

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

VITOR FRIGINI COMETTI

**EFEITO NA VARIAÇÃO DE FREQUÊNCIA DE SOLDAGEM POR TIG
PULSADO NO GRAU DE SENSITIZAÇÃO NO AÇO AUSTENÍTICO
AISI 316L**

**VITÓRIA
2012**

VITOR FRIGINI COMETTI

**EFEITO NA VARIAÇÃO DE FREQUÊNCIA DE SOLDAGEM POR TIG
PULSADO NO GRAU DE SENSITIZAÇÃO NO AÇO AUSTENÍTICO
AISI 316L**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Departamento de
Engenharia Mecânica do Centro
Tecnológico da Universidade Federal do
Espírito Santo, como requisito parcial para
obtenção do grau de Engenheiro
Mecânico.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Camargo
Severo de Macêdo.

COMETTI, Vitor Frigini.

Efeito da soldagem por tig pulsado em diferentes frequências no aço austenítico AISI 316L / Vitor Frigini Cometti. – 2012.

[Quantidade de páginas] 45f.

Orientador: Marcelo Camargo Severo de Macêdo

Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Sensitização. 2. Corrosão intergranular. 3. DL-EPR. I. Universidade Federal do Espírito Santo. Departamento de Engenharia Mecânica. Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais. II. Título.

VITOR FRIGINI COMETTI

**EFEITO NA VARIAÇÃO DE FREQUÊNCIA DE SOLDAGEM POR TIG
PULSADO NO GRAU DE SENSITIZAÇÃO NO AÇO AUSTENÍTICO
AISI 316L**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Engenheiro Mecânico.

Aprovado em _____ de julho de 2012.

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Eng. Pablo Altoé Amorim
Universidade Federal do Espírito Santo

Eng. Davi Pereira Garcia
Universidade Federal do Espírito Santo

Primeiramente à Deus, por me conceder força, sabedoria, inteligência e discernimento, os quais foram essenciais para a minha vitória diante dos obstáculos nestes anos vivenciados na universidade.

À família e amigos por todo o apoio e compreensão nos momentos difíceis.

AGRADECIMENTOS

À Deus por ter me dado forças para superar as dificuldades e para que eu pudesse conquistar mais esta vitória.

Aos meus pais, Aloyr e Cláudia, pela compreensão nos momentos difíceis e por todo o investimento financeiro. Agradeço especialmente ao meu pai pelo apoio dado na elaboração deste trabalho.

À minha namorada Marina com quem eu pude compartilhar minhas vitórias e derrotas durante estes anos e por ter me dado apoio na elaboração deste trabalho.

Ao professor Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo pela paciência, ajuda e orientação que foram fundamentais para o sucesso deste trabalho.

Aos técnicos do laboratório de Tecnologia Mecânica, Jorcey Monteiro Baccon, Olimpio Luiz Félix Passos e Roger Dalvi Caiado, pelo atendimento às minhas necessidades referentes à usinagem das amostras.

Ao Mestrando Felipe de Oliveira Palácio, pelo apoio, incentivo e conhecimentos repassados que foram de grande ajuda para elaboração deste trabalho.

A Tiengo da Vale pelo apoio na usinagem das amostras utilizadas.

Ao meu amigo de graduação Mateus Faria que me transmitiu seus conhecimentos para elaboração do meu projeto de graduação.

Ao meu amigo de graduação Leandro Falqueto Entringer, pelo apoio.

Aos monitores do laboratório de tricomate, pela ajuda.

Ao mestrando Plabo Altoé Amorim pelo auxílio na elaboração dos testes.

RESUMO

A precipitação dos carbonetos de cromo nos contornos de grão e consequentemente o empobrecimento do cromo nas regiões vizinhas sujeita os aços inoxidáveis austeníticos à corrosão intergranular, que é bastante prejudicial aos mesmos. Tal fenômeno é conhecido como sensitização, e ocorre quando o material sofre algum tipo de tratamento térmico, aquecimento ou soldagem, numa temperatura acima de 400 graus Celsius. Neste trabalho será abordado uma revisão bibliográfica dos temas mais pertinentes, materiais e métodos, resultados e discussão e conclusão. Este trabalho tem por objetivo avaliar o efeito na variação de frequência de soldagem por TIG pulsado no grau de sensitização no aço austenítico AISI 316L através do método de reativação eletroquímica potenciodinâmica na versão ciclo duplo - DL-EPR (double loop eletrochemical potenciokinetic ractivation method). Pode-se observar pelos resultados que nenhuma das séries estudadas apresentou grau de sensitização.

Palavras-Chave: Aço inoxidável austenítico. Sensitização. Corrosão intergranular. AISI 316L. DL-EPR.

ABSTRACT

The precipitation of chromium carbides at grain boundaries and consequently the depletion of chromium in the neighboring regions subject to the austenitic stainless steels to intergranular corrosion, which is very harmful to them. This phenomenon is known as sensitization, and occurs when the material undergoes some kind of heat treatment, heating or welding, at a temperature above 400 degrees Celsius. This paper will address a review of the issues most relevant, material and methods, results and discussion and conclusion. This study aims to evaluate the effect of variation in the frequency of pulsed TIG welding in the degree of sensitization in austenitic steel AISI 316L by the method of electrochemical potentiodynamic reactivation double loop version - DL-EPR (double loop eletrochemical potenciokinetic ractivation method). It can be observed that none of the results presented series studied degree of sensitization.

Keywords: Austenitic stainless steel. Sensitization. Intergranular corrosion. AISI 316L. DL-EPR.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - PRECIPITAÇÃO DE CARBONETOS NOS CONTORNOS DE GRÃO.....	18
FIGURA 2 - ESQUEMA DA CURVA DE POLARIZAÇÃO DO ENSAIO DL-EPR EM UM MATERIAL SENSITIZADO.....	24
FIGURA 3 - POTENCIOSTATO PGSTAT 302N AUTOLAB.....	28
FIGURA 4 - POTENCIOSTATO PGSTAT 302N AUTOLAB, CÉLULA E COMPUTADOR.....	29
FIGURA 5 - CÉLULA UTILIZADA NO ENSAIO.....	29
FIGURA 6 - DESENHO ESQUEMÁTICO ENFATIZANDO O ENSAIO ELETROQUÍMICO	30
FONTE: ZANETIC E FALLEIROS, 2001	30
FIGURA 7 - AMOSTRA COMO RECEBIDO	32
FIGURA 8 - AMOSTRA SERIE A1, TESTE 1.	33
FIGURA 9 - AMOSTRA SERIE A1, TESTE 2.	34
FIGURA 10 - AMOSTRA SERIE D2, TESTE 1.	35
FIGURA 11 - AMOSTRA SERIE D2, TESTE 2.	35
FIGURA 12 - AMOSTRA SERIE D3, TESTE 1.	36
FIGURA 13 - AMOSTRA SERIE D3, TESTE 2.	36
FIGURA 14 - AMOSTRA SERIE D5, TESTE 1.	37
FIGURA 15 - AMOSTRA SERIE D5, TESTE 2.	37
FIGURA 17: MICROGRAFIA ÓTICA DA AMOSTRA D2, FOCANDO A ZF.....	39
FIGURA 19: MICROGRAFIA ÓTICA DA AMOSTRA D5, COMPARAÇÃO ZF E ZTA.....	40
FIGURA 20: MICROGRAFIA ÓTICA DA AMOSTRA D5, FOCANDO ZF.....	41

LISTA DE TABELAS

TABELA 3.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO MATERIAL COMO RECEBIDO (% EM MASSA)	25
TABELA 3.2 – PARÂMETROS UTILIZADOS NO PROCESSO DE SOLDAGEM.	26

LISTA DE ABREVEATURAS

AISI – “*American Iron and Steel Institute*”

CFC – Cubica de Face Centrada

DL-EPR – “*Duble Loop Electrochemical Potenteciodynamic Reactivation*”

EPR – “*Electrochemical Potenteciodynamic Reactivation*”

GDS – Grau de Sensitização

GTAW – “*Gas Tungsten Arc Welding*”

PCGTAW – “Pulsed Current Gas Tungsten Arc Welding

SL-EPR – *Simple Loop Electrochemical Potenteciodynamic Reactivation*”

TRICORRMAT – Tribologia, Corrosão e Materiais

UFES – Universidade Federal do Espírito Santo

ZTA – Zona Termicamente Afetada

ZF – Zona Fundida

LABTECMEC – Laboratório de Tecnologia Mecânica

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1	AÇOS INOXIDÁVEIS.....	16
2.1.1	Aço Inoxidável Austenítico	17
2.2	CORROSÃO	19
2.2.1	Corrosão Intergranular	20
2.3	TÉCNICAS PARA AVALIAR A CORROSÃO INTERGRANULAR.....	21
2.3.1	Técnicas eletroquímicas	22
2.3.2	Técnica de reativação eletroquímica potenciodinâmica (EPR).....	22
2.3.3	DL-EPR	23
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	25
3.1	MATERIAL.....	25
3.2	SOLDAGEM.....	25
3.2.1	Parâmetros de Soldagem	26
3.3	PREPARAÇÃO DA AMOSTRA.....	27
3.4	LEVANTAMENTO DAS CURVAS DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICAS PELO MÉTODO DUPLO CICLO EPR (DL-EPR)	27
3.5	AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL	31
3.5.1	Microscopia Óptica	31
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
4.1	ENSAIOS DE CORROSÃO PELO MÉTODO DL-EPR	32
4.1.1	Material como Recebido	32
4.1.2	Amostra serie A	33
4.1.3	Amostra serie D	34
4.2	MICROSCOPIA ÓTICA	38
4.2.1	Serie D2.....	38
4.2.2	Serie D3.....	39
4.2.3	Série D5.....	40
5	CONCLUSÕES	42
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	43
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	44

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos são de extrema importância nos dias atuais, pois são amplamente utilizados em equipamentos para processos químicos, na indústria farmacêutica, indústria de alimentos, têxtil, petróleo, celulose, em componentes expostos a condições ambientais adversas e em baixas temperaturas. (JUNIOR, 2002).

Os aços inoxidáveis estão susceptíveis a corrosão localizada, como: corrosão por pites, a corrosão sob tensão e a corrosão intergranular. A sensitização dos aços inoxidáveis geralmente é a causa desse tipo de corrosão, que está ligada a um processo de soldagem, ciclo térmico ou tratamento térmico. (PALACIO, 2011).

Segundo Ferreira (2008) o aço inoxidável austenítico AISI 316 é utilizado nas indústrias do petróleo e gás, aeronáutica, de criogenia e farmacêutica por possuir elevada resistência à corrosão, excelentes propriedades mecânicas e boa soldabilidade. No entanto, as aplicações desse tipo de material por vezes requerem procedimentos de soldagem ou algum tipo de tratamento térmico e por consequência a resistência à corrosão desses materiais é influenciada pelos parâmetros utilizados na soldagem, o que pode ocasionar a precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grão. (FERREIRA, 2008).

Para tais aplicações o aço austenítico 316L é um dos destaques, pois possui um teor reduzido de carbono, e esse teor reduzido de carbono minimiza o efeito da sensitização nos aços austeníticos. A sensitização é a precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grãos quando exposto a temperaturas entre 425 e 870 graus Celsius. Este aço possui, ainda, uma adição de molibdênio de 2 a 3% em peso, percentual suficiente para aumentar a resistência à corrosão por “pites” em soluções a base de cloro, fosforo, ácido acético e sulfúrico. (JUNIOR, 2002).

Os ensaios de corrosão podem ser de imersão ou eletroquímicos. Entretanto, tem-se optado pela utilização dos métodos eletroquímicos devido principalmente pela sua rapidez, por não serem destrutivos e por ser um ensaio que pode ser utilizado no campo. Por outro lado, os ensaios de imersão apresentam inconvenientes e dúvidas quanto à sua validade. (ZANETIC E FALEIROS, 2001).

O método eletroquímico foi denominado de reativação eletroquímica potenciodinâmica (EPR) que pode ser o de Single Loop (ciclo simples) ou Double Loop (ciclo duplo). (ZANETIC E FALEIROS, 2001).

Este trabalho tem por objetivo avaliar o efeito da soldagem por GTAW (Gas Tungsten Arc Weld) pulsado em diferentes frequências no aço inoxidável austenítico AISI 316L através do DL – EPR (double loop electrochemical potentiokinetic reactivation method).

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

A falta de resistência a corrosão e oxidação a altas temperaturas dos aços carbono convencionais levou ao desenvolvimento de ligas mais resistentes a ambientes agressivos, tais como os aços inoxidáveis. O desenvolvimento histórico destes aços corresponde ao período no qual metalurgistas da França, Alemanha, Inglaterra e mais tarde dos Estados Unidos começaram a publicar seus estudos sobre as ligas de ferro com baixo carbono contendo cromo (STAINLESS STEEL, 1994, citado por Giraldo, 2006).

Aços inoxidáveis são ligas a base de ferro que contêm um mínimo de aproximadamente 11% de cromo. Essa característica de resistência a corrosão é devido a formação do óxido de cromo (Cr_2O_3) pelo relativo elevado teor de cromo em sua composição química. Essa película de óxido é aderente, invisível e se forma com facilidade na presença de oxigênio e água. Outros elementos são adicionados para melhorar as características particulares incluindo níquel, molibdênio, cobre, titânio, alumínio, silício, nióbio, nitrogênio, enxofre, e selênio. O carbono normalmente está presente em variadas quantidades de menos que 0,03% até 1,0% em certas classes martensíticas (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1996; CALLISTER, 2000, citado por BARBOSA, 2006).

Os aços inoxidáveis são classificados como: ferríticos, austeníticos, martensíticos, duplex, e endurecidos por precipitação.

Atualmente os aços inoxidáveis são utilizados principalmente na fabricação de equipamentos para a indústria química, indústria de transformação de alimentos, aplicações de saúde e saneamento e na indústria de petróleo (GARCIA, 2011).

2.1.1 Aço Inoxidável Austenítico

Segundo Ferreira (2008), os aços inoxidáveis austeníticos são ligas de Fe-Cr-Ni que apresentam estrutura cúbica de faces centrada (CFC) a temperatura ambiente.

Por ter a estrutura austenítica (CFC) é estabilizada à temperatura ambiente pela adição de níquel e/ou outros estabilizadores desta estrutura, como manganês e nitrogênio, por exemplo. Os austeníticos são especialmente aplicados em situações criogênicas (por não sofrerem transição dúctil-frágil) e também em situações de temperatura elevada, em função da resistência ao amolecimento e resistência à deformação a quente. (SILVA e MEI, 2006, citado por PALACIO, 2011).

Segundo Ferreira (2008), essa classe de aços possui um teor mínimo de 16% de cromo, 8% de níquel e uma variação na porcentagem de carbono compreendida entre 0,02% a 0,15%. Os aços inoxidáveis austeníticos não podem ser endurecidos por tratamento térmico, mas sua resistência à tração e dureza pode ser aumentada por encruamento. Este grupo de aços é o mais utilizado, representando cerca de 65% a 70% do total em uso (FERREIRA, 2008).

Esta posição dominante é função do alto nível de fabricabilidade, resistência à corrosão e a oxidação, resistência mecânica a quente, trabalhabilidade, soldabilidade e uma grande variedade na combinação de propriedades que podem ser obtidas por diferentes composições, fornecendo uma boa escolha do material para um grande número de aplicações. (FERREIRA, 2008; PALACIO, 2011).

Os aços inoxidáveis austeníticos são largamente utilizados em indústria alimentícia, automobilística, aeronáutica, em indústrias de papel entre outras, devido, principalmente, a sua alta resistência à corrosão em meios altamente severos e por terem alta resistência mecânica em altas temperaturas. (PALACIO, 2011).

Segundo Palacio (2011) os aços inoxidáveis austeníticos não são resistentes à corrosão quando submetidos a meios que contém cloretos. E quando são submetidos a temperaturas entre 400 e 900°C por um determinado tempo, podem sofrer um processo chamado de sensitização (PALACIO, 2011).

A definição para sensitização consiste na precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grão (devido a algum tipo de aquecimento) e por consequência o

empobrecimento em cromo na região vizinha, como indicado na figura 1. (PALACIO, 2011).

Assim, temos uma redução na resistência à corrosão destas regiões (pelo menor teor de cromo), tornando o material suscetível à corrosão intergranular em determinados meios. (PALACIO, 2011);

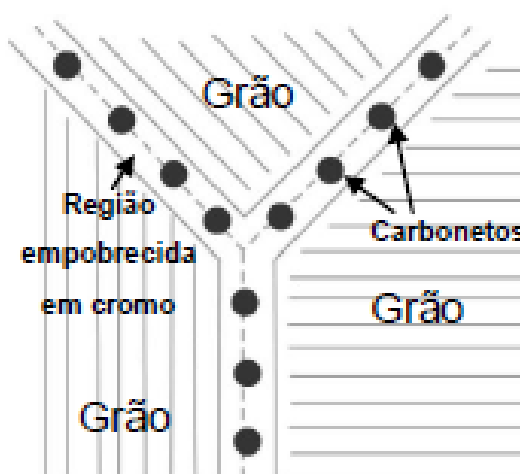


Figura 1 - Precipitação de carbonetos nos contornos de grão.

Fonte: PALACIO, 2011.

Tem-se então, a destruição da passividade do aço nessa região adjacente ao contorno de grão, com consequente formação de uma pilha ativa-passiva, onde os grãos constituem áreas catódicas relativamente grandes em relação às pequenas áreas anódicas que são os contornos dos grãos (GENTIL, 1996).

2.1.2 Aço Inoxidável Austenítico 316 L

De acordo com o site Inerlloy (2011) O aço inoxidável 316L é um austenítico cuja composição química é formada principalmente de cromo-níquel-molibdênio, e uma das suas principais características é apresentar baixo teor de carbono (0,03%), boas propriedades a temperatura elevada e excelente resistência à corrosão.

Apresenta alta resistência à corrosão em atmosferas marinhas e industriais, exibe excelente resistência ao ataque de cloreto e contra compostos de enxofre

complexos utilizados nas indústrias de processamento de papel e celulose. A adição de 2% a 3% de molibdênio aumenta a sua resistência à corrosão por pite e melhora a resistência à fluência a temperaturas elevadas (INTERLLOY, 2011).

O baixo teor de carbono reduz o risco de corrosão intergranular em processos de soldagem por exemplo, pois, haverá menos carbono para se juntar com o cromo e precipitar. Apresenta também boa resistência à oxidação a temperaturas elevadas. (INTERLLOY, 2011).

O 316L não pode ser endurecido por tratamento térmico, mas a sua resistência e dureza podem ser substancialmente aumentadas por trabalho a frio, com subsequente redução em ductilidade. (INTERLLOY, 2011).

Os usos típicos são: Componentes arquitetônicos, equipamentos têxteis, equipamentos de processamento de papel e celulose, equipamentos marítimos e acessórios, equipamento fotográfico, equipamentos de raios X e implantes médicos, incluindo pinos, parafusos e implantes ortopédicos como em quadril e joelho. (INTERLLOY, 2011).

2.2 CORROSÃO

Segundo Gentil (1996), “A corrosão é a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos”.

Segundo Silva (2010) frequentemente a corrosão metálica (por mecanismo eletroquímico), está associada à exposição do metal num meio no qual existe a presença de moléculas de água, juntamente com o gás oxigênio ou íons de hidrogênio, num meio condutor.

A corrosão é um dos mais perigosos processos de degradação dos materiais (especialmente metálicos) e tem um enorme potencial de causar sérios danos tanto do ponto de vista econômico quanto técnico, além de colocar em risco vidas. A falta de uma manutenção preventiva ou preditiva, assim como um projeto mal dimensionado são alguns fatores que podem levar, por exemplo, a fratura de um material sem que percebamos. (BARBOSA, 2006).

Do ponto de vista energético, encontramos a maioria dos metais combinados, na forma de compostos, devido ser a forma termodinamicamente mais estável, com exceção de alguns metais como ouro, platina, prata, mercúrio e cobre, que são encontrados na forma de elementos. A transformação de um composto para um metal requer introdução de energia, que normalmente está na forma de calor. Esta energia é armazenada no metal, e é perdida ou liberada quando o mesmo é corroído. O potencial de um metal em uma solução está relacionado a esta energia liberada ou cedida quando o mesmo é corroído. Este potencial também é conhecido como “potencial de corrosão” (RAMANATHAN, 1996, citado por BARBOSA, 2006).

Para algumas determinadas aplicações a corrosão é entendida como benéfica. Como por exemplo, na proteção catódica no emprego de anodos de sacrifício para proteção de estruturas metálicas, ou na proteção anódica em pilhas, e no caso específico dos aços inoxidáveis, onde é necessário a oxidação do aço para formação da película protetora (óxido de cromo). (FONTANA et al., 1987, citado por BARBOSA, 2006).

Segundo Barbosa (2006) os processos de corrosão podem ser classificados segundo o meio em que se desenvolvem ou segundo sua morfologia.

Para a classificação segundo o meio a corrosão é subdividida em corrosão química e eletroquímica (BARBOSA, 2006).

Para a classificação segundo a morfologia a corrosão é subdividida em corrosão uniforme, corrosão-fadiga, corrosão intergranular, corrosão sob-tensão, corrosão por placas, corrosão por pite, corrosão galvânica e corrosão por fresta. (BARBOSA, 2006).

2.2.1 Corrosão Intergranular

Os aços inoxidáveis sofrem corrosão intergranular devido à formação de uma zona empobrecida em cromo ao longo (adjacências) de contornos de grão, como consequência da precipitação, neste local, de carbonetos de cromo (Cr_{23}M_6). Átomos de cromo desta região, que se encontravam em solução sólida no aço,

difundem-se para os contornos de grão, formando carbonetos, deixando uma zona empobrecida em cromo e diminuindo sua resistência à corrosão. A sensitização é a formação de uma zona empobrecida em cromo no qual torna o material sensível à corrosão intergranular. A sensitização depende do teor de carbono do aço inoxidável e do tempo de exposição em certa temperatura. (WOLYNEC, 2003, citado por BARBOSA, 2006).

A corrosão intergranular de aços inoxidáveis deve ser sempre considerada quando esses materiais passam por um tratamento térmico prolongado em temperatura inferior a 500°C, ou aquecimentos em temperaturas entre 500°C a 900°C, como por exemplo, na soldagem. (GENTIL, 1996).

A sensitização pode resultar de tratamentos térmicos, soldagem, ciclos térmicos e trabalhos a quente através da faixa de temperatura de sensitização ou de condições de trabalho nesta mesma faixa (ZANETIC e FALLEIROS, 2001).

2.3 TÉCNICAS PARA AVALIAR A CORROSÃO INTERGRANULAR

Geralmente usam-se dois tipos de técnicas:

- 1) Os ensaios por imersão e;
- 2) Os ensaios eletroquímicos.

Tais técnicas citadas acima são de grande utilidade para estabelecer a compatibilidade entre metais e soluções, e estudar seu comportamento quanto à resistência à corrosão. (SUESS, 1997, citado por GIRALDO, 2006).

Segundo Luz, Farias, Lima Neto (2003) nota-se que o ensaio de imersão é demorado, com duração de três dias para cada ensaio, além disso, trata-se de uma técnica destrutiva e não quantifica o grau de sensitização. (LUZ, FARIAS E LIMA NETO, 2003).

Por isso as técnicas eletroquímicas vêm sendo aplicadas, por serem de fácil aplicação, rápidas e por apresentarem uma análise quantitativa dos resultados. (PALACIO, 2011).

2.3.1 Técnicas eletroquímicas

Segundo Zanetic e Falleiros (2001) os métodos eletroquímicos foram desenvolvidos e ou adaptados para a determinação da susceptibilidade dos aços inoxidáveis à corrosão intergranular, distinguindo-se entre outros as seguintes técnicas:

1. Levantamento de curvas de polarização anódica;
2. Técnica de reativação eletroquímica potenciodinâmica.

2.3.2 Técnica de reativação eletroquímica potenciodinâmica (EPR)

O teste EPR tem sido aplicado a uma variedade de materiais - aços inoxidáveis (austeníticos, ferríticos, martensíticos e duplex), a base de níquel, aços inoxidáveis de alta liga e aços ao carbono de baixa liga (CIHAL et al, 2007, citado por PALACIO, 2011).

Segundo Zanetic e Falleiros (2001) a técnica de reativação eletroquímica potenciodinâmica é uma técnica eletroquímica desenvolvida com o intuito de quantificar o grau de sensibilização dos aços inoxidáveis. (ZANETIC E FALLEIROS, 2001).

Trata-se de uma técnica não destrutiva, o que configura uma de suas inúmeras vantagens. Medições EPR tendem a se concentrar nos modos de ciclo duplo (Double loop Electrochemical Potentiodynamic Reactivation DL-EPR) e/ou simples (Single loop Electrochemical Potentiodynamic Reactivation SL-EPR) como técnica utilizada para estabelecer a resistência dos aços inoxidáveis e ligas a susceptibilidade a sensibilização (precipitados nos contornos de grão) e por consequência à corrosão intergranular. Pelo teste EPR, a amostra e/ou o objeto de campo a ser estudado (eletrodo de trabalho) é testado em soluções ácidas, na maioria das vezes constituídos por uma mistura de ácido sulfúrico (0,01-5 M H₂SO₄) e tiocianato de potássio (0,001-0,1M KSCN) (ČÍHAL et al, 2007, citado por PALACIO, 2011).

Nota-se que essa técnica tem sido muito utilizada devido principalmente à rapidez e aos resultados satisfatórios. Segundo Palacio (2011) os ensaios eletroquímicos são realizados com ajuda de um potenciostato, o qual permite medir potencial e corrente no sistema metal/eletrólito de interesse. Tal sistema proporciona uma curva de polarização, cuja relação entre potencial e corrente, é uma representação prática muito usada (PALACIO, 2011).

2.3.3 DL-EPR

O ensaio foi desenvolvido para diminuir o tempo de preparação da amostra em campo, não sendo necessário o polimento da superfície até 1 μm ; neste método podem ser empregados acabamentos com lixa #100 (ASSUMPÇÃO, 2009, citado por PALACIO, 2011).

O teste de duplo ciclo é uma curva cíclica composta por uma curva anódica seguida de uma verificação reversa (PALACIO, 2011).

Segundo Palacio (2011) o ensaio consiste em polarizar a amostra anodicamente, a partir do potencial de corrosão, até um potencial onde o material encontra-se passivo. Depois de atingido este potencial começa-se a varredura reversa até que o potencial de corrosão seja atingido novamente.

A figura 2 apresenta um desenho esquemático do ensaio. O grau de sensitização (GDS) é obtido pela razão entre o pico de corrente reversa (I_r), pelo pico de corrente anódica (I_a) (PALACIO, 2011).

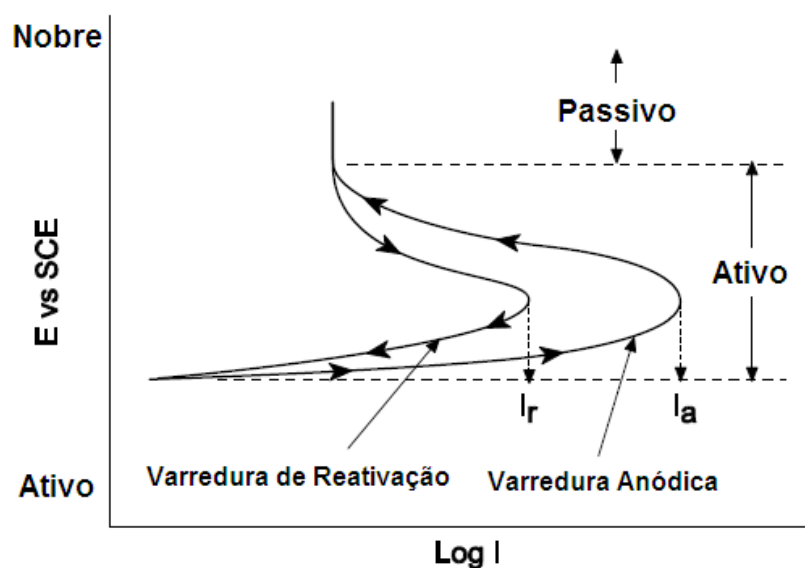


Figura 2 - Esquema da curva de polarização do ensaio DL-EPR em um material sensitizado (adaptação de AYDOĞDU E AYDINOL, 2006).

Fonte: PALACIO, 2011

A melhor vantagem da técnica DL-EPR é que ela obtém um valor quantitativo do grau de sensitização ao invés de avaliação qualitativa com ataques metalográficos (LOPEZ et al, 1997, citado por PALACIO, 2011).

Tem-se utilizado nos ensaios a solução 0,50 M H_2SO_4 +0,001M KSCN a 30°C como eletrólito e o valor de 1,67 mV.s⁻¹ como velocidade de varredura. (ZANETTIC E FALLEIROS, 2001).

Contudo, esses valores para concentração dos reagentes (molaridade) variam de acordo com o material que está sendo estudado. O mesmo ocorre com a velocidade de varredura.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para avaliar a corrosão intergranular do aço AISI 316L foi feito o seguinte procedimento experimental.

1. Soldagem por TIG pulsada;
2. Preparação dos corpos de prova;
3. Levantamento das curvas de polarização potenciodinâmicas pelo método DL – EPR;
4. Análise da microestrutura ótica das amostras após os testes;

3.1 MATERIAL

Foi utilizado o aço inoxidável austenítico AISI 316L nos experimentos, cuja composição segue na tabela abaixo:

Tabela 3.1 – Composição química do material como recebido (% em massa)

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti	Cu	Co	N *
0,025	1,35	0,47	0,036	0,002	16,58	10,06	2,025	0,0035	0,147	0,107	260

*Em ppm

O material foi recebido como doação da ACESITA, na forma de chapas retangulares lisas, de largura 48 mm e espessura de 1,2 mm, laminada.

3.2 SOLDAGEM

As chapas foram fundidas a um cordão de solda sem metal de adição. Utilizou-se o Argônio como gás inerte, com uma vazão de aproximadamente 15 l/min. A distância entre o eletrodo de Tungstênio e a chapa a ser soldada foi de 3 mm. Todo o processo de soldagem foi realizado por Carla Bonella e Davi Pereira Garcia (mestrandos UFES).

3.2.1 Parâmetros de Soldagem

Foi utilizado o processo GTAW pulsado. Os parâmetros utilizados no processo são mostrados na tabela abaixo.

Tabela 3.2 – Parâmetros utilizados no processo de soldagem.

Amostras	F (Hz)	tp (s)	tb (s)	Ip (A)	Ib (A)	Corrente média (A)	Velocidade de soldagem (mm/s)	Energia de Soldagem Experimental (J/mm)
CR	-	-	-	-	-	-	-	-
A1	1	$0,67 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,01$	$80,0 \pm 1,5$	$24,0 \pm 1,5$	61,52	$2,0 \pm 0,1$	326,16
D2	2	$0,25 \pm 0,01$	$0,25 \pm 0,01$	$80,0 \pm 1,5$	$24,0 \pm 1,5$	52	$1,8 \pm 0,1$	323,66
D3	3	$0,17 \pm 0,01$	$0,17 \pm 0,01$	$80,0 \pm 1,5$	$24,0 \pm 1,5$	52	$1,8 \pm 0,1$	328,4
D5	0	-	-	-	-	64,05	$1,8 \pm 0,1$	383,94

Onde:

- Ip = corrente de pulso, (A)
- Ib = corrente de base, (A);
- tp = tempo de pulso, (ms);
- tb = tempo de base, (ms)
- $F = 1/(tp+tb)$: frequência de pulso, (Hz);
- % no tempo: duração da corrente de pulso em um ciclo (pulse on time).

A corrente média (I_m) é calculada pela expressão (3.1) abaixo. (CORNU apud GIRIDHARAN e MURUGAN, 2009, citado por PALACIO, 2011).

$$I_m = \frac{I_p \times T_p + I_b \times T_b}{T_p + T_b} \text{ (A)} \quad (3.1)$$

A energia de soldagem experimental (E) é determinada pela expressão (3.2) abaixo. (CORNU apud GIRIDHARAN e MURUGAN, 2009, citado por PALACIO, 2011).

$$E = \frac{I_m \times V}{s} \times \eta \text{ (J/mm)} \quad (3.2)$$

Onde:

- V = tensão média da soldagem (V);
- E = energia de soldagem imposta, (J/mm);
- S = velocidade de soldagem, (mm/s);
- η = eficiência do processo de soldagem;

3.3 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

As amostras foram usinadas com uma serra copo e fluido de resfriamento no laboratório de Tecnologia Mecânica da UFES (LABTECMEC). As chapas foram usinadas em forma de disco com um diâmetro de 12 mm. Após usinagem foi dado um acabamento as amostras com auxílio de uma lima. Por fim, as amostras foram embutidas em resina polimérica para evitar vazamento durante os ensaios.

3.4 LEVANTAMENTO DAS CURVAS DE POLARIZAÇÃO POTENCIODINÂMICAS PELO MÉTODO DUPLO CICLO EPR (DL-EPR)

Os ensaios eletroquímicos DL-EPR foram realizados em um potenciostato/galvanostato digital Autolab, modelo PGSTAT 302N conforme figura 3 abaixo. O software utilizado foi Nova 1.8.



Figura 3 - Potenciostato PGSTAT 302N Autolab

Fonte: Autolab Brochure 2012

Para avaliar o grau de sensitização e consequentemente a corrosão intergranular, foi realizado o ensaio de reativação eletroquímica potenciodinâmica, na versão ciclo duplo (DL-EPR). Utilizou-se um potenciostato digital Autolab do modelo PGSTAT 302N do Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), figura 4. O sistema opera com três eletrodos, o eletrodo de trabalho (corpo-de-prova), um eletrodo de referência (eletrodo de calomelano saturado, SCE) e um contra-eletrodo (eletrodo de platina). Conforme figura 5 abaixo. A corrente imposta pelo potenciostato circula entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de platina. A figura 6 enfatiza o funcionamento do conjunto potenciostato, célula e computador.

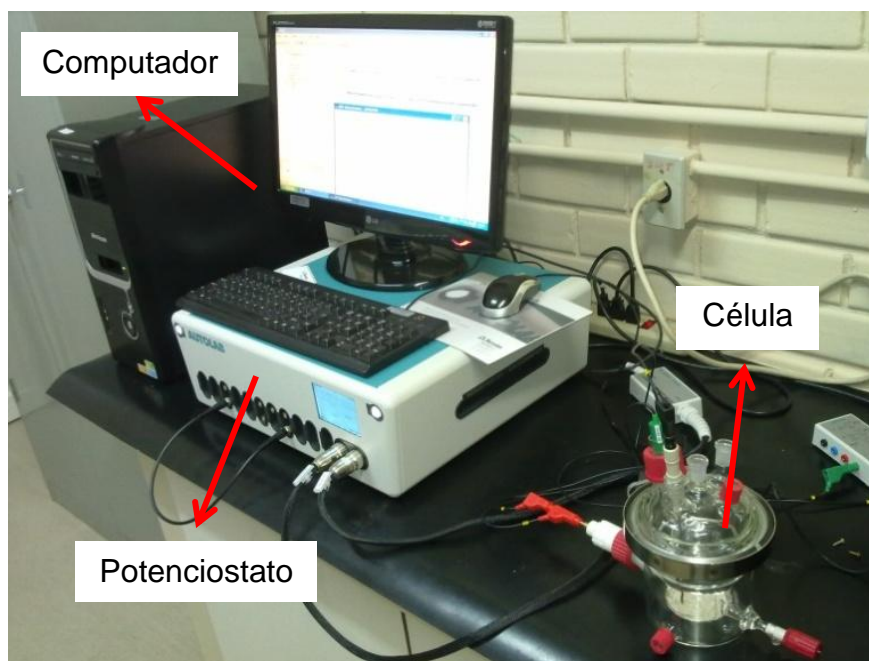


Figura 4 - Potenciostato PGSTAT 302N Autolab, célula e computador



Figura 5 - Célula utilizada no ensaio

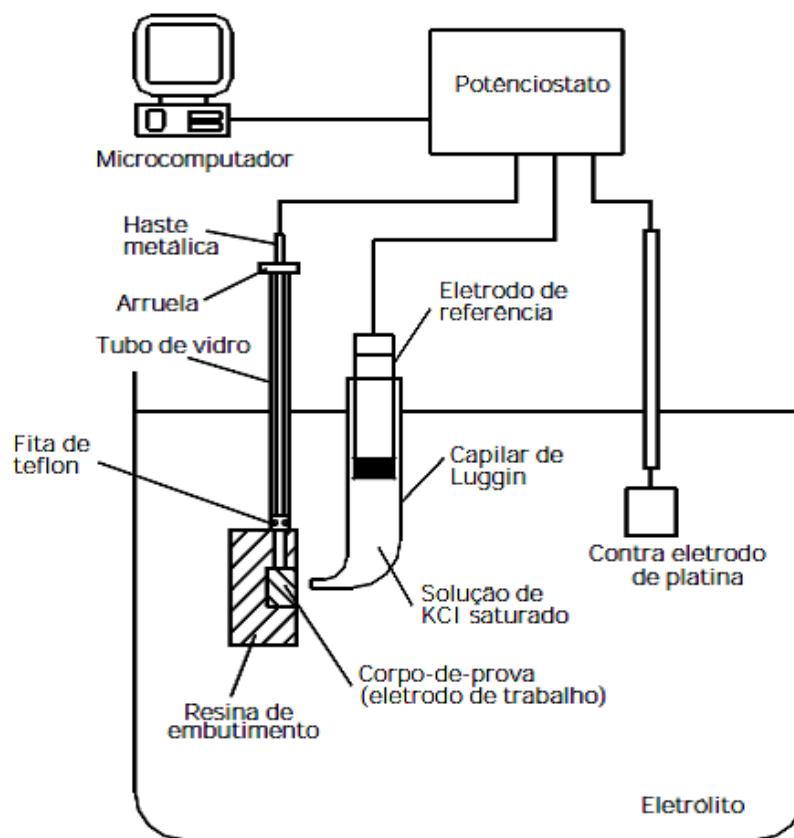


Figura 6 - Desenho esquemático enfatizando o ensaio eletroquímico

Fonte: ZANETIC e FALLEIROS, 2001

Os ensaios de corrosão foram repetidos pelo menos duas vezes em cada amostra. Foram utilizados 300 ml de solução aerada de forma natural de 2 M H_2SO_4 + 0,01 M KSCN, em temperatura ambiente ($25 \pm 2^\circ\text{C}$) de acordo com as boas práticas de Palacio (2011). A solução 2 M H_2SO_4 + 0,01 M KSCN foi preparada com reagente padrão analítico e água destila. Imediatamente antes da imersão em eletrólito, a face exposta dos corpos-de-prova foi lixada até uma lixa de granulometria #800. Depois de lixada, esta face foi lavada com água e álcool etílico e secada ao ar para retirar possíveis sujeiras da superfície do material. Após o lixamento foi utilizado um esmalte para delimitar a área do ensaio em aproximadamente de $0,2 \text{ cm}^2$, onde a área ensaiada foi apenas a do cordão de solda. Antes do início do ensaio, foi determinado o potencial de corrosão no tempo de trinta minutos (que é a determinação do OCP do software Nova 1.8). A partir do potencial de corrosão o corpo-de-prova foi polarizado anodicamente, até o potencial de 0,2 V onde o

material se encontra passivado. Tal processo é chamado de ativação. Depois de chegado ao potencial de 0,2 V o potencial foi diminuído até o potencial de corrosão novamente completando o ciclo. Esta diminuição do potencial até o potencial de corrosão é chamada de reativação. Tanto na ativação quanto na reativação a taxa de varredura utilizada foi de 1 mV.s⁻¹. Depois de finalizados os ensaios foi gerado um gráfico da corrente (A) X potencial (V) feito pelo próprio software (Nova 1.8). Posteriormente foi medido o grau de sensitização (GDS) de cada amostra dado pela razão entre a corrente de reativação máxima I_r e a corrente de ativação (anódica) máxima I_a (equação 3).

$$GDS = \frac{I_r}{I_a} \quad (3)$$

3.5 AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.5.1 Microscopia Óptica

Foi feita a análise microestrutural das amostras D2, D3 e D5 pelo Microscópio Ótico (MO) da marca Olympus, modelo BX 60M do laboratório TRICORRMAT – Tribologia, Corrosão e Materiais da UFES. Desse modo procurou-se visualizar a precipitação dos carbonetos de cromo nos contornos de grão.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ENSAIOS DE CORROSÃO PELO MÉTODO DL-EPR

4.1.1 Material como Recebido

A figura 7 ilustra o ensaio DLEPR do material como recebido (CR) em solução 2 M H_2SO_4 + 0,01 M KSCN. Como podemos perceber pelo gráfico, o material não apresentou sensitização, o que já era esperado, pois, o material não sofreu nenhum tipo de aporte térmico como a soldagem.

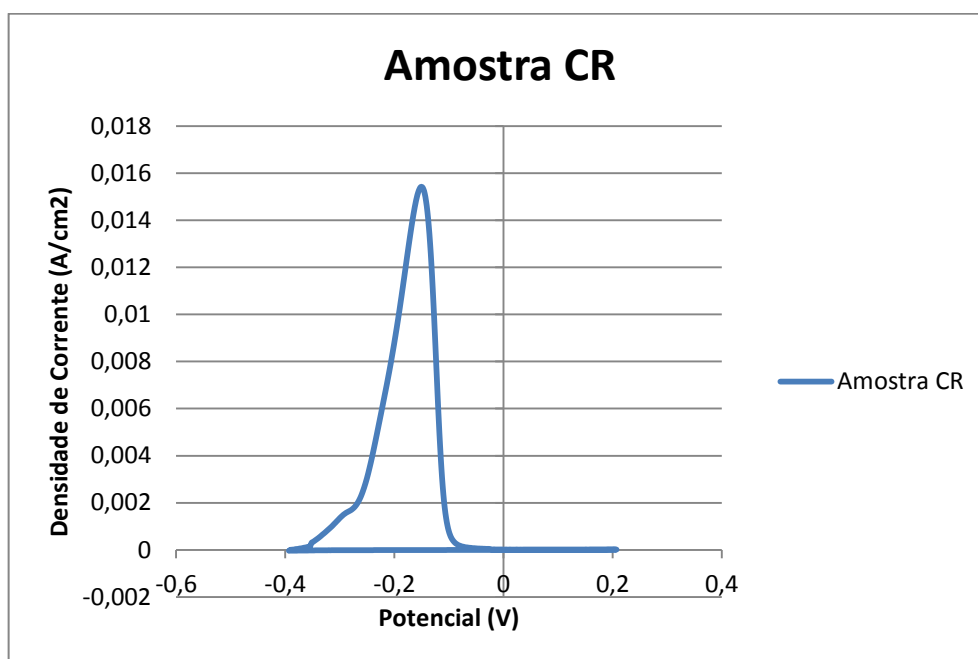


Figura 7 - Amostra como recebido

4.1.2 Amostra serie A

- **Serie A1**

As figuras 8 e 9 respectivamente apresentam os ensaios da amostra da série A1 pelo método DLEPR em solução 2 M H₂SO₄ + 0,01 M KSCN com taxa de varredura de 1 mV.s⁻¹. Como é possível notar que o grau de sensitização dessa serie foi zero. Esperava-se que o material apresentasse sensitização devido à soldagem. Contudo, uma possível justificativa para tal fato é o baixo teor de carbono do material estudado. Conforme Interlloy (2011), o baixo teor de carbono reduz o risco de corrosão intergranular em processos de soldagem, por exemplo, pois, haverá menos carbono para se juntar com o cromo e precipitar. Assim, a precipitação de carbonetos de cromo foi irrisória e consequentemente o material não sofreu sensitização.

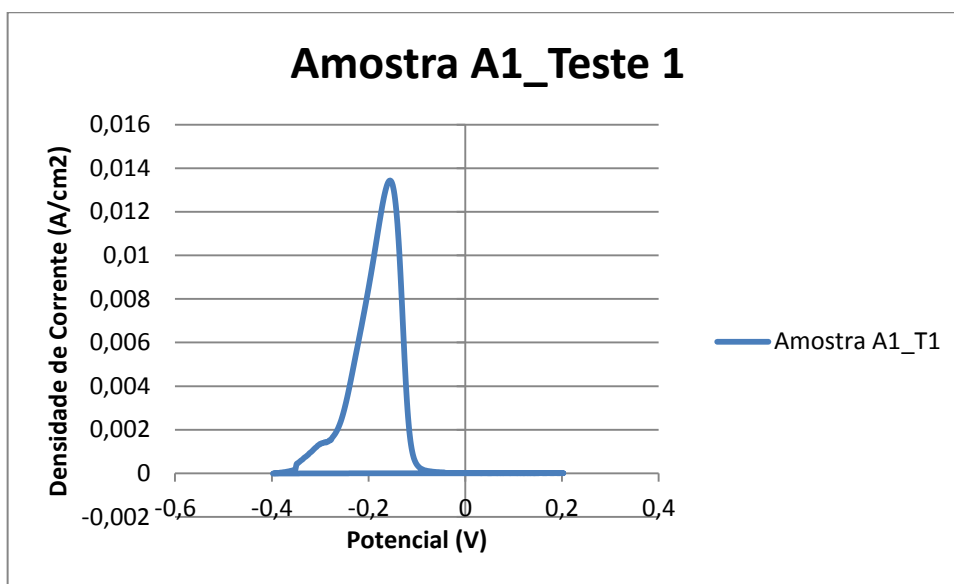


Figura 8 - Amostra serie A1, teste 1.

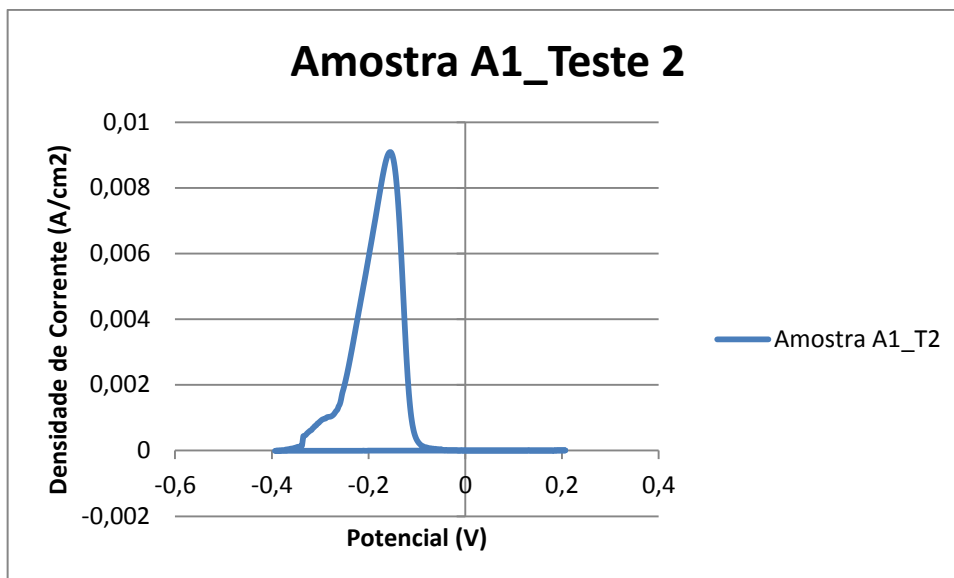


Figura 9 - Amostra serie A1, teste 2.

4.1.3 Amostra serie D

- **Serie D2**

As figuras 10 e 11 respectivamente apresentam os ensaios da amostra da série D2 pelo método DLEPR em solução 2 M H₂SO₄ + 0,01 M KSCN com taxa de varredura de 1 mV.s⁻¹. O resultado dessa série foi o mesmo da série A1. Assim podemos adotar a mesma justificativa do caso anterior.

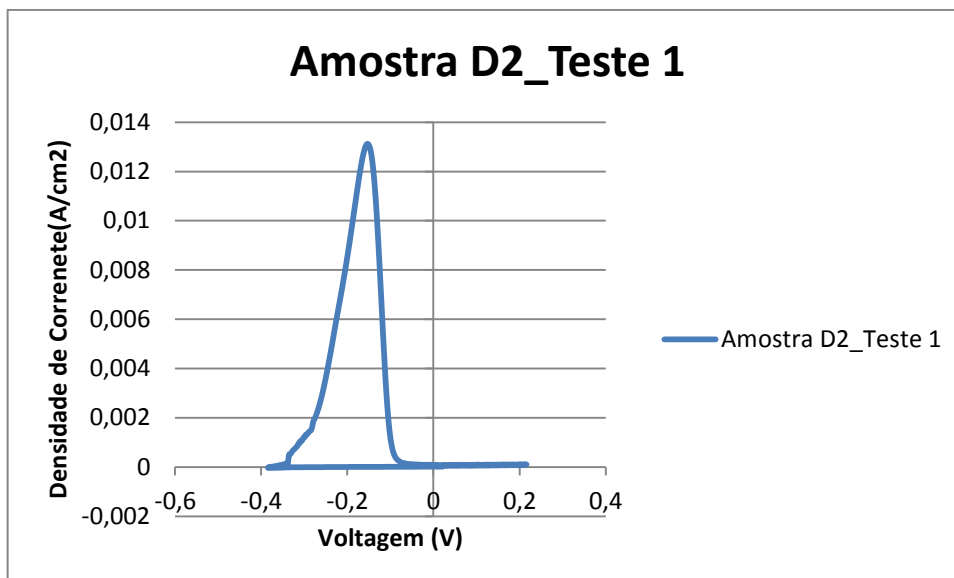


Figura 10 - Amostra serie D2, teste 1.

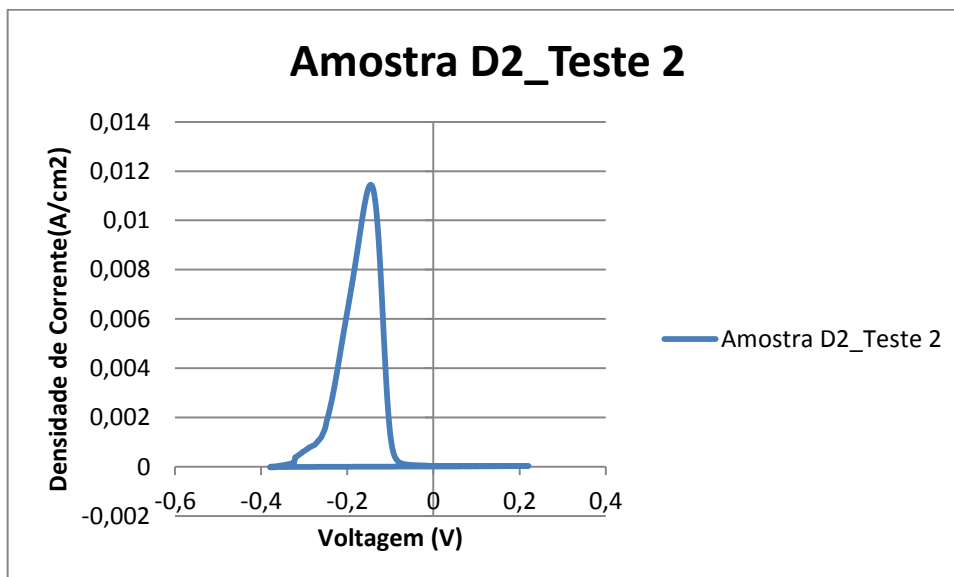


Figura 11 - Amostra serie D2, teste 2.

- **Serie D3**

As figuras 12 e 13 respectivamente apresentam os ensaios da amostra da série D3 pelo método DLEPR em solução 2 M H₂SO₄ + 0,01 M KSCN com taxa de varredura de 1 mV.s⁻¹. Mais uma vez o grau de sensitização foi zero. Portanto, a justificativa será idem a da serie A1.

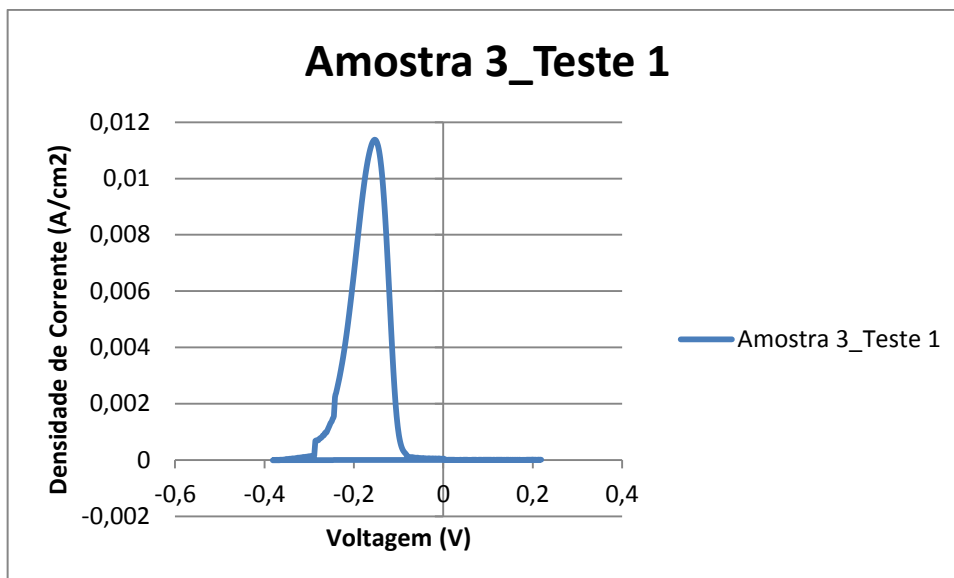


Figura 12 - Amostra serie D3, teste 1.

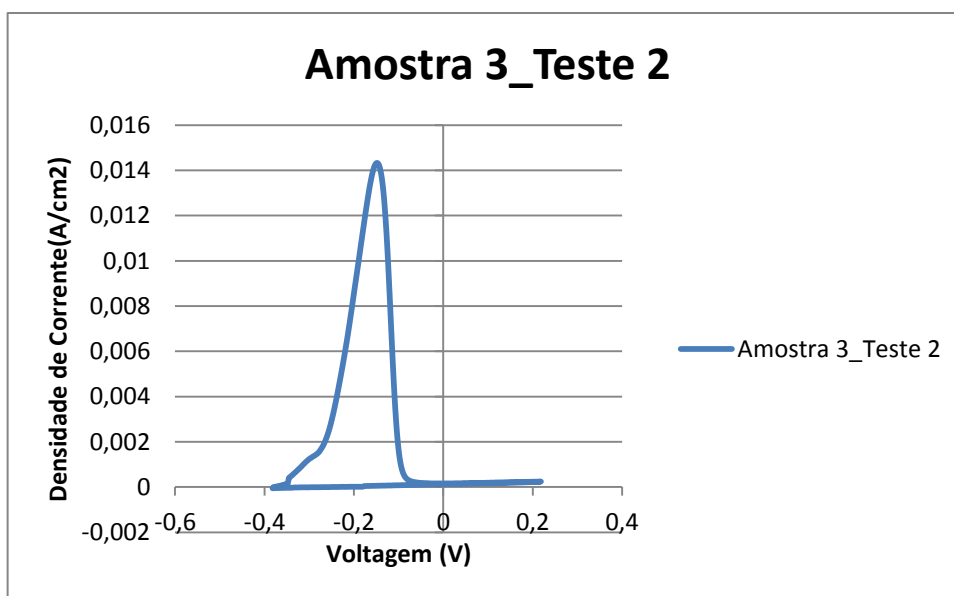


Figura 13 - Amostra serie D3, teste 2.

- **Serie D5**

Para essa série foram feitos cinco ensaios com duas amostras diferentes, porém foi utilizado o mesmo cordão de solda, pelo método DL-EPR em solução 2 M H₂SO₄ + 0,01 M KSCN com taxa de varredura de 1 mV.s⁻¹. Novamente para todos os cinco ensaios o material não apresentou sensitizerização. As figuras 14 e 15 ilustram os

ensaios. Conforme anteriormente, a justificativa será a mesma apresentada para a série A1.

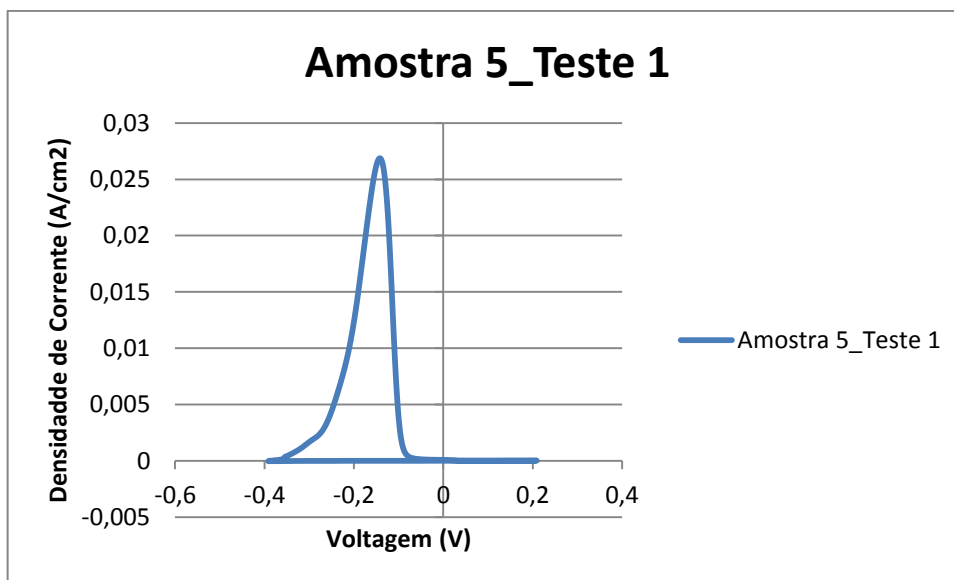


Figura 14 - Amostra serie D5, teste 1.

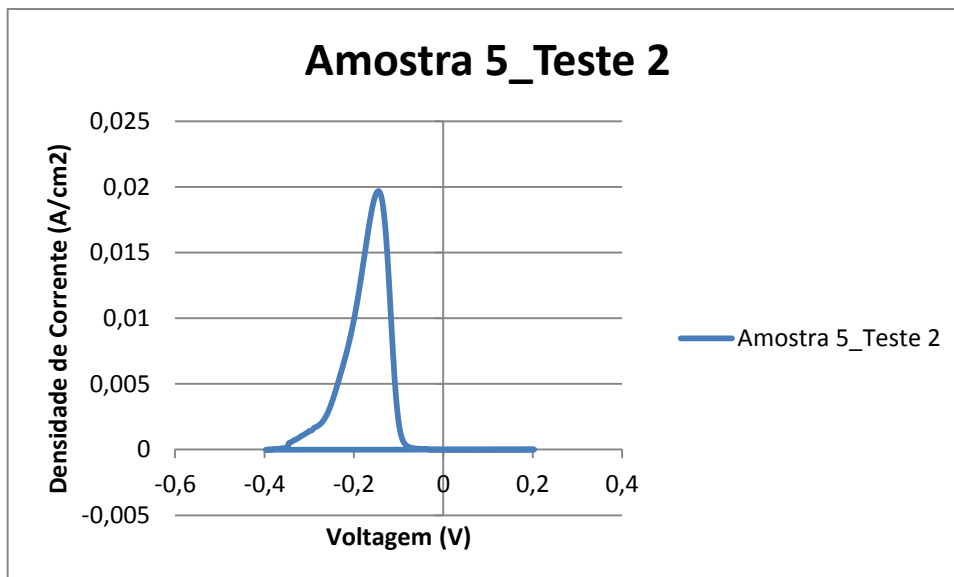


Figura 15 - Amostra serie D5, teste 2.

Podemos ainda destacar que todas as amostras inclusive a como recebido mostrou passivação abrupta por volta de -0,2 V.

4.2 MICROSCOPIA ÓTICA

Foram analisadas as microestruturas por microscopia ótica das amostras D2, D3 e D5.

4.2.1 Serie D2

Na figura 16 podemos observar claramente a região da zona fundida (ZF) acima e a zona termicamente afetada (ZTA) abaixo. Na ZTA temos os grãos mais definidos já na ZF pode-se notar uma estrutura mais homogênea devido ao maior aporte térmico da soldagem. Os grãos diminuíram de tamanho.

Na figura 17 deu-se um foco para se observar melhor a microestrutura da ZF. Podemos observar que não há indícios de precipitação de carbonetos de cromo.

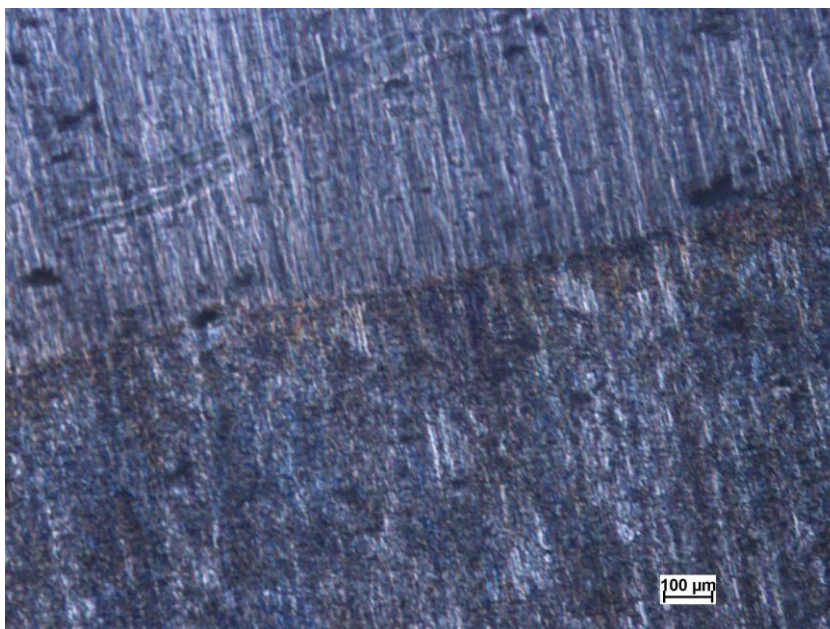


Figura 16: Micrografia Ótica da amostra D2, comparação ZF e ZTA.

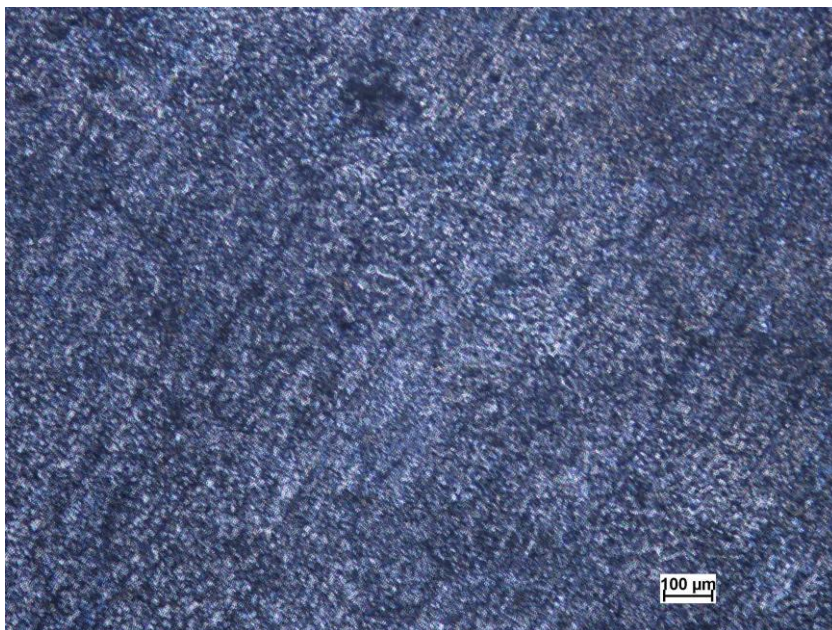


Figura 17: Micrografia Ótica da amostra D2, focando a ZF.

4.2.2 Serie D3

Conforme figura 18, a microestrutura apresentada pela série D3 foi semelhante a da série a D2. Portanto, não há indícios também de precipitação de carbonetos de cromo.

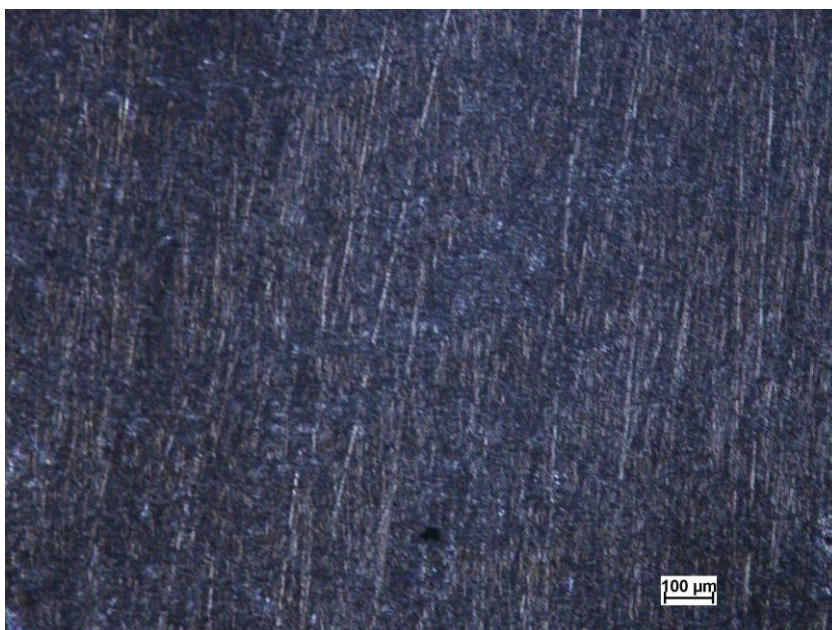


Figura 18: Micrografia Ótica da amostra D3 focando ZF.

4.2.3 Série D5

Nessa série conforme figura 19, podemos observar a ZTA (grãos bem definidos) e ZF onde os grãos não estão definidos devido à soldagem. A figura 20 nos traz um foco na ZF, onde podemos observar a inexistência de carbonetos de cromo precipitados.



Figura 19: Micrografia Ótica da amostra D5, comparação ZF e ZTA.



Figura 20: Micrografia Ótica da amostra D5, focando ZF.

5 CONCLUSÕES

Analisando as curvas do ensaio DL-EPR e a microscopia ótica podemos concluir que todas as amostras ensaiadas não sofreram sensitização, ou seja, houve uma precipitação de carbonetos de cromo irrisória e conseqüentemente não houve corrosão intergranular. A explicação para tal fato consiste no baixo teor de carbono apresentado pelo material de análise (AISI 316L). O baixo teor de carbono reduz o risco de corrosão intergranular em processos de soldagem, pois, haverá menos carbono para se juntar com o cromo e precipitar. Assim, a precipitação de carbonetos de cromo foi desprezível e conseqüentemente o material não sofreu sensitização. Ficando o material protegido pelo bom teor de cromo presente no mesmo, o qual formava a camada protetora. Para esse tipo de ensaio com essas características.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Fazer uma análise mais apurada da microestrutura do material com microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura após o ensaio para descobrir com maior precisão o porquê do material não ter sofrido sensitização.
- Alterar a frequência e energia de soldagem para sabermos se irá influenciar nos resultados ou se serão os mesmos.
- Fazer uma análise de corrosão por pites desse material.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASM SPECIALTY HANDBOOK, Stainless Steels. 2a Edição; Editor J. R. Davis, Davis & Associates, 1996.

ASSUMPÇÃO, G.A. **Efeito de parâmetros de soldagem na resistência à corrosão intergranular de aço inoxidável com 11%Cr avaliada pelo método de reativação eletroquímica.** Dissertação de Mestrado. Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, 2009.

BARBOSA, Adriana Diniz. **Avaliação da sensitização em aços inoxidáveis ferríticos estabilizados e não estabilizados usando-se a técnica reativação eletroquímica potenciocinética em meio sulfúrico.** Ouro Preto, 2006.

ČÍHAL, V.; BLAHETOVÁ, M.; KALABISOVÁ, E.; KRHUTOVÁ, Z.; LASEK, S. Applications of electrochemical polarization reactivation method: EPR test. Journal of nuclear materials, 2007.

FERREIRA, Wilman Eduardo Italiano. **Influência dos parâmetros de soldagem na sensitização de juntas soldadas em aço inoxidável austenítico aisi 316 soldadas pelo processo tig.** São Luís, 2008.

FONTANA, M. G.; GREENE, N. D. Corrosion Engineering. 3ª Edição. Editora McGraw-Hill, 1987.

GARCIA, Erick Renato Vargas. **Efeito da corrente de soldagem do processo de tig pulsado autógeno na microestrutura da zona fundida dos aços inoxidáveis duplex uns s32304 e uns s32101.** São Paulo, 2011.

GENTIL, Vicente. **Corrosão.** 3ª edição; Editora LTC, 1996.

GIRALDO, Carlos Augusto Serna. **Resistência á corrosão intergranular do aço ferrítico UNS S43000: avaliação por método da reativação eletroquímica, efeito de tratamento isotérmico e mecanismo de sensitização.** São Paulo, 2006.

GIRIDHARAN, P. K., MURUGAN, N. **Optimization of pulsed GTA welding process parameters for the welding of AISI 304L stainless steel sheets.** Int J Adv Manuf Technol, 40, p. 478–489, 2009.

JÚNIOR, Mario Wolfart. **Nitretação a plasma do aço ABNT 316L em baixas temperaturas.** Porto Alegre, 2002.

LOPEZ, N.; CID M.; PUIGGATI, M.; AZKARATE, I.; PELAYO, A. **Application of double loop electrochemical potentiodynamic reactivation test to austenitic and duplex stainless steels.** Materials Science and Engineering, A229, p. 123-128, 1997.

LUZ, T. S.; FARIAS, J. P.; LIMA NETO, P. **“Aplicação da técnica REPC na identificação de sensitização na soldagem dos aços inoxidáveis austeníticos”.** anais do II congresso brasileiro de engenharia de fabricação, Uberlândia-MG, 2003.

PALACIO, Felipe de Oliveira. **Efeito do Tratamento Térmico no Grau de Sensitização do Aço Inoxidável Austenítico AISI 304, avaliado por método de reativação eletroquímica potenciodinâmica na versão ciclo duplo (DL-EPR).** Vitória, 2008.

PALACIO, Felipe de Oliveira. **estudo do efeito de parâmetros do processo gtaw pulsado na resistência à corrosão intergranular e por pite do aço inoxidável duplex UNS S32304.** Vitória, 2011.

RAMANATHAN, L. V. Corrosão e seu Controle. Editora Hemus, 1996.

SILVA, S.D. **Efeito do tratamento térmico pós-soldagem no comportamento em corrosão e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S32304.** Dissertação de Mestrado, Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, 2010.

SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R. Aços e Ligas Especiais. 2ª edição, Editora Blucher, 2006.

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

SUESS, S.J. Corrosion in stainless steel. Advanced Materials & Processes, v.151, n.4, p27-29, April 1997.

ZANETIC, Silvio.Tado.; FALLEIROS-ALONSO, Neusa. **Determinação do Grau de Sensitização de Aços Inoxidáveis Austeníticos pelo método DL-EPR.** FATEC-SP, 2001.

WOLYNEC, S. Técnicas Eletroquímicas em Corrosão. EDUSP, 2003, 165p.

INTERLLOY Pty Ltd. **316L austenitic stainless steel bar**. Austrália, 2011.
(<http://www.interlloy.com.au/our-products/stainless-steel/316l-austenitic-stainless-steel-bar/>). Acessado em 23/04/12 1x.