

# INFLUÊNCIA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE ESTABILIZAÇÃO E SOLUBILIZAÇÃO NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO INTERGRANULAR DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 347 FUNDIDO

Sérgio Souto Maior Tavares<sup>1</sup>  
 Vanessa Moura de Souza<sup>2</sup>  
 José Adailson de Souza<sup>3</sup>  
 Aline Yae Kina<sup>4</sup>

## Resumo

Os aços inoxidáveis austeníticos estabilizados ao Nb, tal como o AISI 347, podem ser utilizados em elevadas temperaturas (500°C-800°C), devido à boa resistência à fluência da estrutura austenítica. A adição de nióbio é feita para provocar a precipitação de carbonetos finos que endurecem e evitam a sensitização do material. Neste trabalho é investigada a importância dos tratamentos térmicos de solubilização e estabilização de estruturas brutas de fusão do aço AISI 347. Como principais resultados, conclui-se que, em peças fundidas e juntas soldadas para utilização em altas temperaturas, a seqüência de solubilização (1.100°C) e estabilização, na faixa de 850°C a 950°C, deve ser realizada para se evitar a precipitação de carbonetos de cromo e conseqüente corrosão intergranular. O aumento do tempo de solubilização a 1.100°C promove uma maior dissolução da ferrita delta e redistribuição do nióbio, aumentando, dessa forma, a resistência à corrosão intergranular após estabilização.

**Palavras-chave:** Aço AISI 347; Sensitização; Estabilização.

## INFLUENCE OF STABILIZATION AND SOLUTION TREATMENTS ON THE INTERGRANULAR CORROSION RESISTANCE OF A CAST AISI 347 STAINLESS STEEL

### Abstract

Nb-stabilized austenitic stainless steels (e. g., AISI 347) can be selected to high temperature services (500°C-800°C), due to the high creep resistance of austenitic structure. Niobium is added to form NbC fine carbides, which has two main functions: prevent intergranular corrosion and increase creep resistance. In the present work it is investigated the importance of the solution and stabilization treatment is as cast structures of AISI 347 steel. It is found that weld joints and cast components to be used at high temperatures must be solution treated at 1,100°C and stabilized in the 850°C – 950°C range to avoid chromium carbide precipitation and intergranular corrosion. The increase of the solution treatment time dissolves more delta ferrite and promotes a higher corrosion resistance after stabilization.

**Key words:** AISI 347 steel; Intergranular corrosion; Stabilization.

### 1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável AISI 347 é do tipo austenítico estabilizado ao nióbio. A adição de nióbio, em cerca de 10 vezes o teor de carbono em peso, tem como função provocar a precipitação de carbonetos NbC que evitam a sensitização e aumentam a resistência à fluência.<sup>(1)</sup>

Os aços estabilizados AISI 347 e AISI 321 trabalhados podem ser utilizados em temperaturas na faixa de 500°C a 800°C, mas

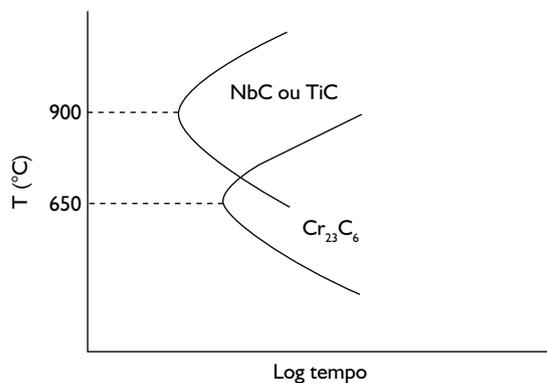
para tal devem passar por um tratamento térmico de estabilização. A estabilização deve provocar a precipitação dos carbonetos (NbC ou TiC), retirando todo carbono de solução sólida. A Figura 1 apresenta, de forma esquemática, as curvas TTT dos carbonetos de nióbio (NbC) e cromo (Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>). Diagramas experimentais similares são apresentados na literatura.<sup>(2)</sup> É interessante notar que, caso um aço solubilizado a cerca de 1.100°C,

<sup>1</sup>D.Sc., Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Mecânica (TEM) e do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PGMEC) da Universidade Federal Fluminense – UFF, Rua Passo da Pátria, 156 – CEP 24210-240 – Niterói/RJ, Brasil. ssmtavares@terra.com.br

<sup>2</sup>Aluna de Iniciação Científica do Curso de Graduação em Engenharia Química. Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Fluminens. Rua Passo da Pátria, 156 - 4210-240 – Niterói, RJ. vanessamourac@hotmial.com

<sup>3</sup>Doutorando do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Fluminens. Rua Passo da Pátria, 156 - 4210-240 – Niterói, RJ. j\_adailson@yahoo.com.br

<sup>4</sup>Aluna de Iniciação Científica do Curso de Graduação em Engenharia Química. Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Fluminens. Rua Passo da Pátria, 156 - 4210-240 – Niterói, RJ. kinayae@hotmail.com



**Figura 1.** Curvas TTT esquemáticas para precipitação dos carbonetos de Nb e Cr nos aços inoxidáveis austeníticos.<sup>(3)</sup>

venha a ser utilizado na faixa de 500°C a 800°C, deve experimentar primeiramente a formação de  $Cr_{23}C_6$ , e não do carboneto NbC. Dessa forma, a estabilização em temperaturas próximas ao nariz da curva do carboneto NbC torna-se fundamental para aplicações na faixa de sensibilização (450°C-800°C).

Neste trabalho, são investigados os processos de estabilização e sensibilização do aço AISI 347 com estrutura bruta de fusão, tal como encontrado em juntas soldadas e peças fundidas.

## 2 MÉTODOS EXPERIMENTAIS

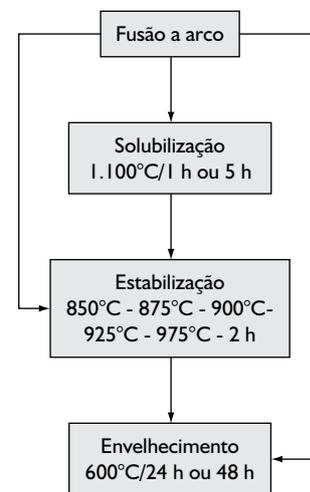
Arares de solda TIG com a composição mostrada na Tabela I foram fundidos em forno a arco do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos da Universidade Federal Fluminense (UFF).

**Tabela I.** Composição química do aço estudado (% em peso).

C	Si	Mn	S	P	Cr	Nb	Mo	Cu	Ni	Fe
0,045	0,870	1,460	0,012	0,016	19,10	0,550	0,030	0,070	9,650	bal.

As amostras fundidas foram, em seguida, tratadas termicamente de diversas formas, conforme esquematizado na Figura 2. Parte das amostras foi solubilizada e estabilizada e outra parte foi estabilizada sem solubilização prévia. Após o tratamento de estabilização, as amostras foram sensibilizadas a 600°C por 24 h e 48 h. Amostras fundidas, sem qualquer tratamento térmico, também foram sensibilizadas. Os tratamentos de solubilização foram realizados a 1.100°C por 1 h ou 5 h, seguido de resfriamento rápido em água.

A resistência à corrosão intergranular foi avaliada por ensaios de polarização eletroquímica de reativação cíclica, citados na literatura internacional como EPR-DL (Electrochemical Potentiodynamic Reactivation-Double Loop)<sup>(4)</sup> Este ensaio foi realizado à temperatura ambiente em uma célula convencional de três eletrodos em uma solução 0,5 M  $H_2SO_4$  + 0,01 M KSCN. Os eletrodos de trabalho foram preparados embutindo-se a amostra a ensaiar em resina e lixando-os até a lixa 400. Um fio de platina foi utilizado como contra-eletródo. Um eletródo de calomelano saturado foi usado como referência. O ensaio consiste em realizar uma varredura de potencial no sentido anódico a partir do potencial de



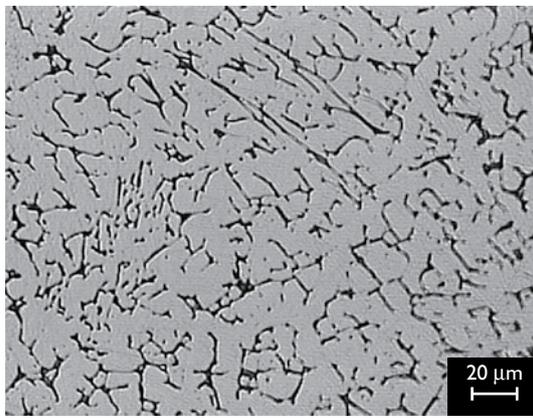
**Figura 2.** Esquema de produção das amostras.

circuito aberto (potencial de corrosão,  $E_{corr}$ ) até 0,3 V, quando a varredura passa a ser no sentido catódico até retornar ao  $E_{corr}$ . Em todos os ensaios a velocidade de varredura adotada foi 1 mV/s, nos sentidos anódico e catódico. O grau de sensibilização medido por este ensaio é dado pela relação  $I_r/I_a$ , sendo  $I_r$  a corrente máxima do pico de reativação e  $I_a$  a corrente máxima do pico de ativação. As microestruturas das amostras foram analisadas por microscopia óptica, por microscopia eletrônica de varredura, e por espectroscopia por energia dispersiva (EDS). As amostras para microscopia foram atacadas eletroliticamente em solução 10% de ácido oxálico e com ataque de Behara.<sup>(5)</sup> (20 mL HCl + 80 mL  $H_2O$  + 0,3 g de metabissulfito de potássio). O teor de ferrita delta foi quantificado por análise de imagens nas amostras atacadas com reagente de Behara, utilizando o software gratuito Image Tool.<sup>(6)</sup>

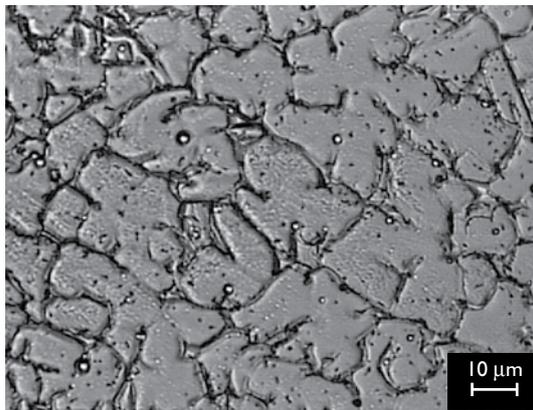
## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 3a,b mostram a microestrutura do material como fundido, contendo austenita e ferrita delta. Um estudo por espectroscopia por energia dispersiva (EDS) em microscópio eletrônico de varredura, comparando as composições das duas fases presentes no material, mostra que o nióbio é concentrado na ferrita delta (Figura 4).

O material fundido não se encontra sensibilizado, pois a alta velocidade de resfriamento evita a precipitação de carbonetos de cromo. Entretanto, se a estrutura bruta de fusão é envelhecida a 600°C ocorre intensa precipitação de  $Cr_{23}C_6$ , conforme observado na Figura 5a. O ensaio de EPR nesta condição evidencia o aspecto típico de material sensibilizado (Figura 6).

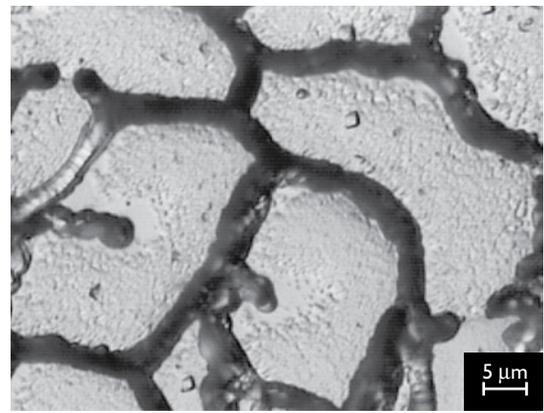


(a)

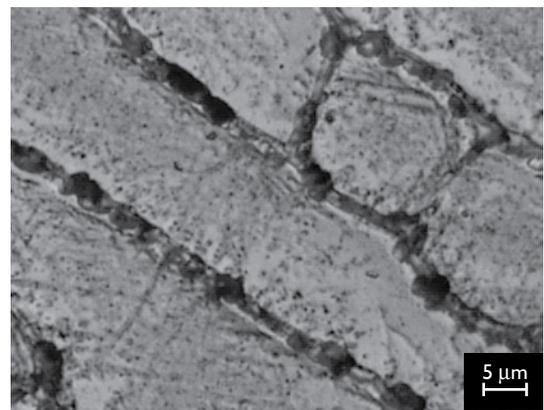


(b)

**Figura 3.** Microestrutura do material bruto de fusão: a) ataque de Behara; e b) ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico. (A austenita é a fase clara e a ferrita delta é a escura).

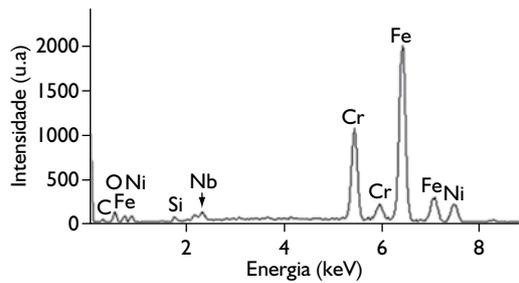


(a)

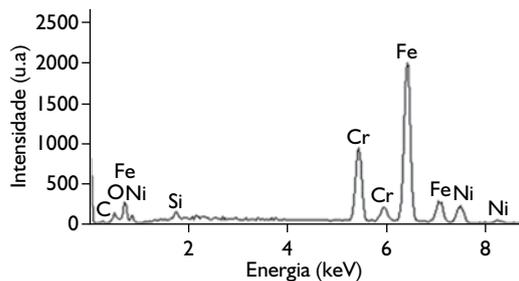


(b)

**Figura 5.** Microestruturas obtidas com ataque eletrolítico em ácido oxálico: a) material envelhecido a 600°C por 48 horas – “valas” escuras são típicas de precipitação de carbonetos; e b) material estabilizado a 850°C e envelhecido a 600°C por 24 horas – apesar da precipitação fina, carbonetos de cromo se precipitaram nos contornos.

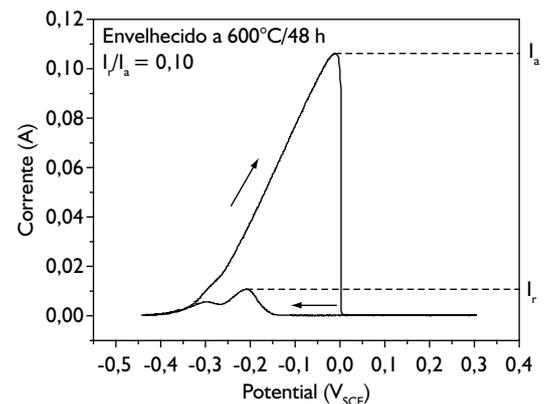


(a)



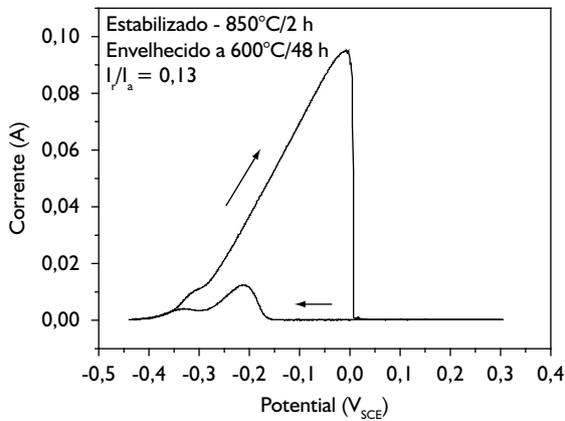
(b)

**Figura 4.** Espectro de EDS da amostra fundida: a) ferrita delta; e b) austenita.

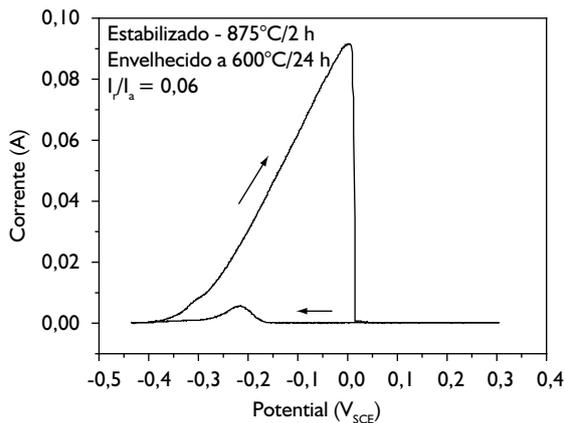


**Figura 6.** Curva de EPR da amostra fundida e envelhecida a 600°C por 48 horas.  $I_a/I_a = 0,10$ .

A Figura 5b mostra a microestrutura do material fundido e estabilizado a 850°C, e em seguida envelhecido a 600°C. O que se observa é que, apesar da precipitação fina de NbC na austenita, o aço também sofre severa sensitizerização. As Figuras 7a,b mostram as curvas de EPR das amos-



(a)



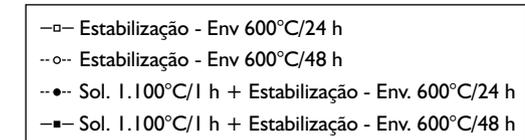
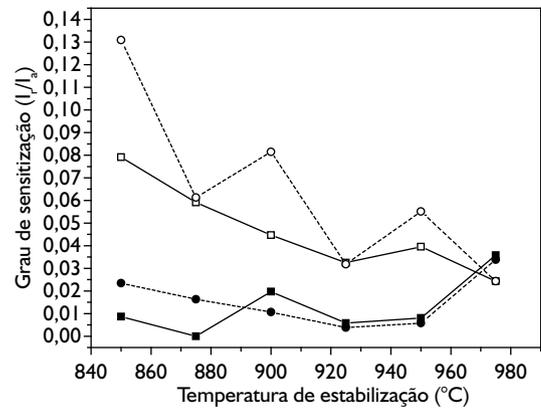
(b)

**Figura 7.** Curvas de EPR de amostras estabilizadas a a) 850°C; e b) 875°C, e envelhecidas a 600°C.

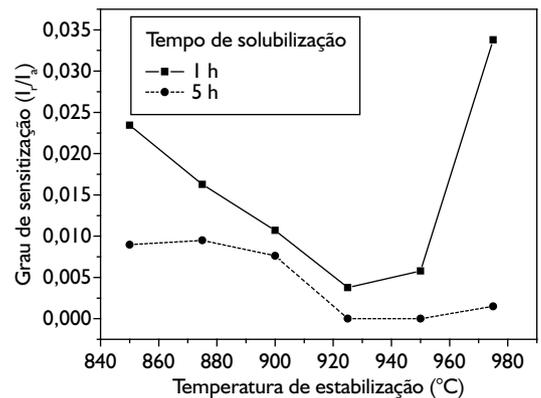
tras que, sem solubilização prévia, foram estabilizadas a 850°C e 875°C e, finalmente, envelhecidas a 600°C. Em todos os casos, a estabilização não foi efetiva em evitar a sensitização do material a 600°C.

A Figura 8 mostra o comportamento do grau de sensitização, medido pela razão  $I_r/I_a$ , em função da temperatura de estabilização para as amostras estabilizadas com e sem solubilização prévia a 1.100°C por 1 hora. Observa-se, portanto, um grande decréscimo dos valores de  $I_r/I_a$  devido à realização do tratamento de solubilização antes da estabilização, para todas as temperaturas de estabilização experimentadas, exceto 975°C. Estes resultados também mostram que a máxima temperatura de estabilização do material solubilizado a 1.100°C por 1 hora deve ser 950°C.

O tratamento de solubilização melhora os efeitos da estabilização posterior, pois dissolve parte da ferrita delta e promove a redistribuição do nióbio, elemento que deve se combinar com o carbono da liga e, assim, evitar a precipitação dos carbonetos de cromo. Apesar da grande melhoria obtida com a solubilização a 1.100°C por 1 hora, os valores de  $I_r/I_a$  ainda apresentam um pequeno pico de reativação. O aumento do tempo de solubilização para 5 horas produz resultados ainda mais satisfatórios, conforme mostrado na comparação da Figura 9.

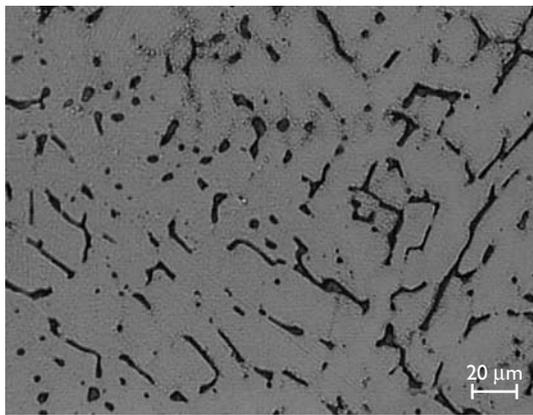


**Figura 8.** Comportamento do grau de sensitização em função da temperatura de estabilização para amostras com e sem solubilização prévia a 1.100°C por 1 hora.

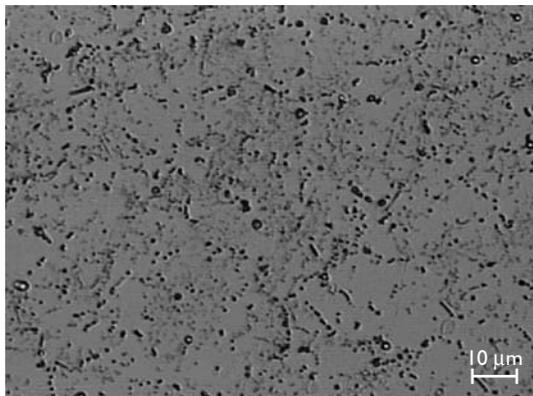


**Figura 9.** Comportamento do grau de sensitização em função da temperatura de estabilização para amostras solubilizadas a 1.100°C por 1 h e 5 h. Após a estabilização as amostras foram envelhecidas a 600°C por 24 h.

A Figura 10a apresenta a microestrutura da amostra solubilizada a 1.100°C por 1 hora, onde se pode ainda observar grande quantidade de ferrita delta, com alta concentração de nióbio. O aumento do tempo de solubilização para 5 horas promove uma maior dissolução da ferrita delta e, conseqüentemente, melhor redistribuição do nióbio. Por metalografia quantitativa, utilizando análise de diversas imagens, observa-se que o teor de ferrita delta, que na condição como fundida é de  $(14,9 \pm 3,5)\%$ , decai para  $(10,8 \pm 2,1)\%$  com a solubilização por 1 hora, e para  $(6,1 \pm 1,0)\%$  com a solubilização por 5 horas. Essa diferença microestrutural explica os valores mais baixos de  $I_r/I_a$  das amostras solubilizadas por 5 horas e estabilizadas.



(a)



(b)

**Figura 10.** Microestruturas das amostras solubilizadas por: a) 1 h; e b) 5 h.

## 4 CONCLUSÕES

Os ensaios de corrosão por polarização eletroquímica de reativação cíclica (aqui denominados de DL-EPR), realizados no aço inoxidável AISI 347 fundido, permitem concluir que um tratamento térmico de solubilização a 1.100°C, antecedendo os tratamentos térmicos de estabilização na faixa de 850°C a 950°C, é de extrema importância para utilização do material em temperaturas na faixa de 450°C a 800°C. A solubilização promove a redução do teor de ferrita delta e maior redistribuição do nióbio na austenita, o que causa uma melhor resposta ao tratamento de estabilização. Como resultado, obtém-se uma melhor resistência à corrosão intergranular.

Ao aumentar o tempo de solubilização a 1100°C, de 1 hora para 5 horas, observou-se uma maior resistência à corrosão intergranular do aço nas condições citadas, devido à maior dissolução da ferrita delta e redistribuição do nióbio na austenita.

As amostras que não foram submetidas a um tratamento prévio de solubilização apresentaram elevado índice de  $I/I_a$ , o que corresponde a um elevado grau de sensitização.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro das agências CAPES, FAPERJ e CNPq.

## REFERÊNCIAS

- 1 ENERMAN, J.; SCHWIND, M.; ANDRÉN, H.O.; NILSSON, J.O.; WILSON, A. The evolution of primary and secondary niobium carbonitrides in AISI 347 stainless steel during manufacturing and long-term ageing. **Acta Materialia**, v. 54, n. 1, p. 67-76, Jan. 2006.
- 2 PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L.; RIOS, P.R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. **ISIJ International**, v. 43, n. 2, p. 135-43, 2002.
- 3 MOURA, V.; YAE KINA, A.; TAVARES, S.S.M.; LIMA, L.D.; MAINIER, F.B. Influence of stabilization heat treatments on microstructure, hardness and intergranular corrosion resistance of the AISI 321 stainless steel. **Journal of Materials Science**, v.43, n. 2, p. 536-40, Jan. 2008.
- 4 LOPEZ, N.; CID, M.; PUIGGALI, M.; AZKARATE, I.; PELAYO, A. Application of double loop electrochemical potentiodynamic reactivation test to austenitic and duplex stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 229, n.1-2, p. 123-8, Apr. 1997.
- 5 VANDER VOORT, G.F. **Metallography: principles and practices**. New York: McGraw-Hill, 1984.
- 6 WILCOX, C.D., DOVE, S.B.; McDAVID, W.D.; GREER, D.B. UTHSCSA Image tool: version 2.00 alpha. San Antonio: Department of Dental Diagnostic Science, University of Texas Health Science Center, 2007. Disponível em: <<http://ddsdx.uthscsa.edu/dig/itdesc.html>>. Acesso em: fev 2007.

Recebido em: 7/12/07

Aceito em: 25/03/08

Proveniente de: CONGRESSO ANUAL DA AMB, 62., 2007, Vitória, ES. São Paulo: ABM, 2007.