

Copyright 2016, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2016, em Búzios/RJ no mês de maio de 2016.

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

Análise da Susceptibilidade à Corrosão Intergranular de Soldas FSW do Aço Inoxidável Ferrítico AISI 410S Pela Técnica de Reativação Potenciocinética Cíclica (EPR-DL)

Gerbson de Q. Caetano^a, Cleiton C. Silva^a, Marcelo F. Motta^a, Hélio C. Miranda^a,
Jesualdo P. Farias^a, Luciano A. Bergmann^b, Jorge F. dos Santos^b

Abstract

This study aimed to investigate the susceptibility of ferritic stainless steel to intergranular corrosion AISI 410S joining by FSW process by electrochemical polarization reactivation of double loop technique (DL-EPR). The electrochemical test was conducted by a portable electrochemical cell formed by a platinum counter electrode and a reference electrode composed of a silver wire immersed in KCl solution, using a working solution containing 0.1 M H₂SO₄ + 1000 ppm Na₂SO₄ + 0.4 KSCN and a scan rate of 3 mV s. The cell through a flexible and adhering nib was put in contact with the surface of the sample at 24 different points of analysis evaluating all the different welding zones from advancement side to retreating side. The presence of reactivations peaks and higher relations Ir/Ia on the advancement side of the welds were attributed the presence of precipitates with high levels of chromium. The sensitization in the AISI 410S steel was detected by electrochemical test in accordance with the intensity of undesirable phases, able to show the DL-EPR technique efficient to identify the loss of corrosion resistance in welding produced by the FSW process and analyzing the variation of different sensitization level according to the energy used by the process parameters

Keywords: Electrochemistry, FSW, ferritic, sensitization, Welding

Resumo

Este trabalho teve como objetivo, investigar a susceptibilidade a corrosão intergranular do aço inoxidável ferrítico AISI 410S soldado pelo processo FSW, através da técnica de reativação potenciocinética cíclica (EPR-DL). O ensaio eletroquímico foi realizado utilizando uma célula eletroquímica portátil formada por um contra eletrodo de platina e um eletrodo de referência, constituído de um fio de prata imerso em solução de KCl, fazendo o uso de uma solução de trabalho contendo 0,1M H₂SO₄ + 0,4 Na₂SO₄ + 1000 ppm KSCN e uma velocidade de varredura de 3 mV-s. A célula através de um bico flexível e aderente ao material foi colocada em contato com a superfície da amostra em 24 diferentes pontos de análise avaliando todas as diferentes zonas de soldagem do lado de avanço ao lado de recuo. A presença de picos de reativações e maiores relações Ir/Ia no lado de avanço das soldas foram atribuídas a presença de precipitados com altos teores de cromo. A sensitização no aço AISI 410S foi detectada pelo ensaio eletroquímico de acordo com a intensidade das fases indesejáveis formadas, sendo possível mostrar a técnica EPR-DL eficiente na identificação da perda de resistência à

^a Universidade Federal do Ceará, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Fortaleza, Brasil

^b Helmholtz-Zentrum Geesthacht, Solid State Joining Processes, Geesthacht, Schleswig-Holstein, Alemanha

corrosão em soldas produzidas pelo processo FSW e na análise da variação de diferentes níveis de sensitização de acordo com a energia empregada pelos parâmetros do processo.

Palavras-chave: Eletroquímica, FSW, Ferríticos, Sensitização, Soldagem.

Introdução

O Friction Stir Welding (FSW) é um processo de soldagem no estado sólido desenvolvido pelo The Welding Institute (TWI) na década de 90, sendo considerado um dos mais significativos desenvolvimentos na união de metais das últimas décadas. Neste processo uma ferramenta rotativa com pino não consumível é inserida na junta a ser soldada gerando calor e intensa deformação plástica. A combinação do movimento de rotação e translação da ferramenta resulta no deslocamento do material da parte dianteira para a parte traseira do pino, consolidando a soldagem por fricção. O processo FSW foi originalmente desenvolvido para materiais de baixo ponto de fusão, tais como Al, Mg e Cu, mas o significativo progresso no desenvolvimento de ferramentas para possibilitar a soldagem de materiais com alto ponto de fusão gerou uma série de investigações sobre o uso adequado dos parâmetros para desenvolver soldas FSW de diferentes tipos de aços com alta qualidade.

Entre os aços inoxidáveis, que são largamente utilizados nas mais diversas aplicações por distintos setores industriais, temos os aços inoxidáveis ferríticos que fornecem aproximadamente a mesma resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos e tem como grande vantagem a ausência de níquel em sua composição, visto que o níquel é um dos elementos de liga mais caros, o que diminui consideravelmente os custos. Entretanto, estes aços quando soldados pelos processos de soldagem por fusão são submetidos a temperaturas elevadas o suficiente para provocarem a formação de fases indesejáveis e a sensitização do material comprometendo a sua resistência a corrosão.

Entretanto, este problema pode ser solucionado com a aplicação e o aprimoramento do processo FSW para os aços inoxidáveis ferríticos, pois estudos mostram uma menor transferência de calor à peça quando comparado com técnicas de soldagem por fusão convencional. Essas menores temperaturas geram velocidades de resfriamento mais rápidas diminuindo a extensão da zona afetada pelo calor e evitando que estes aços sejam submetidos a temperaturas sensitizantes e a formação de fases indesejáveis. Assim, este trabalho busca avaliar a interferência dos parâmetros do processo FSW na geração de calor, em soldas produzidas com o aço inoxidável ferrítico AISI 410S, e suas implicações no processo de sensitização.

Metodologia

As soldas foram realizadas utilizando-se chapas de 4 milímetros do aço inoxidável ferrítico AISI 410S. A composição química do material foi obtida por espectroscopia de raios X (EDS) e é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1- Composição química do material (% em peso).

Material	Elementos											
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Co	N	Fe
410S	0,025	0,37	0,30	0,023	<0,010	12,8	0,21	0,01 4	0,21	0,02 2	0,033	Bal.

A soldagem pelo processo *Friction Stir Welding* (FSW) do material em estudo foi realizada no Helmholtz-Zentrum Geesthacht na Alemanha, devido ao estabelecimento de um trabalho de cooperação com a Universidade Federal do Ceará. Todas as soldagens foram realizadas utilizando o HZG *Gantry System*, o qual pode ser visto na Figura 1. Ao equipamento foi acoplado um sistema de injeção de gás inerte (Ar) para a proteção do material durante o processo, visto que para temperaturas acima de 535°C este aço inoxidável tende a reagir com o oxigênio ou outros elementos presentes na atmosfera. Possui também um sistema integrado de monitoramento da profundidade de penetração e posição da ferramenta, velocidade de rotação, torque, força axial e tempo de soldagem.



Figura 1 - Equipamento utilizado para a soldagem FSW

Para as soldas foram usadas juntas de topo como mostra a Figura 2 e a ferramenta utilizada é à base de nitreto cúbico de boro policristalino (PCBN) e possui um diâmetro cônico de 36,8 mm com um pino cônico com diâmetro de 9,2 mm e comprimento de 3,7 mm. O pino possui uma superfície plana com a presença de reentrâncias negativas e na forma de espiral com relação ao eixo de simetria da ferramenta como pode ser observado na Figura 3.

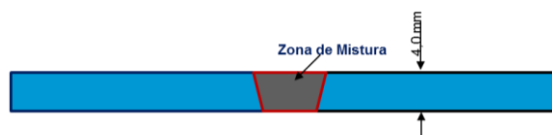


Figura 2 - (a) Configuração das juntas do aço AISI 410S.



Figura 3 - Ferramenta a base de PCBN utilizada no trabalho.

Para avaliação da interferência dos parâmetros do processo na geração de calor foram realizadas duas soldas FSW, mantendo a velocidade de rotação em 450 rpm e 800 rpm com forças axiais de 22 kN e 20 kN, respectivamente. Para ambas as soldas o ângulo de inclinação da ferramenta foi mantido em 0° e a velocidade de soldagem em 1mm/s.

Tabela 2 - Parâmetros de soldagem AISI 410S

Condição	Vel. de Rotação (rpm)	Força (kN)
1	800	22
2	450	20

Esses parâmetros foram relacionados com a energia do processo e o cálculo do aporte térmico gerado durante a soldagem por FSW foi feito segundo os estudos de Deqing (1) podendo ser calculado pela equação abaixo.

$$E = \pi \cdot \mu \cdot P_s \cdot VR \cdot \frac{D^2 + D \cdot d + d^2}{45 \cdot (D + d)}$$

Onde:

E – aporte térmico [J/m]

μ – coeficiente de atrito

P_s – pressão no suporte [Pa]

VR – velocidade de rotação [rad/s]

D – diâmetro do ombro [m]

d – diâmetro do pino [m]

As etapas metalográficas incluindo o ataque químico para os diferentes aços inoxidáveis foram realizados de acordo com norma ASTM E3-01 (Tabela 3). Posteriormente a análise por microscopia ótica (MO) foi empregada utilizando um microscópio ótico Carl Zeiss integrado ao software AxioVision SE64. E para uma investigação mais detalhada dos possíveis precipitados e fases deletérias formadas foi feita análise por microscopia eletrônica de varredura com um FEI Quanta 250.

Tabela 3 - Etapas Metalográficas.

Corte	As soldas foram inicialmente cortadas por meio de um disco abrasivo diamantado em uma cortadeira Struers Discotom-6
Lixamento/Polimento	Para o lixamento foram usadas lixas d'água com granulometria entre 320 e 2500 e o polimento em uma politriz universal Buehler Phoenix 4000 por 15 minutos em uma solução abrasiva de sílica coloidal OPS, a uma velocidade de rotação de 150 RPM e pressão de 10 lbf.
Ataque Químico (Aço Ferrítico AISI 410S)	Inoxidável Reagente Behara aquecido a 60° C, sendo composto por 23 ml de HCL, 77 ml de água destilada e 0,35 g de matabissulfito de potássio com 10 s de imersão.

O ensaio eletroquímico EPR-DL das soldas produzidas por FSW foram realizadas utilizando uma célula eletroquímica portátil conforme mostra a Figura 4. Esta célula é formada por um contra eletrodo de platina e um eletrodo de referência, constituído de um fio de prata imerso em solução de KCl, fazendo o uso de uma solução de trabalho contendo 0,1 mol/l H_2SO_4 + 0,4 mol/l Na_2SO_4 + 1000 mg/l KSCN. A célula através de um bico flexível e aderente ao material foi colocada em contato com a superfície da amostra em 24 diferentes pontos de análise avaliando todas as diferentes zonas de soldagem do lado de avanço ao lado de recuo das soldas produzidas. A curva corrente versus potencial foi adquirida com o software PalmSensPc carregado com parâmetros seguindo o potencial de estabilização do potenciostato e utilizando uma velocidade de varredura constante de 3 mV-s.

**Figura 4 - Ensaio ERP-DL em soldas FSW.**

Resultados e discussão

Os parâmetros do processo estão diretamente relacionados com o aporte térmico. Estes parâmetros determinam uma energia de processo equivalente e não exatamente a energia produzida durante o processo, em função das perdas envolvidas, sendo as principais por condução e convecção na região da solda. A velocidade de rotação é o parâmetro relacionado

à força de atrito e fricção na interface entre o material e a ferramenta, e está intimamente ligada à geração de calor durante o processo de soldagem, pois o acoplamento friccional da superfície da ferramenta com a junta governa o mecanismo de aquecimento e a rotação da ferramenta resulta na agitação e mistura do material ao redor do pino. Quanto maior a velocidade de rotação, maior será a temperatura atingida no processo, devido ao aumento do aquecimento por atrito (2). Entre as soldas FSW produzidas com o aço inoxidável ferrítico AISI 410S é possível observar a forte influência da velocidade de rotação na geração de calor, pois a diminuição da velocidade de rotação de 800 rpm para 450 rpm gerou uma queda de aporte térmico em torno de 400 J/mm como pode ser observado na Figura 5.

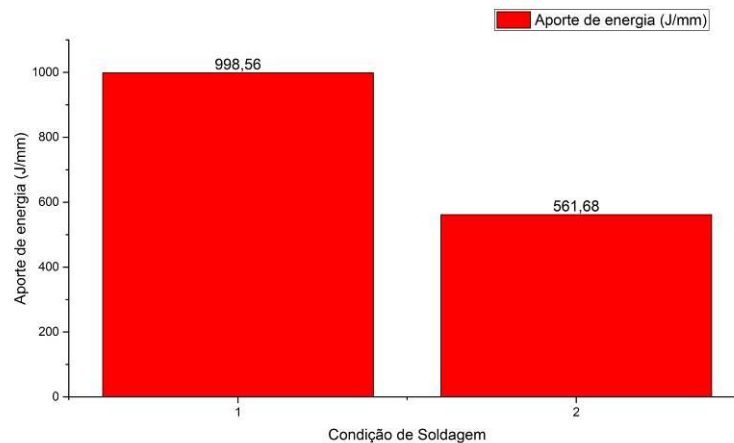


Figura 5 - Aporte térmico equivalente calculado para as diferentes condições de soldagem aplicadas ao aço AISI 410S pelo processo FSW.

A análise da susceptibilidade à corrosão intergranular, das soldas FSW produzidas com o aço inoxidável ferrítico AISI 410S, mostraram picos de reativação nos gráficos de corrente versus tensão obtidos pela técnica eletroquímica de reativação potenciocinética cíclica (EPR-DL) tanto para a Condição 1, soldada, com uma velocidade de rotação de 800 rpm, como para a Condição 2, soldada com uma velocidade de rotação de 450 rpm. Na análise da relação (I_r/I_a) para a Condição 1 mostrada na Figura 6, é possível perceber que as maiores reativações ocorreram na zona de mistura e à medida que se aproxima do lado de avanço (Figura 7), cujos estudos mostram a maior ocorrência de geração de calor, sendo esta relação entre os picos de reativação e ativação mais crítica para a linha superior com valores próximos a 0,22.

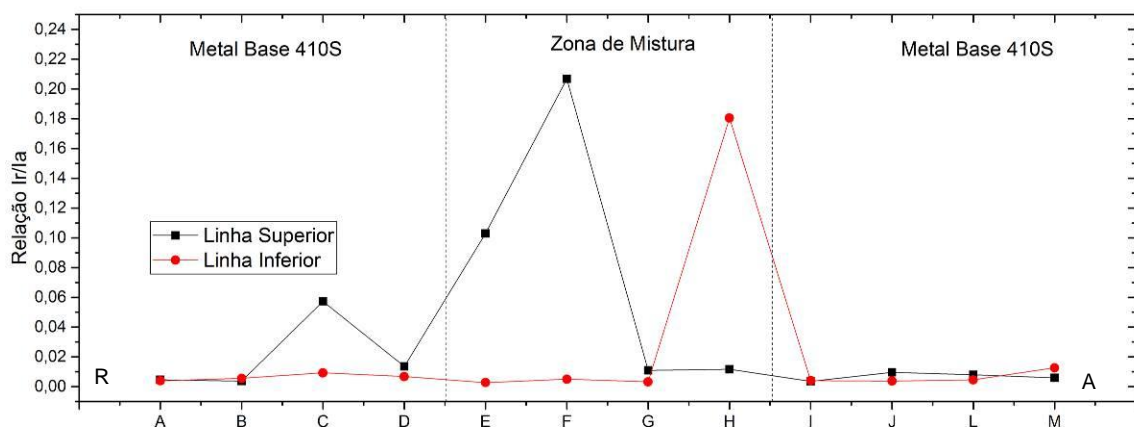


Figura 6 - Relação Ir/Ia para a Condição 1 do aço AISI 410S.

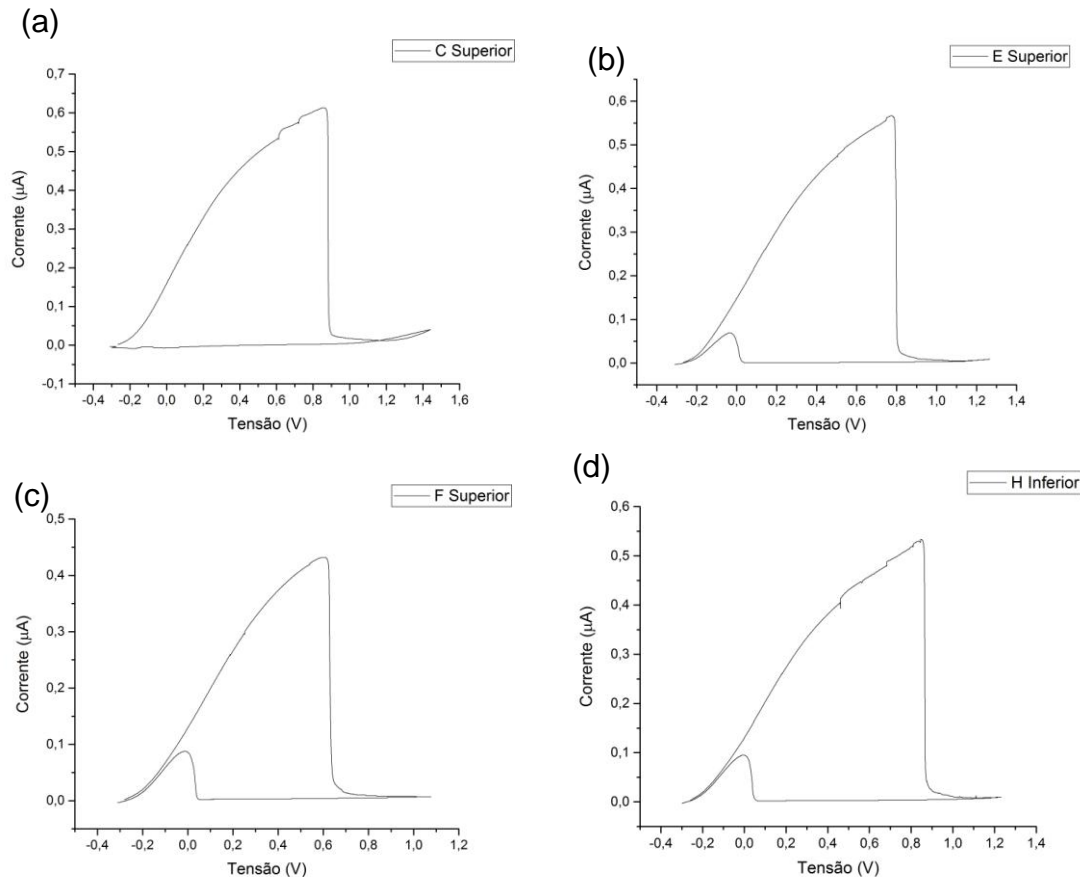


Figura 7 - Gráficos de Tensão versus Corrente obtidos nos ensaio EPR-DL para Condição 1 do aço AISI 410S (a) B Superior (b) D Inferior (c) E Inferior 9 (d) F Inferior.

Através da análise por microscopia eletrônica de varredura da Condição 1, na região correspondente aos pontos F e H, apresentados na Figura 7 e localizados na zona de mistura em uma região mais próxima do lado de avanço, foram observados finos precipitados nos contornos de grãos além da formação de possíveis fases deletérias como mostra a Figura 8. A análise feita por EDS detectou altos teores de cromo nesses precipitados com valores em torno de 21% de cromo (Figura 9). Valores estes, bastante superiores aos 12,8% de cromo presentes no metal base. Portanto, acredita-se que ocorra a formação de uma zona empobrecida de cromo nas regiões próximas a esses precipitados e consequentemente mais suscetíveis a corrosão intergranular.

LAKSHMINARAYANAN, em seu trabalho analisando a susceptibilidade a corrosão intergranular do aço inoxidável ferrítico AISI 409M, pela técnica EPR-DL atribuiu a sensitização, em condições com elevado aporte térmico, à precipitação de carbonetos de cromo $Cr_{23}C_6$ nos contornos de grão da ferrita (3). Entretanto para detectar estes precipitados utilizou o auxílio de microscopia eletrônica de transmissão.

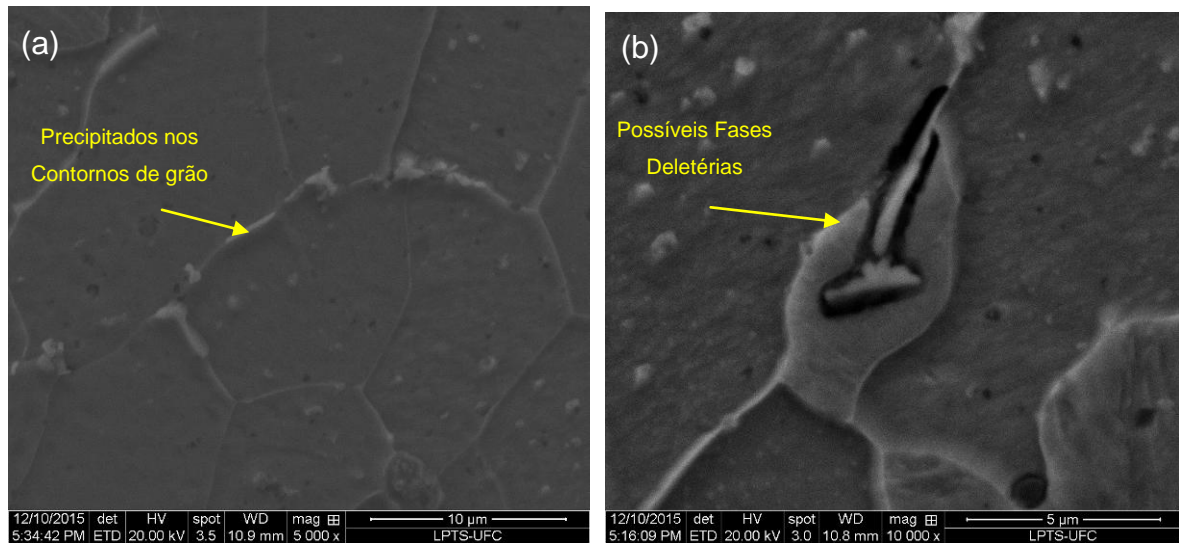


Figura 8 - Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura da Condição 1 do aço AISI 410S (a) Precipitação de carbonetos (Aumento 5000x). (b) Provável formação de fases deletérias (Aumento 10000x).

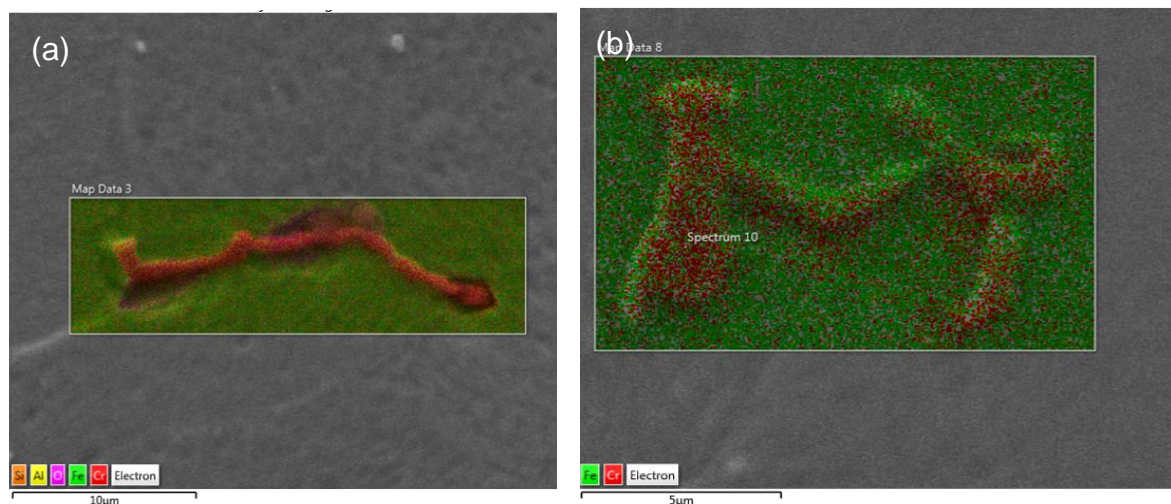


Figura 9 - Análise realizada por EDS (*energy dispersive x-ray detector*) apresentando precipitados com (a) 16,44 Wt% de cromo (b) 21,06 %Wt de cromo.

Devido à redução do aporte térmico em torno de 400 J/mm, e a consequente redução das temperaturas envolvidas no processo para a Condição 2, uma considerável redução nos valores de (Ir/Ia) em relação a Condição 1 pode ser observado na Figura 10. Entretanto, foram encontrados picos de reativação nos gráficos obtidos pela técnica (EPR-DL) tanto na zona de mistura como no lado de avanço (Figura 11), sendo essas reativações mais críticas na linha superior como também foi observado na Condição 1.

Na análise da resistência a sensitização do aço inoxidável ferrítico AISI 409M, realizado por LAKSHMINARAYANAN (4) observa-se que apesar deste material apresentar uma melhor resistência a corrosão intergranular quando soldado pelo processo FSW, em comparação ao

processo TIG, as soldas produzidas ainda sofrem com a sensitização em regiões submetidas a temperaturas mais elevadas. Assim como foi observado nas soldas FSW produzidas neste estudo para o aço inoxidável ferrítico AISI 410S.

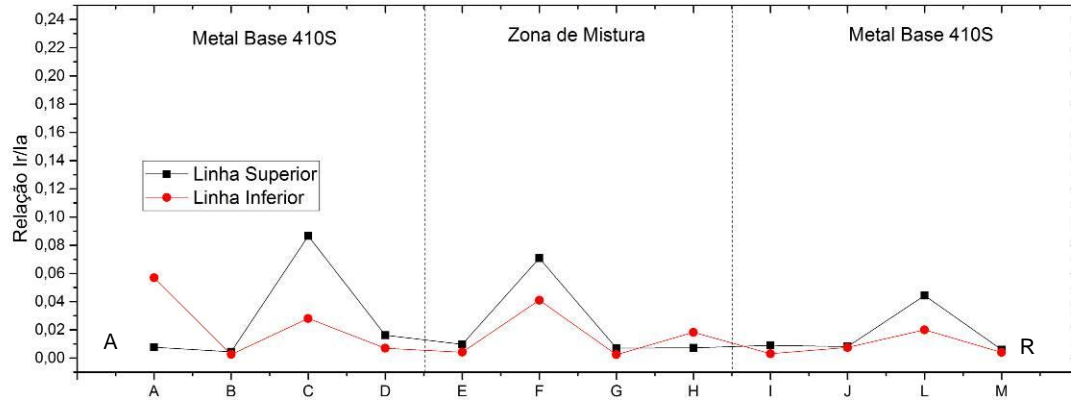


Figura 10 - Relação I_r/I_a para a Condição 2 do aço AISI 410S.

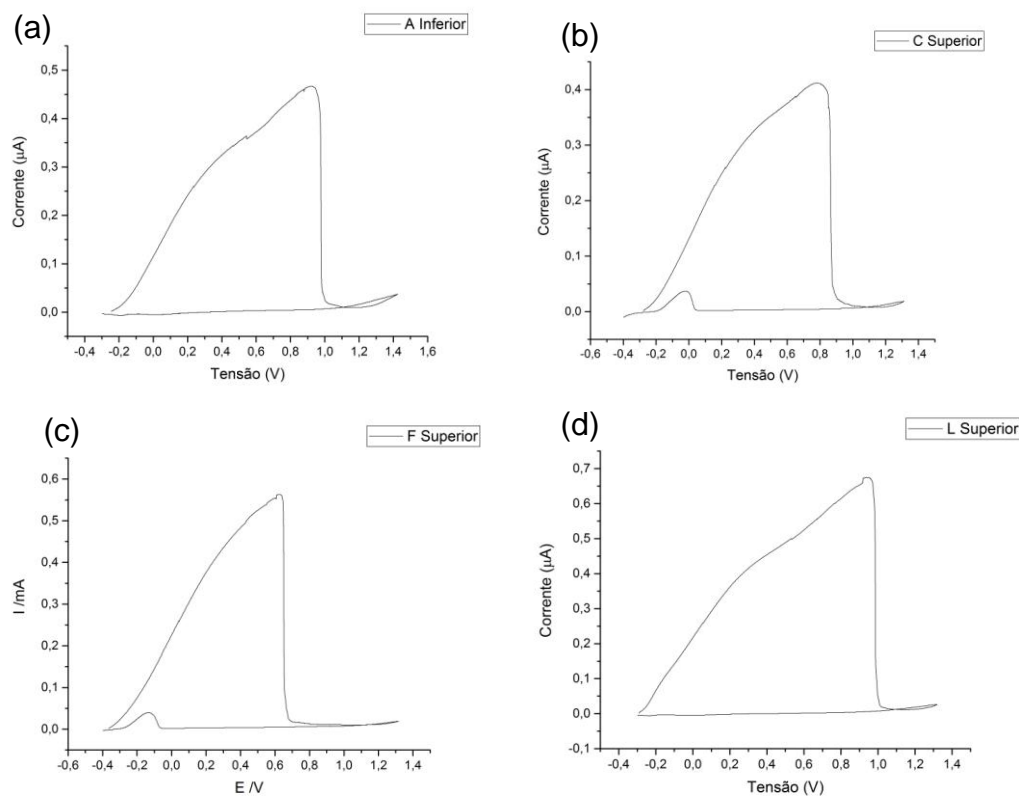


Figura 11 - Gráficos de Tensão versus Corrente obtidos nos ensaios EPR-DL para a Condição 1 do aço AISI 410S (a) A Inferior (b) C Superior (c) F Superior (d) S Superior.

Conclusões

Baseado nos resultados experimentais referentes à análise dos parâmetros do processo FSW e suas implicações na resistência à corrosão intergranular do aço inoxidável ferrítico AISI 410S foi possível concluir que:

- Por meio do cálculo do aporte térmico das soldas FSW produzidas é possível comprovar que a velocidade de rotação é o parâmetro mais influente na geração de calor.
- Em ambas as condições foram observados picos de reativações nos gráficos de corrente versus potencial da técnica EPR-DL, entretanto as maiores relações de Ir/Ia foram observadas na zona de mistura da condição 1, soldada com maior velocidade de rotação e consequente maior aporte térmico.
- A análise por microscopia eletrônica de varredura detectou a precipitação de carbonetos de cromo e possíveis fases deletérias nas regiões, as quais foram observadas as maiores relações de Ir/Ia.
- A análise feita por EDS detectou altos teores de cromo nesses precipitados com valores em torno de 21% de cromo. Valores estes, bastante superiores aos 12,8% de cromo presentes no metal base, caracterizando assim o fenômeno de sensitização.

Referências bibliográficas

1. Deqing W, Shuhua L, Zhaoxia C. Study of friction stir welding of aluminum. *Journal of materials science*. 2004;39(5):1689–93.
2. Mishra RS, Ma ZY. Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 31 de agosto de 2005;50(1–2):1–78.
3. Lakshminarayanan AK, Balasubramanian V. Use of DL-EPR Test to Assess Sensitization Resistance of AISI 409M Grade Ferritic Stainless Steel Joints. *Journal of materials engineering and performance*. 2013;22(8):2293–303.
4. Lakshminarayanan AK, Balasubramanian V. Assessment of sensitization resistance of AISI 409M grade ferritic stainless steel joints using Modified Strauss test. *Materials & Design*. 2012;39:175–85.