável AISI 304 foi submetido a três tratamentos térmicos: 400°C em 1 h, 600°C em 100 h e 700°C em 100 h. Para o ensaio de EPR-DL, as amostras foram lixadas até a granulometria de 400 mesh. Posteriormente, foi utilizada uma célula portátil desenvolvida pelo ENGESOLDA – UFC para ensaio de EPR-DL. Foram utilizadas áreas circulares com diâmetros de 0,8 mm, 1,5 mm e 2,0 mm e velocidades de varredura de 1,5 mV/s, 3mV/s e 6 mV/s. Foi analisada a relação entre a corrente máxima de reativação e a corrente máxima de ativação ( $I_r/I_a$ ), buscando determinar o grau de sensitização. Para a validação dos resultados, foi analisada a microestrutura seguindo procedimento usual de metalografia. Os resultados mostraram que o aumento da velocidade de varredura em amostras que apresentaram sensitização ocasionou

<sup>a</sup>Graduanda – Engenharia Metalúrgica - Universidade Federal do Ceará

<sup>b</sup>Graduando – Engenharia Metalúrgica - Universidade Federal do Ceará

<sup>c</sup>Graduando – Engenharia Metalúrgica - Universidade Federal do Ceará

<sup>d</sup>Doutor – Professor - Universidade Federal do Ceará

---

uma diminuição no Ir/Ia. A área de contato apresentou tendência contrária a da velocidade. A redução de Ir/Ia pode implicar em perda de sensibilidade na detecção da sensitização.

**Palavras-chave:** aços inoxidáveis austeníticos, sensitização, EPR-DL.

## Introdução

---

Aços inoxidáveis possuem alta aplicabilidade devido, principalmente, sua propriedade de alta resistência a corrosão. Entretanto, a corrosão pode ocorrer de maneira severa em seus contornos de grãos identificando a chamada corrosão intergranular (1-3). Este processo ocorre se o material permanecer a altas temperaturas, mesmo em tempos baixos. A corrosão se deve, principalmente, devido à precipitação de carbonetos de cromo o que causa o empobrecimento deste elemento em regiões adjacentes ao contorno. Os principais tipos de carbonetos que podem precipitar nos aços inoxidáveis austeníticos são: M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, MC, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> e M<sub>2</sub>C (4). Esta redução na quantidade de cromo da matriz torna o material susceptível à corrosão (5), a chamada sensitização (6).

A Norma ASTM A262 (7) define métodos de avaliação da sensitização de aços inoxidáveis austeníticos. São citados diferentes ensaios de imersão e práticas metalográficas. A prática A define o método de metalografia com ataque de ácido oxálico, a qual é comum dentre os pesquisadores deste tipo de corrosão. Esta norma também define microestruturas com diferentes graus de precipitação. Este grau pode variar entre “*Step*” (degraus entre os grãos, não há *ditches* entre eles), “*Dual*” (alguns *ditches* e alguns degraus entre os grãos) e “*Ditch*” (um ou mais grãos completamente circundados por precipitados).

Alternativas aos métodos da Norma ASTM A262 vêm sendo estudadas e apontam para variados métodos eletroquímicos (8). Estes métodos possuem a conveniência de serem mais rápidos e possuem maior flexibilidade e praticidade. Um método eletroquímico eficaz consiste na técnica de polarização eletroquímica de reativação potenciocinética de ciclo duplo, do inglês EPR-DL (9). Este ensaio é comumente realizado de forma destrutiva e laboratorial.

Portanto, o objetivo deste trabalho é analisar o grau de sensitização do aço inoxidável austenítico 304 através de EPR-DL em diversas áreas de contato e velocidades de varredura após diferentes tratamentos térmicos, empregando uma célula que permite a análise, de forma não destrutiva, de pequenas regiões de peças que podem sofrer sensitização tais como regiões soldadas (10-11), como mostra HERCULANO (12).

## Metodologia

---

As amostras de aço inoxidável austenítico 304 foram inicialmente submetidas a tratamentos térmicos de 400°C em 1 hora, 600°C em 100h e 700°C em 100h. Na Tabela 1 podem ser encontradas as codificações das amostras utilizadas neste trabalho. Estes tratamentos objetivaram a sensitização da amostra e posterior estudo de precipitados. Após o tratamento, as amostras foram embutidas a frio e lixadas com lixas d'água até a granulometria de 400 mesh para o ensaio de EPR - DL.

Tabela 1 - Codificações das amostras e metodologia utilizada.

Condição de Tratamento	Tratamento Térmico		Diâmetro de Contato (mm)	Velocidade de Varredura (mV/s)	Classificação
	Temperatura (°C)	Tempo (h)			
A	400	1	0,8	1,5	<i>STEP</i>
				3	
				6	
			1,5	1,5	
				3	
				6	
			2,0	1,5	
				3	
				6	
B	600	100	0,8	1,5	<i>DUAL</i>
				3	
				6	
			1,5	1,5	
				3	
				6	
			2,0	1,5	
				3	
				6	
C	700	100	0,8	1,5	<i>DITCH</i>
				3	
				6	
			1,5	1,5	
				3	
				6	
			2,0	1,5	
				3	
				6	

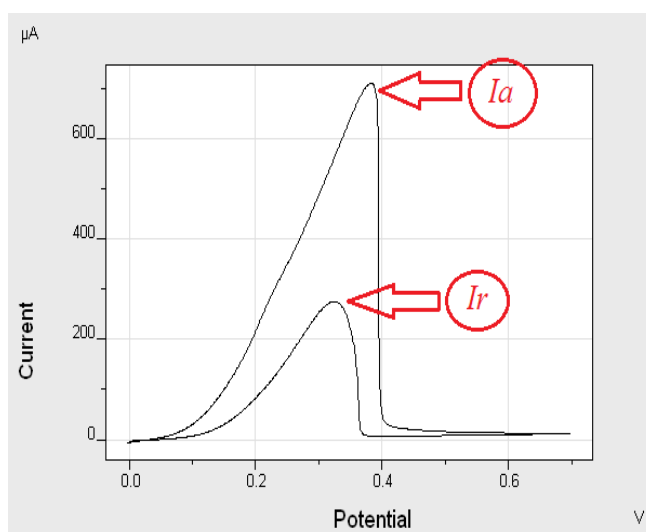
Os ensaios de EPR – DL foram realizados em uma célula eletroquímica portátil (Figura 1) desenvolvida pelo Laboratório de Engenharia de Soldagem (ENGESOLDA) da Universidade Federal do Ceará. Esta célula possibilita os estudos da sensitização em pequenas áreas. Para cada amostra, foram realizadas ensaios em áreas de contato com diâmetro de

0,8 mm, 1,5 mm e 2,0 mm com velocidades de varredura de 1,5 mV/s, 3 mV/s e 6 mV/s. Os ensaios foram feitos em triplicata.



**Figura 1.** Célula eletroquímica desenvolvida pelo ENGESOLDA.

Após a realização dos ensaios, foi analisada a relação entre a corrente máxima de reativação e a corrente máxima de ativação ( $I_r/I_a$ ), como mostra a Figura 2. Foram realizadas análises de variância com os dados de  $I_r/I_a$ . A análise de variância ou ANOVA é um teste de hipóteses de médias de duas ou mais populações. O objetivo deste teste é avaliar se as diferenças observadas entre as médias das amostras são estatisticamente significantes.



**Figura 2.** Detalhe do parâmetro  $I_r/I_a$ .

Para a validação dos ensaios, foram feitas análises microestruturais via microscopia óptica. Seguiu-se preparação metalográfica usual com lixamento com lixas d'água até 1200 mesh, polimento até 1µm e ataque com ácido oxálico 10%.

## Resultados e discussão

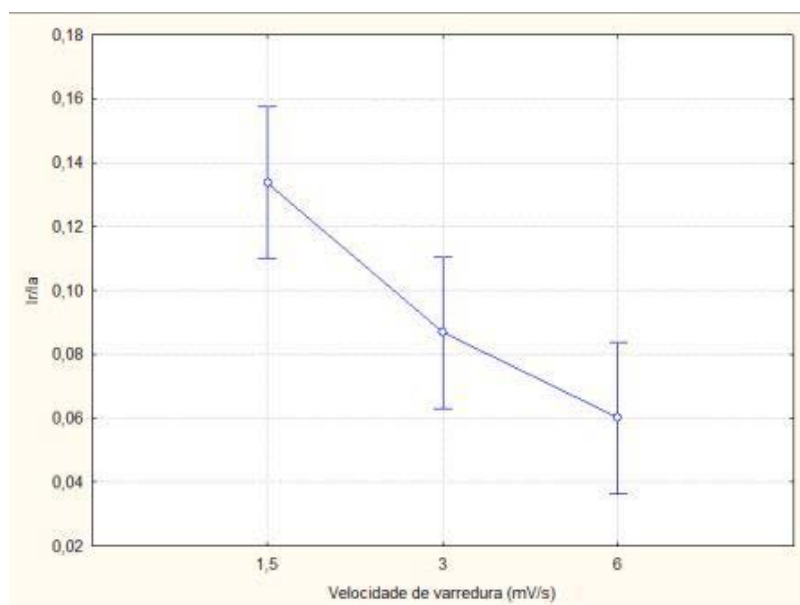
A análise de variância foi feita através de um fatorial completo. A Tabela 2 mostra os resultados desta análise. Este resultado para um nível de 95% de confiabilidade mostra que o

efeito do diâmetro, da velocidade de varredura e da condição de tratamento da amostra são significantes. As demais análises não se mostraram significantes.

**Tabela 2 - Resultado da análise de variância**

Efeitos	SS	Grau de liberdade	MS	F	p
Diâmetro	,028	2	,014	3,74	,030*
Velocidade de Varredura	,075	2	,038	10,00	,000*
Condição de Tratamento	,519	2	,259	69,00	,000*
Diâmetro*Velocidade	,008	4	,002	,52	,724
Diâmetro*Condição de Tratamento	,037	4	,009	2,46	,056
Velocidade* Condição de Tratamento	,052	4	,013	3,47	,014*
Diâmetro*Velocidade* Condição de Tratamento	,007	8	,001	,22	,986

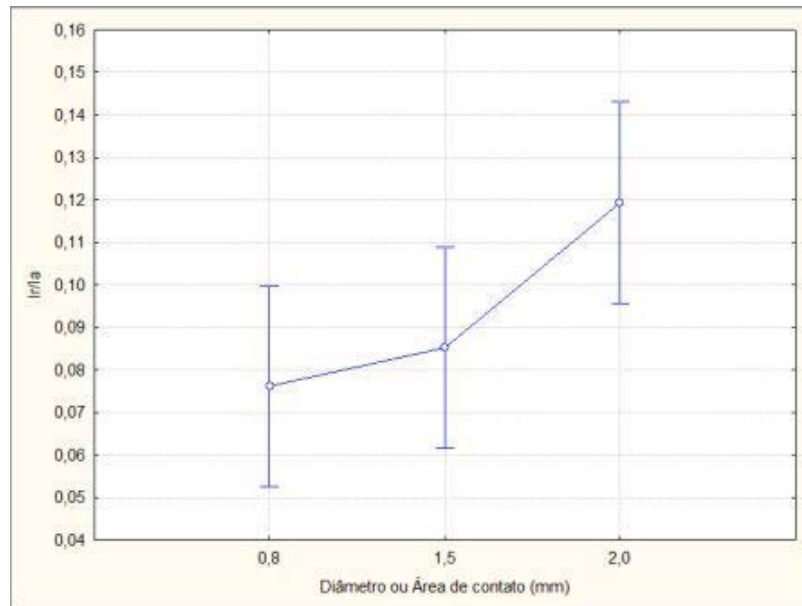
A Figura 3 mostra o efeito da velocidade de varredura no parâmetro analisado. Pode-se perceber que o aumento da velocidade de varredura diminui o Ir/Ia. Este efeito causa uma diminuição no tempo, o que gera um ensaio em campo mais rápido e vantajoso comparado a outras técnicas de campo, como a metalografia. Porém, pode causar uma perda da sensibilidade da técnica. Então, deve-se sempre comparar o mesmo material utilizando o mesmo diâmetro e a mesma velocidade utilizada.



**Figura 3.** Efeito da velocidade de varredura sobre Ir/Ia.

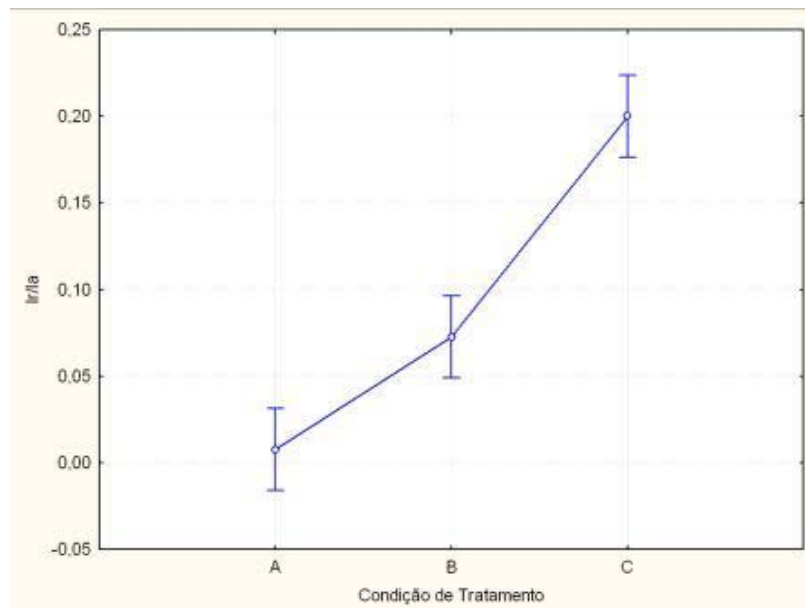
Na Figura 4 vê-se o efeito do diâmetro do bico da célula, ou área de contato, sobre Ir/ Ia. Nota-se que existe uma tendência do Ir/Ia aumentar quando aumentamos a área de contato. Esta tendência indica que para diferentes áreas de contato, os resultados de EPR-DL poderão apresentar diferentes resultados mesmo quando mantidos os materiais ensaiados e o nível de precipitação. Então, comparações de ensaios de EPR-DL feitas em amostras com áreas de

contato diferentes, terão erros embutidos em sua análise, já que a área mostrou influência no grau de sensibilização das amostras. Porém, na literatura, não foi encontrada norma ou artigo publicado mostrando essa diferença.



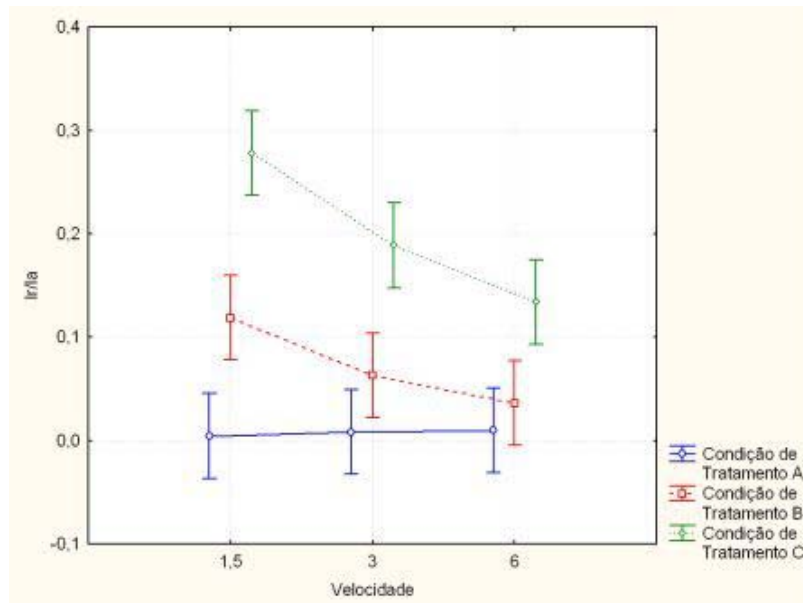
**Figura 4.** Efeito do diâmetro do bico da célula (área de contato) sobre Ir/Ia.

Como era esperado, diferentes condições de tratamento das amostras apresentaram diferenças significativas de Ir/Ia (Figura 5). A amostra “A” apresentou o menor Ir/Ia, o que já era esperado já que possui um comportamento STEP, ou seja, sem precipitação em seus contornos. A amostra “B” caracteriza-se por um comportamento DUAL e apresentou Ir/Ia intermediário entre as amostras. Já a amostra “C” que possui o grau de sensibilização mais severo, caracteriza-se como DITCH e possuiu o maior Ir/Ia.



**Figura 5.** Diferença das amostras sobre o parâmetro Ir/Ia.

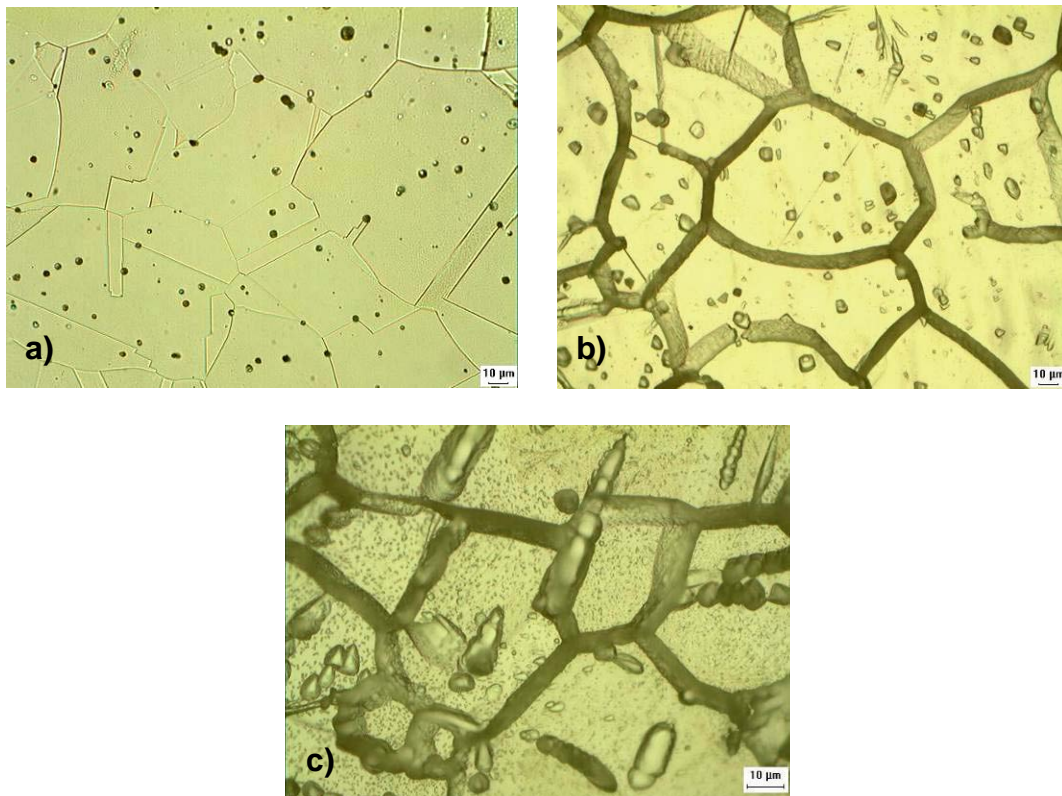
Na Figura 6 tem-se a influência da velocidade de varredura e do tratamento térmico sobre Ir/Ia. Como era esperado, não houve influência na amostra “A”, já que esta não apresentou precipitação em seus contornos. As amostras “B” e “C”, que apresentaram sensitização, obtiveram a mesma tendência de diminuição do Ir/Ia com o aumento da velocidade de varredura. Assim, podemos ter a diferenciação de amostras sensitizadas e não sensitizadas, bem como diferenças entre graus de sensitização para diferentes velocidades de varredura, mas com perda de sensibilidade da técnica EPR-DL com o aumento desta velocidade.



**Figura 6.** Influência do tratamento térmico e velocidade de varredura sobre Ir/Ia.

Na Figura 7, tem-se as microestruturas das amostras “A”, “B” e “C” captadas por microscopia ótica em aumento de 500x. Percebe-se a ausência de precipitados nos contornos da amostra “A”, definindo uma microestrutura “*STEP*”. A amostra “B” possui contornos com precipitados e contornos sem precipitados, definindo uma microestrutura “*DUAL*”. Por fim, a amostra “C”, a qual passou pelo tratamento térmico mais severo, possui contornos inteiramente circundados por precipitados, definindo uma microestrutura “*DITCH*”.





**Figura 7.** Microestruturas das amostras analisadas: a) Amostra A, b) Amostra B e c) Amostra C.

## Conclusões

- A análise de variância mostrou que tanto velocidade de varredura quanto a área de contato afetaram Ir/Ia.
- O aumento na velocidade de varredura diminui o parâmetro analisado (Ir/Ia) ocasionando uma perda no sinal de EPR-DL. Porém, ainda é possível distinguir os diferentes níveis de sensitização para uma mesma velocidade.
- A área de contato também se mostrou relevante. Os resultados mostraram que um aumento na área aumenta o Ir/Ia.

## Referências bibliográficas

- (1) SEDRICKS, A. J. **Corrosion of Stainless Steel**. 2<sup>a</sup>. ed. Nova York: Wiley Interscience Publications, 1996.
- (2) BAIN, E. C. . A. R. H. . R. J. B. **The Nature and Prevention of Intergranular Corrosion in Austenitic Stainless Steels**. [S.l.]: [s.n.], 1983.
- (3) GENTIL, C. **Corrosão**. 3<sup>a</sup>. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.
- (4) TEODORO, C. A. W. S. **Estudo da Sensitização de Aços Inoxidáveis e do Inconel 600 por meio de Método Eletroquímico**. Tese de Doutorado. ed. [S.l.]: EPUSP, 1995.
- (5) FOLKHARD, E. **Welding Metallurgy of Stainless Steels**. [S.l.]: Springer-Verlag, 1988.
- (6) BRIANT, C. L. . M. R. A. . H. E. L. **Sensitization os Austenitic Stainless Steels. Controlled Purity Alloys**. [S.l.]: [s.n.], 1982.



- 
- (7) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). 1988. **Standart practices for Detecting Suscebility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels, A262-86**. Philadelphia.
- (8) CLARKE, W. L. . R. V. M. . D. J. C. **Detection of Sensitization in Stainless Steel Using Electrochemical Techniques**. Springfield: NTIS, 1977.
- (9) WOLYNEC, S. **Técnicas Eletroquímicas em Corrosão**. São Paulo: Edusp, 2003.
- (10) LUZ, T. S. **Avaliação da Extensão Sensitizada na Soldagem de Aços Inoxidáveis Austeníticos**. [S.l.]: [s.n.], 2002.
- (11) LUNDIN, C. D. . L. C. H. M. R. . S. E. E. **Sensitization os Austenitic Stainless Steel, Effect of Welding Variables on HAZ Sensitization of AISI 304 and HAZ Behavior of BWR Alternative Alloys 316NG and 347**. [S.l.]: [s.n.], 1986.
- (12) HERCULANO, L. F. G. . L. N. P. . F. J. P. **Metodologia de Ensaio Eletroquímico Não Destrutivo para Avaliação da Sensitização em Aços Soldados**. [S.l.]: [s.n.], 2005.