

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS DOS MATERIAIS**

VÂNIA DA SILVA VIEIRA

**OTIMIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO AÇO AISI 298 A PARTIR DA
ENGENHARIA DE CONTORNO DE GRÃO**

Rio de Janeiro

2009

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

VÂNIA DA SILVA VIEIRA

**OTIMIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO AÇO AISI 298 A PARTIR DA
ENGENHARIA DE CONTORNO DE GRÃO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciências dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. André Luiz Pinto - D. C.

Rio de Janeiro

2009

c2009

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro - RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmear ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do autor e do orientador.

<p>620.11 Vieira, Vânia da Silva V657o Otimização das propriedades do aço inoxidável AISI 298 a partir da engenharia de contorno de grão / Vânia da Silva Vieira Rio de Janeiro : Instituto Militar de Engenharia, 2009. 86 p.: il</p> <p>Dissertação (mestrado) - Instituto Militar de Engenharia, 2009.</p> <p>1. Engenharia de contorno de grão. 2. Aço austenítico 3. Contornos CSL</p> <p>CDD 620.11</p>

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

VÂNIA DA SILVA VIEIRA

**OTIMIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO AÇO AISI 298 A PARTIR DA
ENGENHARIA DE CONTORNO DE GRÃO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciências dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Orientador: Prof. André Luiz Pinto - D. C.

Aprovada em 12 de agosto de 2009 pela seguinte Banca Examinadora:

Prof. André Luiz Pinto – D.C. do CBPF – Presidente

Prof. Luiz Paulo Brandão – D. C. do IME

Prof. Maj. José Ricardo Gomes Matheus – D. C. do IME

Paulo Roberto Oliveira Emygdio – D.C. da TECMETAL

Rio de Janeiro

2009

Aos meus pais, alicerces da minha formação.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente ao Senhor Jesus por ter me sustentado até aqui; por ser o motor que todos os dias me faz levantar, dando forças para continuar a caminhada;

Agradeço aos meus pais que tanto oraram e se sacrificaram durante a vida para que hoje eu chegasse até a conclusão deste trabalho;

Ao meu querido e amado esposo, Carlos Armando, pelo carinho, pela compreensão de tantos finais de semana que o deixei sozinho para ir ao IME, pelo incentivo imensurável e por acreditar mais em mim do que eu mesma;

A todos os meus familiares (irmã, cunhado, avós, tios e primos) que torceram para que mais um sonho em minha vida se realizasse;

Ao amigo Alan Iecker, companheiro nesta caminhada pelo incentivo e pelos incontáveis “galhos quebrados”;

Ao meu orientador, André Pinto, pela paciência, compreensão e incentivo em não me deixar desistir nunca com sua célebre frase: “Calma que no final tudo vai dar certo”. Ao mesmo tempo, falava-me: “desespere-se construtivamente” e “vai virar a noite fazendo varredura?”.

A todos os professores, pesquisadores, técnicos e demais funcionários da SE/4 que, de forma direta ou indireta, participaram da execução deste trabalho.

À Acelormittal inox do Brasil que cedeu a matéria prima para o meu trabalho;

À UFRJ pela realização dos tratamentos térmicos;

À Tecmetal que gentilmente realizou os testes de corrosão intergranular. Obrigada pela atenção!

À CAPES e à FAPERJ por ter financiado este trabalho;

Ao Exército Brasileiro, através do Instituto Militar de Engenharia, que me possibilitou a realização deste curso.

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	08
LISTA DE TABELAS	10
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	11
LISTA DE SIGLAS.....	12
1 INTRODUÇÃO	16
1.1 Posicionamento do Trabalho	16
1.2 Objetivos do Trabalho	17
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
2.1 Aços Inoxidáveis	18
2.1.1 Efeito dos Elementos de Liga.....	19
2.1.2 Aços Inoxidáveis Austeníticos Série 200.....	20
2.1.3 Metalurgia dos Aços Inoxidáveis Austeníticos.....	21
2.1.4 Resistência à Corrosão.....	22
2.1.5 Aplicações.....	23
2.2 Estrutura do Contorno de Grão.....	24
2.2.1 Caracterização dos Contornos de Grão.....	24
2.2.2 Contornos de Baixo Ângulo.....	25
2.2.3 Contornos de Alto Ângulo.....	26
2.2.4 Contornos CSL.....	26
2.3 Propriedades Especiais de Contornos do Tipo CSL de Baixo Σ	29
2.4 Propriedades dos Materiais com Elevadas Quantidades de Contornos CSL.....	32
2.5 Tratamentos Termomecânicos para Alteração do Perfil de Distribuição de Contornos de Grão.....	33
3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	39
3.1 Preparação das Amostras.....	39

3.2	Tratamentos Termomecânicos	40
3.3	Preparação Metalográfica.....	41
3.4	Observação em Microscopia Ótica.....	41
3.5	Utilização da Técnica de EBSD.....	41
3.6	Teste de Corrosão Intergranular.....	44
3.6.1	Sensitização.....	45
3.6.2	Ataque Eletrolítico.....	45
3.6.3	Observação em Microscopia Ótica.....	46
4	RESULTADOS.....	47
4.1	Microscopia Ótica.....	47
4.2	Observação em MEV/EBSD.....	55
4.3	Ensaio de Corrosão.....	67
5	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	83
6	CONCLUSÃO	88
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	89
8	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	90

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG. 2.1.1: Diagrama Fe-Cr-Ni a 900 °C.....	20
FIG. 2.2.4.1: Contorno de $\Sigma = 5$ formado a partir de duas redes cúbicas.....	27
FIG. 2.2.4.2: Eixos de desorientação para contornos CSL com $\Sigma \leq 19$	29
FIG. 2.3.1: Energia do contorno de grão X diferença de inclinação entre grãos vizinhos com e sem segregação de soluto.....	30
FIG 2.3.2: Energia do contorno de grão x Diferença de inclinação entre grãos vizinhos com e sem segregação de soluto.....	31
FIG. 2.5.1: Influência de diferentes deformações e tempos de recozimento a 900 °C na fração de contornos CSL.....	36
FIG. 2.5.2: Contornos de grãos constituídos a partir de EBSD.....	38
FIG 3.1.1: Perspectiva de corte das amostras.....	39
FIG 3.5.1: Arranjo experimental normalmente utilizado para análises de EBSD.....	42
FIG. 4.1.1: (A) Seção Normal do aço 298 (B) Seção Transversal do aço 298.....	47
FIG. 4.1.2: Amostra 298 ECG_10 min (A) Seção Normal (B) Seção Transversal.....	49
FIG. 4.1.3: Amostra 298 ECG_20 (A) Seção Normal (B) Seção Transversal.....	50
FIG. 4.1.4: Amostra ECG_40 (A) Seção Normal (B) Seção Transversal.....	51
FIG. 4.1.5: Amostra ECG_80 (A) Seção Normal (B) Seção Transversal.....	52

FIG. 4.1.6: Amostra ECG_160 (A) Seção Normal (B) Seção Transversal.....	54
FIG.4.2.1: Triângulo de Referência	55
FIG.4.2.2: Amostra 298 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos (E) Histograma com fração de contornos CSL.....	56
FIG.4.2.3: Amostra ECG_10 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL	58
FIG.4.2.4: Amostra ECG_20 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL	60
FIG.4.2.5: Amostra ECG_40 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL	62
FIG.4.3.6: Amostra ECG_80 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL	64
FIG.4.2.7: Amostra ECG_160 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL	66
FIG.4.3.1: Aço 298 como recebido	68
FIG.4.3.2: Aço 304 como recebido.....	68
FIG.4.3.3: Amostra ECG_10 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X.....	69
FIG.4.3.4: Amostra ECG_20 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X.....	70
FIG.4.3.5: Amostra ECG_40 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X.....	71

FIG.4.3.6: Amostra ECG_80 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X.....	72
FIG.4.3.7: Aço ECG_160 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X.....	73
FIG.4.3.8: Aço 298 sensitizado.....	74
FIG. 4.3.9: Aço 304 sensitizado.....	75
FIG.4.3.10: Amostra ECG_10 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X.....	76
FIG.4.3.11: Amostra ECG_20 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X.....	77
FIG.4.3.12: Amostra ECG_40 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X.....	79
FIG.4.3.13: Amostra ECG_80 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X.....	80
FIG.4.3.14: Amostra ECG_160 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X.....	82
FIG 5.1: Variação do tamanho de grão com o tratamento.....	84
FIG 5.2: Variação dos contornos CSL $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 27$ e CSL total com o tratamento.....	86

LISTA DE TABELAS

TAB.2.1.3.1: Composição química nominal dos aços austeníticos 2XX e do aço 304.....	22
TAB. 2.3.4.1: Par eixo-ângulo correspondente aos contornos CSL até $\Sigma = 29$ no sistema CCC.....	28
TAB. 2.5.1 Tratamentos termomecânicos realizados por Fang.....	37
TAB. 3.1.1 Composição química percentual dos aços 298 e 304.....	40
TAB. 5.1 Variação do G com o tratamento e TG correspondente.....	84
TAB. 5.2 Valor médio e desvio padrão dos contornos CSL $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 27$ e CSL total com o tratamento.....	85

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

EQ - Equação

FIG - Figura

TAB - Tabela

SÍMBOLOS

$\Delta\theta$ - Diferença de orientação entre dois grãos vizinhos

Σ - Recíproco da densidade de átomos comuns às redes de dois grãos vizinhos

b - Módulo do vetor de Burgers

T_F - Temperatura de Fusão

LISTA DE SIGLAS

- EBSD “Electron Backscattering Diffraction” (Difração de Elétrons Retroespalhados)
- EBSP “Electron Backscattering Pattern” (Padrão Resultante de Elétrons Retroespalhados)
- IME Instituto Militar de Engenharia
- MEV Microscópio Eletrônico de Varredura
- MIO Microscopia de Imagem por Orientação
- ECG Engenharia do Contorno de Grão
- CSL “Coincidence Site Lattice” (rede de sítios de coincidência)
- SCC “Stress Corrosion Cracking” (trincamento atribuído à corrosão sob tensão)
- GBCD “Grain Boundary Character Distribution” (Distribuição característica de contornos de grãos)
- AISI “American Iron and Steel Institute”
- UNS “Unified Numbering System”
- MIO “Mapa de Imagem por Orientação”

RESUMO

A Engenharia de Contorno de Grão tem sido definida como um controle da cristalografia do contorno de grão através de tratamentos termomecânicos. Esta não tem sido completamente utilizada como um meio de controlar a microestrutura e as propriedades. Este trabalho visa aumentar a quantidade de contornos CSL (coincidence site lattice) do aço inoxidável austenítico 298, uma liga onde parte do níquel foi substituída por manganês resultando num material mais barato. O material original foi uma chapa comercial e os tratamentos consistiram de laminação com baixa deformação seguida de recozimento em diferentes tempos. O efeito dos tratamentos sobre algumas propriedades sensíveis a fenômenos que ocorrem nos contornos de grãos foi comparado com as propriedades exibidas pelo aço inoxidável AISI 304. Então, a resistência à corrosão intergranular foi avaliada e nenhum dos materiais revelou alguma tendência à sua ocorrência assegurando, então, que os tratamentos não causaram precipitação de carbonetos nos contornos. Assim, esta avaliação foi feita em condições diferentes propensas à sensitização. Embora os aços 298 e 304 originais tenham sofrido sensitização, alguns dos tratamentos realizados suprimiram completamente este fenômeno.

ABSTRACT

Grain boundary engineering has been defined as the control of grain boundary crystallography through thermomechanical treatment. It has not been fully exploited as a means of controlling materials microstructure and properties. This work aimed on the increase on the amount of CSL (coincidence site lattice) of 298 austenitic stainless steel, an alloy where part of the nickel commonly is substituted by manganese resulting in a cheaper material. The original material was a commercial sheet and the treatments consisted of low strain applied through cold rolling followed by annealing at different times. The effect of such treatments over some material property sensitive to grain boundary phenomena has been sought with the concern of compare it with respect to the properties exhibited by AISI 304 stainless steel. So, intergranular corrosion resistance has been evaluated and none of the materials have revealed any tendency to it, what has assured that the treatments performed have not caused any grain boundary precipitation. Then it was evaluated if the different conditions were prone to sensitization. Although, the original 298 and 304 steels suffered from sensitization, some of the treatments tested have almost suppressed this phenomenon.

1. INTRODUÇÃO

1.1 POSICIONAMENTO DO TRABALHO

Ultimamente, o preço de aços inoxidáveis austeníticos que têm o níquel como principal elemento de liga tem aumentado proporcionalmente a sua quantidade devido ao alto custo deste elemento. O aço austenítico mais comumente utilizado é do tipo 304 que tem em sua composição nominal 18% de cromo e 8% de níquel (BERGSTROM, 2005).

Com o objetivo de diminuir custos, novas ligas substituindo o níquel por outros elementos têm sido desenvolvidas, os aços inoxidáveis série 200 são um bom exemplo.

Constitui uma preocupação constante da indústria metalúrgica a descoberta de ligas que apresentem alto limite de resistência à tração, alto limite de escoamento, alta resistência mecânica, alta resistência à corrosão, à fadiga, à fluência, alta condutividade elétrica, conformabilidade e, principalmente, menor custo. Porém, dificilmente obtém-se uma ótima propriedade sem detrimento de outras. Assim, deve-se alcançar a maior relação custo-benefício possível dentre as propriedades necessárias a uma determinada aplicação.

Watanabe (1999) propôs que o controle e otimização de um novo parâmetro microestrutural, a distribuição característica de contornos de grãos – GBCD (*grain boundary character distribution*) pode ser a chave para alcançar propriedades mecânicas desejáveis em materiais policristalinos. Em seu trabalho, mostrou a importância dos efeitos estruturais dos contornos de grão para o controle da fratura intergranular em diferentes tipos de materiais. A partir de então, a relação entre a GBCD e as propriedades dos materiais tem sido cada vez mais utilizada, o que se convencionou chamar de *Engenharia do Contorno de Grão*. Com base neste estudo, utilizando a engenharia de contorno de grão, pode-se alcançar uma microestrutura de contorno de grão que proporcione a um aço mais barato, ou seja, com menor teor de níquel – no caso, o 298 – as mesmas propriedades do aço 304.

1.2 OBJETIVOS DO TRABALHO

Este trabalho tem por objetivo, através da engenharia de contorno de grão, aumentar a fração de contornos CSL do aço inoxidável austenítico 298, demonstrar a influência da densidade de contornos CSL sobre fenômenos como a sensitização e alcançar meios para atingir um perfil ótimo destes contornos diminuindo, assim, susceptibilidade a corrosão intergranular.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

Aços comuns reagem com ar formando uma camada porosa de óxido de ferro que permite a contínua oxidação do aço formando a corrosão. Elementos de liga podem ser adicionados à liga ferro-carbono a fim de impedir o fenômeno da corrosão.

Aços inoxidáveis constituem a opção natural quando se deseja resistência à corrosão. Tal propriedade deve-se à presença do cromo em sua composição química que, quando em contato com a atmosfera, reage com o oxigênio formando uma camada protetora de óxido de cromo, o que impede a corrosão do aço em condições atmosféricas. De maneira geral, quanto maior a quantidade de cromo na liga, maior será sua resistência à corrosão. De modo simples, podem-se definir os aços inoxidáveis como ligas ferro-carbono com no mínimo 12 % de cromo.

Existem basicamente quatro grupos de aços inoxidáveis que são separados de acordo com a microestrutura formada, são eles:

- *Aços Inoxidáveis Martensíticos:* Contêm entre 12 e 17%. Esses aços permitem a formação da martensita, após um resfriamento rápido, a partir do campo austenítico. A microestrutura martensítica é caracterizada por apresentar alta dureza e fragilidade, pior soldabilidade e menor trabalhabilidade quando comparado às demais classes.
- *Aços Inoxidáveis Ferríticos:* Contêm de 16 a 30% de cromo. Após resfriamento rápido, a microestrutura formada é a ferrita que é caracterizada por ser macia e tenaz. Esses aços apresentam resistência à corrosão maior do que os martensíticos e não podem ser endurecidos por tratamento térmico, apenas por trabalho a frio. Embora apresentem baixo encruamento, são comumente utilizados na condição de recozidos.
- *Aços Inoxidáveis Austeníticos:* A grande maioria dos aços austeníticos tem como principais elementos de liga cromo e níquel, atuando o níquel como um

estabilizador da fase austenítica. No entanto, a escassez de níquel e sua consequente elevação de preço levaram ao desenvolvimento de ligas cromo–manganês–níquel, sendo parte do níquel substituída pelo manganês, que também atua como estabilizador da austenita. De todos os grupos de aços, esses possuem maior resistência à corrosão. Além disso, possuem baixo limite de escoamento e grande encruamento, oferecendo boas propriedades para trabalho a frio. Por não poderem ser endurecidos por tratamentos térmicos, sua resistência à tração e à dureza pode ser aumentada apenas por encruamento.

- *Aços Inoxidáveis Duplex*: São ligas que geralmente possuem praticamente as mesmas proporções das fases ferrita e austenita, sendo baseadas no sistema Fe-Cr-Ni e caracterizadas pelo baixo teor de carbono ($< 0,03\%$) e por adições de tungstênio, molibdênio, cobre e nitrogênio. Das vantagens dos aços duplex sobre os demais podem-se destacar: a resistência mecânica (aproximadamente o dobro), maiores tenacidade e ductilidade (em relação aos ferríticos) e uma maior resistência à corrosão por cloretos.

Os aços inoxidáveis são normalmente designados pelos sistemas de numeração do American Iron and Steel Institute (AISI), Unified Numbering System (UNS) ou por designação própria do proprietário da liga. Entre estes, o sistema da AISI é o mais utilizado. Nele, a maioria dos graus de aços inoxidáveis possui uma classificação com três dígitos. Os aços austeníticos fazem parte das séries 200 e 300, enquanto que a série 400 designa tanto aços ferríticos quanto martensíticos.

2.1.1 EFEITO DOS ELEMENTOS DE LIGA

O diagrama abaixo mostra os efeitos dos principais elementos de liga no diagrama de fases utilizado na composição do aço em estudo. O cromo atua como um estabilizador da ferrita enquanto o níquel atua como estabilizador da austenita.

- Diagrama ferro-cromo-níquel:

A estabilidade das fases depende da quantidade de cada elemento de liga. Desta forma diferentes microestruturas e, conseqüentemente, propriedades podem ser alcançadas variando

a quantidade de um em detrimento ao outro. Então, é de suma importância uma análise feita considerando os três elementos a partir de um único diagrama de fases que os contenha. A partir da análise da figura abaixo que mostra o diagrama ternário Fe-Cr-Ni à temperatura de 900°C pode-se notar como a adição do níquel afeta o sistema ferro-cromo.

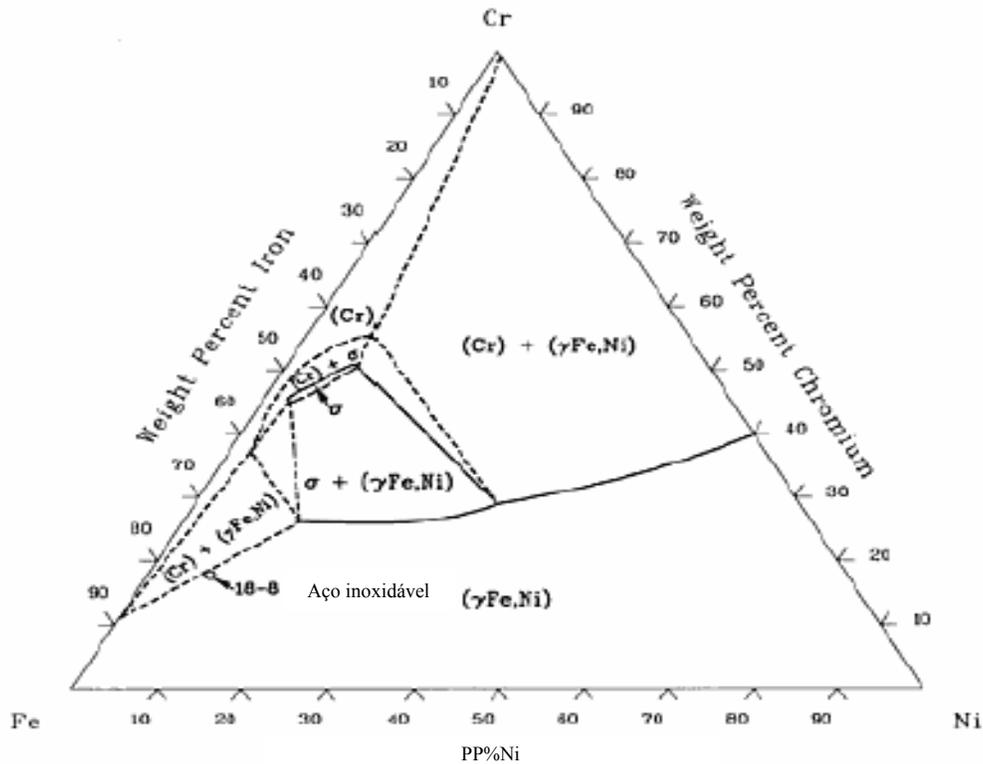


FIG 2.1.1: Diagrama de fases ferro-cromo-níquel a 900°C (ASM HANDBOOK,)

2.1.2 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS SÉRIE 200

Os aços austeníticos têm quantidades suficientes de cromo e níquel (ou manganês) para estabilizar a austenita, o que fornece a estes aços boas propriedades de plasticidade e ductilidade. Estes aços podem ser altamente duráveis e resistentes à corrosão, baixa tensão de escoamento, limite de resistência à tração relativamente alto e boa soldabilidade (ISSF, 2005).

Desenvolvido inicialmente na Ásia, especificamente na China, o aço inoxidável austenítico da série 200 tem sido amplamente utilizado no lugar de aços 300 para determinados fins. Estes aços apresentam redução significativa de níquel e cromo. A adição

de manganês, combinada com nitrogênio, pode ter o mesmo efeito estabilizador da austenita que o níquel. Além disso, certas classes (séries 201, 202 e 205) podem ter propriedades mecânicas (tensão de escoamento) 30 % maior do que os aços 304. Como o cromo é um estabilizador da fase ferrítica e o níquel da fase austenítica, ao se reduzir o teor de níquel da liga, reduz-se a máxima quantidade de cromo possível nesta, do contrário, a liga poderia ter sua microestrutura modificada deixando de ser austenítica tornando-se ferrítica. Porém, ao se reduzir o cromo, diminui também a resistência à corrosão devido à redução da camada protetora formada, limitando as aplicações desta liga.

2.1.3 METALURGIA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

A TAB 2.1.3.1 mostra a composição química dos aços inoxidáveis austeníticos com as quantidades máximas e mínimas de cada elemento presente na liga.

Tabela 2.1.3.1: Composição Química Nominal dos Aços Austeníticos 2XX e do aço 304 (ISSF,2005).

CLASSE	COMPOSIÇÃO QUÍMICA:					
	C	Mn	Cr	Ni	N	Cu
AISI 201 / UNS S20100	0.15 max	5.50 - 7.50	16.0 - 18.0	3.50 - 5.50	0.25 max	-
AISI 202 / UNS S20200	0.15 max	7.50 - 10.0	17.0 - 19.0	4.00 - 6.00	0.25 max	-
UNS S20430 / 204 Cu	0.15 max	6.50 - 9.0	15.5 - 17.5	1.5 - 3.5	0.05 - 0.25	2.0 - 4.0
UNS S20500	0.12 - 0.25	14.0 - 15.50	16.5 - 18.0	1.0 - 1.75	0.32 - 0.40	-
304 / UNS S30400	0.08 max	2.0 max	18.0 - 20.0	8.0 - 10.5	-	-

2.1.4 RESISTÊNCIA À CORROSÃO

Como já citado anteriormente, devido à redução da quantidade de níquel, o aço inoxidável austenítico série 200 tem sua máxima quantidade possível de cromo reduzida, uma vez que o cromo é um estabilizador da fase ferrítica. Espera-se, então, que este apresente menor resistência à corrosão em relação ao clássico 304.

Testes de corrosão mostram que em atmosferas mais agressivas, maiores quantidades de cromo são necessárias para manter a camada protetora. Sendo assim, tais ligas não são indicadas para aplicações em ambientes marinhos, por exemplo (BERGSTROM, 2005).

Na seleção de uma liga deve-se considerar tanto sua resistência à corrosão geral e localizada (pites) quanto a sua resistência ao trincamento devido à corrosão sob tensão, SCC (Stress Corrosion Cracking). Ligas austeníticas são susceptíveis a SCC na presença de íons tais como cloretos, brometos, fluoretos e iodetos. Tensões internas residuais e elevadas temperaturas promovem o trincamento devido à corrosão sob tensão destas ligas. Numa aplicação em que a liga AISI 201 é submetida a um trabalho contínuo, a temperatura de oxidação superficial é 1550°F (843,3°C). Se a mesma liga for submetida a ciclos em que sua camada de proteção sofre expansão e contração devido a sucessivos processos de aquecimento e resfriamento, sua temperatura de oxidação superficial decresce para 1400°F (760 °C) (BERGSTROM, 2005).

Alguns autores (ABOU-ELAZM, 2009) acreditam que a corrosão sob tensão normalmente se inicia a partir de alguma forma de corrosão localizada, trincas começando a partir de áreas com corrosão intergranular que criam um concentrador de tensão necessário ao trincamento. No caso mais simples de corrosão sob tensão, a trinca se origina nos contornos de grãos normais à tensão aplicada. (ABOU-ELAZM, 2009)

Um dos fenômenos mais indesejáveis nos aços inoxidáveis é a sensitização. Tal fenômeno faz com que os aços percam suas propriedades inoxidáveis uma vez que parte do cromo que formaria a camada protetora se liga ao carbono formando carboneto de cromo. Esta precipitação ocorre no contorno de grão deixando zonas adjacentes a este empobrecidas de cromo levando à corrosão intergranular. No caso dos aços austeníticos, a sensitização ocorre

quando estes são expostos a temperaturas entre 400°C a 800°C.

Estudando o aço 304, A. Abou-Elazm (2009) mostrou que uma vez que a trinca se iniciou, a variação dos níveis de cromo de um contorno de grão para outro irá controlar o caminho da trinca. Pode-se dizer, então, que a sensitização controla não somente a susceptibilidade à corrosão sob tensão, mas também contribui para a seleção do caminho da trinca.

2.1.5 APLICAÇÕES

Devido à excelente combinação de propriedades como resistência mecânica, conformabilidade, resistência à corrosão, boa aparência e, além disso, baixo custo, ligas da série 200 têm sido utilizadas para os mais diversos fins, pois apresentam grandes vantagens em relação a outras ligas inoxidáveis (BERGSTROM, 2005), são elas:

- Resistência mecânica: A alta resistência mecânica dessas ligas provém de um aumento na taxa de encruamento em relação ao aço 304. Assim, tais ligas podem ser utilizadas na fabricação de estruturas de carrocerias de caminhões, trens, carros etc.
- Aparência: A série 200 tem a mesma aparência quando comparada a outros aços austeníticos. Então, é indicada para acabamentos onde se deseja explorar a estética do aço inoxidável.
- Resistência à Corrosão: A boa resistência à corrosão em diversos ambientes permite a utilização do aço 200 em revestimentos interiores de máquinas de lavar, instrumentos de sopro etc.
- Conformabilidade: As características de conformabilidade são decisivas na escolha do material que se vai utilizar durante a fabricação de utensílios de aço inox.

2.2 ESTRUTURA DO CONTORNO DE GRÃO

Muitos fatores como a composição química e estrutura afetam as propriedades dos materiais. Entre os fatores estruturais existentes (estruturas de discordâncias, dispersão de precipitados finos, inclusões) o contorno de grão é o componente mais importante entre as interfaces internas dos materiais policristalinos.

2.2.1 CARACTERIZAÇÃO DOS CONTORNOS DE GRÃO

Por separar grãos adjacentes que se distinguem por uma desorientação relativa entre suas redes cristalinas, porém com mesma composição química e cristalografia, o contorno de grão pode ser caracterizado como um defeito planar do arranjo de átomos. Cada contorno de grão pode ser descrito por um eixo comum às redes cristalinas, por uma rotação angular que leva uma rede a coincidir com a outra, somada a um vetor normal ao plano do contorno. Dessa forma, pode-se caracterizar um contorno pela orientação relativa entre as redes adjacentes e pela inclinação do plano do contorno.

2.2.2 CONTORNOS DE BAIXO ÂNGULO

Um contorno de baixo ângulo é um contorno de grão formado pelo ordenamento de discordâncias alinhadas perpendicularmente ao plano de deslizamento, de modo que a rede de um lado do contorno está desorientada por um pequeno ângulo θ em relação ao outro lado do contorno, tal que:

$$\theta \approx b / h \quad \text{EQ. 1}$$

Onde b é o módulo do vetor de Burgers e h o espaçamento entre as discordâncias.

A energia do contorno é dada por:

$$\gamma_S = \gamma_0 \theta (A - \ln \theta) \quad \text{EQ. 2}$$

$$\gamma_0 = Gb/4\pi(1 - \nu)$$

$$A = 1 + \ln (b/2\pi r_0)$$

$$b \leq r_0 \leq 5b \text{ e } \theta \leq 15^\circ$$

A partir da EQ.2 nota-se que existe uma restrição para a formação dos contornos de baixo ângulo, uma vez que a energia do contorno aumenta com o aumento da desorientação (HUMPHREYS, 1995). O limite de 15° corresponde ao momento em que a densidade de discordâncias torna-se tão alta que o espaçamento entre as mesmas é menor do que o vetor de Burgers, b . Assim, a ocorrência de contornos de baixo ângulo dependerá da estrutura cristalina, da energia de falha de empilhamento, da temperatura, do nível de deformação e da taxa de deformação.

2.2.3 CONTORNOS DE ALTO ÂNGULO

Contornos que apresentam $\theta > 10 - 15^\circ$ e que têm uma estrutura relativamente aberta devido a ligações interatômicas quebradas ou altamente distorcidas são ditos *contornos de grãos de alto ângulo*. Dessa forma, a energia média associada aos contornos de grãos de alto ângulo é dada por:

$$\gamma_b \approx 1/3 \gamma_{sv} \quad \text{EQ. 3}$$

Onde γ_{sv} = energia média da superfície livre

2.2.4 CONTORNOS CSL

É um tipo especial de contorno de grão em que seu modelo geométrico é baseado na formação de uma rede de sítios que pertencem às duas redes adjacentes quando interpenetradas, possuindo uma desorientação relativa entre si bem determinada (PAVEL, 2003).

A natureza complexa das forças interatômicas e dos mecanismos de relaxação em contornos de grão e contornos de fase motivou o desenvolvimento de critérios geométricos simples associados a contornos de baixa energia (SUTTON e BALLUFFI, 1987). Por critério geométrico, quer-se dizer que não se está levando em conta a interação física entre os átomos da interface. A rigor, a descrição geométrica total de um contorno de grão é um problema com cinco graus de liberdade que pode ser descrito por:

- Um eixo comum às redes cristalinas adjacentes juntamente com um ângulo de rotação que leva uma rede a coincidir com a outra;
- Um vetor normal ao plano do contorno.

A caracterização de contornos de grãos individuais é feita a partir da densidade recíproca de redes de sítios coincidentes (Coincidence Sites Lattice – CSL), Σ . Baixos valores de Σ (alto grau de coincidência entre dois grãos) indicam alta densidade de sítios coincidentes. A FIG 2.2.4.1 mostra um contorno de $\Sigma=5$ formado a partir de duas redes cúbicas de corpo centrado rodadas de $36,9^\circ$ em torno do eixo $\langle 001 \rangle$ onde os círculos negros denotam os sítios de coincidência entre as redes branca e cinza. O valor $\Sigma=5$ significa, então, que um em cada cinco sítios pertencem a ambas as redes.

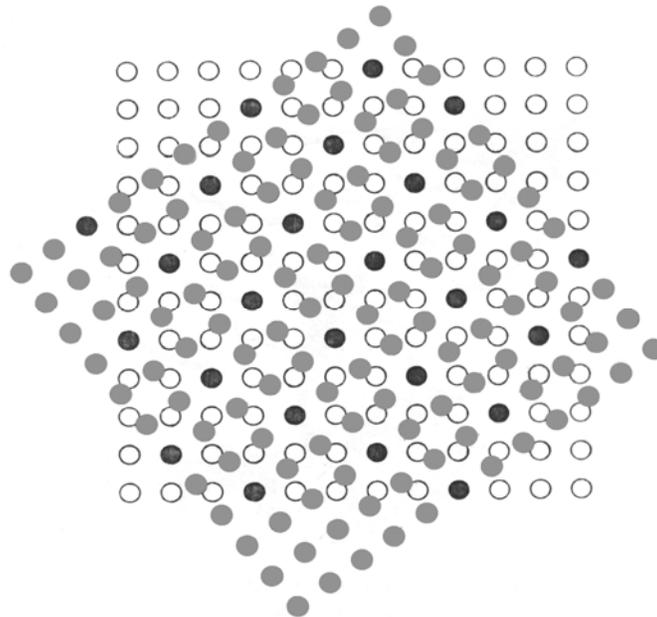


FIG 2.2.4.1 - Contorno de $\Sigma=5$ formado a partir de duas redes cúbicas de corpo centrado rodadas de $36,9^\circ$ em torno do eixo $\langle 001 \rangle$ (HUMPHREYS, 1995).

A TAB 2.2.4.1 apresenta os possíveis pares eixo-ângulo para valores de Σ até 21.

TAB 2.2.4.1: Par eixo-ângulo correspondente aos contornos CSL até $\Sigma=21$ no sistema CCC. (HUMPHREYS, 1995)

Σ	θ	Eixo
1	0	Qualquer um
3	60	<111>
5	36,87	<100>
7	38,21	<111>
9	38,94	<110>
11	50,48	<110>
13a	22,62	<100>
13b	27,8	<111>
15	48,19	<210>
17a	28,07	<100>
17b	61,93	<221>
19a	26,53	<110>
19b	46,83	<111>
21a	21,79	<111>
21b	44,4	<211>

Na prática, admite-se uma tolerância em relação à rotação exata, já que foi observado o

FIG 2.2.4.2: Eixos de desorientação para CSL com $\Sigma \leq 19$ (BRANDON, 1966).

2.3 PROPRIEDADES ESPECIAIS DE CONTORNOS DO TIPO CSL DE BAIXO Σ

Contornos de grãos do tipo CSL com baixo Σ possuem melhores propriedades físicas e químicas quando comparados aos contornos com alto Σ ou contornos que não são CSL. Estas propriedades incluem menor energia, difusividade e resistividade elétrica, maiores mobilidade e resistência à corrosão, à fratura, à fluência e à cavitação (BRANDON, 1966).

A partir dos modelos vistos até agora, poder-se-ia esperar que a energia do contorno fosse mínima para uma relação de exata coincidência e que esta energia poderia aumentar com o aumento da desorientação. No entanto, a correlação entre a geometria e a energia de um contorno não é linear. A figura abaixo, FIG 2.3.1, mostra cúspides de baixa energia encontradas somente em contornos com $\Sigma = 3$ (macla coerente) e $\Sigma = 11$ e que as cúspides esperadas para $\Sigma = 5$ e $\Sigma = 9$ não são detectadas (PALUMBO, 1995).

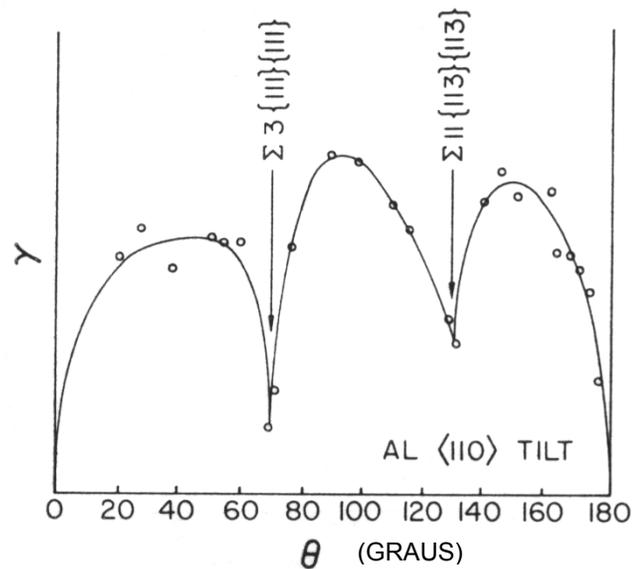


FIG 2.3.1: Energia medida do contorno de grão x Ângulo de inclinação entre grãos vizinhos (PALUMBO, 1995).

Palumbo e Aust (1995) argumentam que esta ausência de certas cúspides de baixa energia pode, em alguns casos, ser devido à insensibilidade da técnica de medida e, em outros, ser devido a pequenas quantidades de impurezas. Existem evidências de que a energia e, provavelmente, a estrutura destes contornos são afetadas pela segregação de impurezas, o que faz do controle da segregação de solutos uma importante ferramenta para alcançar propriedades dos contornos CSL de baixo Σ desejadas. Além disso, as propriedades de um material policristalino podem ser melhoradas através do controle do aumento e da distribuição desses contornos.

A FIG 2.3.2 sugere que se uma concentração suficientemente forte de soluto está presente no material solvente, a diferença entre as energias dos contornos CSL de baixo Σ e alto Σ diminui. Além disso, observa-se também que a segregação de solutos no contorno de grão reduz o número de contornos de baixa energia.

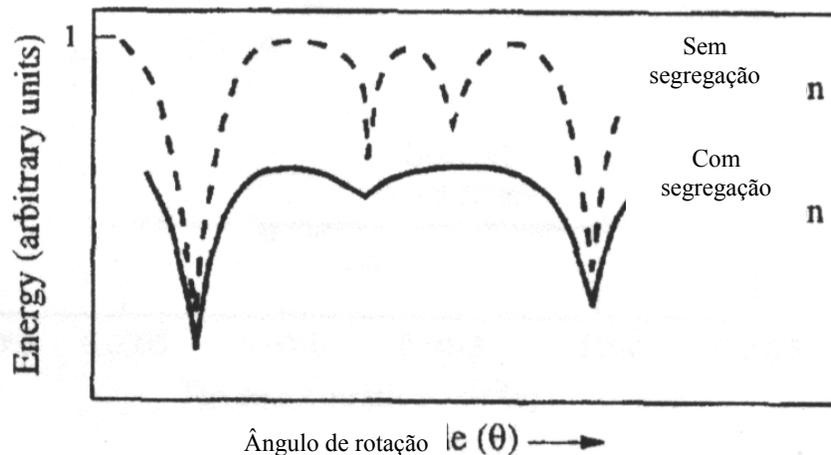


FIG 2.3.2: Energia do contorno de grão x Diferença de inclinação entre grãos vizinhos com e sem segregação de soluto (PALUMBO, 1995).

Experimentos utilizando bicristais de refino de zona mostraram que a mobilidade de contornos de grão de baixo Σ é maior e menos dependente da temperatura do que em contornos de alto Σ na presença de interações contorno de grão-soluto. A propriedade característica do contorno de grão de baixo Σ , ou seja, seu bom ajuste atômico e menor energia resultam numa menor interação entre este contorno e o soluto. Quando dois cristais estão exatamente numa relação de coincidência ideal existe uma pequena deformação elástica

fora da região central do contorno. Os átomos do soluto poderiam ser absorvidos somente nesta região central. Como resultado de uma estrutura um tanto relaxada desta região central, a difusão dos átomos do soluto é relativamente fácil e os átomos do soluto podem migrar com o contorno sem um retardamento significativo (PALUMBO, 1995).

Palumbo e Aust (1990) realizaram estudos eletroquímicos a 303K para determinar a aplicabilidade do modelo CSL para a corrosão intergranular em contornos de grãos de Ni policristalino 99,999% contendo diferentes quantidades de enxofre. Neste estudo, os contornos de grãos especiais, CSL, de baixo Σ se mostraram mais resistentes à iniciação da corrosão localizada.

2.4 PROPRIEDADES DOS MATERIAIS COM ELEVADAS QUANTIDADES DE CONTORNOS CSL

A experiência mostra que materiais com altas densidades de contornos especiais têm várias de suas propriedades melhoradas. Por exemplo, Shimada (2002) mostrou que uma distribuição ótima de contornos de grãos envolve alta frequência de contornos CSL distribuídos homogeneamente e que a consequente distribuição descontínua de contornos randômicos pode criar uma alta resistência à corrosão intergranular.

Spigarelli (2003) mostrou que é possível através da engenharia de contorno de grão, ECG, melhorar as propriedades de fluência do aço 304. Em testes de fluência com carregamento constante a 923 K, a taxa de deformação foi duas ordens de grandeza menor do que a medida em aços com uma composição similar, mas com contornos de grãos convencionais.

Alexandrea et al (2000) estudaram os fatores que influenciam na corrosão intergranular sob tensão de ligas Ni-16Cr-9Fe-xC e procuraram buscar tratamentos termomecânicos capazes de otimizar esta propriedade através da otimização da distribuição característica de contornos de grãos. Neste trabalho, mostraram que os contornos “especiais” são menos susceptíveis a trincas do que os contornos de alto ângulo.

Thaveeprungsriporn (1997) mostrou que a tensão de escoamento de ligas Ni-16Cr-9Fe a 360°C num regime de deformação plástica baixo pode melhorar com o aumento do número de contornos CSL. Além disso, o aumento na tensão de escoamento está diretamente relacionado

com a diferença na densidade de discordâncias extrínsecas entre contornos CSL e contornos de grãos de alto ângulo, pois é energeticamente mais favorável a absorção de discordâncias num contorno de alto ângulo do que num contorno CSL, que é uma estrutura altamente ordenada.

2.5 TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS PARA ALTERAÇÃO DO PERFIL DE DISTRIBUIÇÃO DE CONTORNOS DE GRÃO

Uma vez que contornos CSL são menos suscetíveis a estes fenômenos de degradação, altas concentrações destes contornos tendem a melhorar muitas propriedades desejadas. Vários estudos têm sido realizados com o objetivo de aumentar a proporção dos contornos CSL através de tratamentos termomecânicos. Primeiramente, a distribuição dos contornos CSL é governada pela textura. Além disso, existem outros métodos pelos quais se consegue uma melhor distribuição dos contornos CSL (RANDLE, 1997):

- *Maclagem*: Através de maclas de recozimento pode-se desenvolver uma população mais favorável de contornos de grãos. Sob certas condições pode-se deflagrar a formação de maclas em contornos de grão mais favoravelmente orientados, resultando na formação de três novos contornos, incluindo maclas coerentes e incoerentes. No entanto, um contorno de macla só irá se formar se a energia associada com a configuração interfacial após a maclagem for menor do que na configuração original.
- *Rotação do Grão*: Tem sido observada experimentalmente em materiais bidimensionais e tridimensionais durante tratamentos térmicos curtos a baixas temperaturas. Devido a constrições envolvidas, rotação de grão é um efeito preferencialmente de superfície.
- *Rotações locais da rede*: A partir da deformação ou acomodações de constrições próximas a interfaces de grãos nos policristais, ocorre uma rotação e curvatura da rede no interior do grão.

- *Rotação e recuperação do contorno de grão:* A orientação do plano dos contornos de grãos dentro de uma dada desorientação entre dois grãos tem um grande efeito na energia livre do contorno e sobre o potencial de rotação no plano do contorno, ao invés do grão, em posições que minimizem a energia. A rotação do contorno de grão pode ser assistida pela recuperação do contorno de grão, em que discordâncias na rede são assimiladas dentro da estrutura do contorno que será inevitavelmente envolvida em alguma rotação do plano do contorno.

Randle (1997) propôs os seguintes tratamentos térmicos para aumentar o número de maclas em materiais cúbicos de face centrada com baixa energia de falha de empilhamento:

- *Recristalização iterativa:* Através de um tratamento termomecânico repetitivo em que se busca manter o tamanho de grão pequeno e uma textura aproximadamente randômica, Randle conseguiu aumentar a proporção de contornos $\Sigma 3^n$. Por exemplo, em cobre, um tratamento de 3 passos seqüenciais sucessivos de 30% de deformação seguidos de recristalização a 375°C por 10 minutos resultou em 58% de $\Sigma 3$ e um tratamento de 5 passos seqüenciais sucessivos de 20% de deformação seguidos de recristalização a 750°C por 5 minutos resultou em 45% de $\Sigma 3$ e 7% de $\Sigma 9$.
- *Recristalização em uma etapa:* Um recozimento curto em altas temperaturas após níveis médios de deformação pode produzir uma alta densidade de maclas com pequeno tamanho de grão.
- *Recozimento Iterativo após Deformação:* Se sobre o material for aplicada uma baixa deformação (até 6%), a porcentagem de contornos $\Sigma 3^n$ durante recozimentos subseqüentes sem recristalização aumenta. Por exemplo, para o cobre, o tratamento em que se obtiveram melhores resultados foi 6% de compressão seguida por 14h a 275°C e 7h a 375°C resultando em 67% de $\Sigma 3$ e 9% de $\Sigma 9$.
- *Recozimento após Deformação em uma Etapa:* A cristalografia dos contornos de grãos pode ser alterada com um único recozimento após uma pequena deformação ou utilizando deformações residuais presentes após recristalização. Esta evidência pode ser verificada a partir do alinhamento cristalográfico dos planos dos contornos de grãos e pela produção de uma população de contorno de grão em que os contornos $\Sigma 3^n$ estão mais próximos da configuração exata CSL.

Shimada (2002) buscou aperfeiçoar os parâmetros dos tratamentos termomecânicos utilizados até então a fim de conseguir uma distribuição favorável de contornos de grãos em aços inoxidáveis 304 e uma alta resistência à corrosão intergranular através da engenharia de contorno de grão. Para isso, manteve o espécime por 30 min a 1323 K. O tratamento termomecânico foi realizado com trabalho a frio seguido de recozimento. Uma pré-deformação foi aplicada com uma redução na espessura que variava de 0% a 60%. O espécime pré-deformado foi recozido em temperaturas que variavam de 1200 K a 1600 K e temperado em água.

A distribuição característica de contorno de grão foi examinada a partir do mapa de imagem por orientação (MIO) e o critério de Brandon foi adotado na caracterização dos contornos de grãos. Os MIO's dos espécimes tratados termomecanicamente mostraram o efeito da redução do espécime na frequência dos contornos CSL. Os resultados mostraram que uma redução em torno de 5 % resultou num mínimo grau de sensitização durante o teste de resistência à corrosão intergranular (DL-EPR) e um máximo na frequência de contornos CSL. Além disso, recozimentos a 1200 K por 72 h foram os que proporcionaram os melhores resultados quanto à distribuição característica de contornos de grãos e, conseqüentemente, quanto à resistência à corrosão intergranular.

Pinto, A.L. (2007) mostrou que processos com baixas deformações plásticas seguidas por recristalização e ciclos de baixa deformação e recozimento aumentaram de 4% para 63% a fração de contornos CSL, considerando todos os tratamentos realizados. No entanto, não é só a quantidade final de contornos CSL que deve ser considerada para classificar um tratamento como ótimo. Em seu estudo, a melhor relação de compromisso entre a fração de contornos CSL e o tamanho de grão foi obtida a partir do tratamento de recristalização seguida de baixa deformação e recozimento em baixas temperaturas por longos tempos.

Shuang Xia (2008) mostrou que um único passo de tratamento termomecânico com laminação a frio menor do que 10% e recozimento a altas temperaturas por curto intervalo de tempo pode aumentar a densidade de contornos CSL de baixo Σ em ligas 690 (Ni-30Cr-10Fe), o que leva a menor perda de massa em testes de corrosão intergranular.

Fang (2008) investigou a influência da redução da espessura variando de 6 % até 50 % e recozimento a altas temperaturas, 900 °C, por tempos de 2h, 24h, 48h, 96h e 118h. Utilizando o critério de Brandon para definir os contornos CSL, Fang (2008) mostrou que recozimentos realizados durante 2 h e 24 h seguidos de deformações até 10 % levaram a maior fração de

contornos CSL. Esta decresceu na faixa de deformação entre 10 % e 30 % e se manteve inalterada na faixa entre 30 % e 50 %. O mesmo fenômeno acontece quando o tempo de recozimento é de 48h. Quando o tempo de recozimento é prolongado para 96h, a fração de contornos CSL alcança seu pico com deformação de 6 %, seguida de decrescimento com deformação entre 6 % e 30 % e então volta a crescer com deformação entre 30 % e 50 %. Em baixas deformações, 6 %, a fração de contornos CSL aumenta expressivamente com tempos de recozimento prolongados (entre 24h e 96h), então decresce no intervalo de deformação entre 10 % e 20 % porém volta a crescer com a deformação na faixa entre 30 % e 50 %. Para tempos mais longos de 118h, a fração de contornos CSL é mais insensível à deformação. Os resultados obtidos neste estudo estão expostos na FIG 2.6.1 que mostra a influência da deformação e do tempo de recozimento na fração destes contornos especiais. Analisando esta figura, Fang (2008) mostrou que o processo de baixa deformação, de 6 % a 10 %, seguido de tempos de recozimento relativamente longos a 900 °C é mais favorável ao aumento da fração de contornos CSL. Foram realizados cinco tratamentos termomecânicos expostos na TAB 2.5.1.

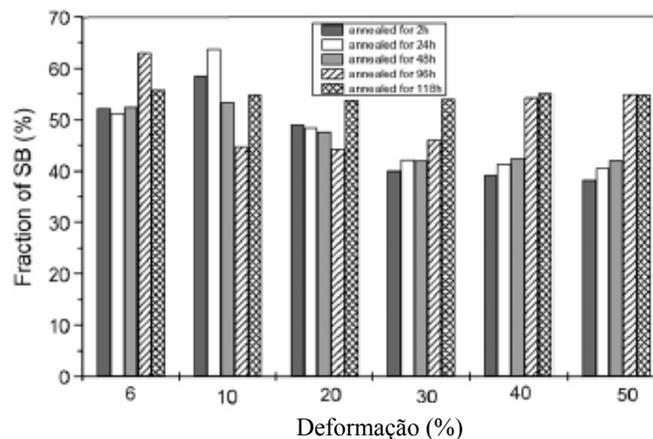


FIG. 2.5.1: Influência de diferentes deformações e

TAB. 2.5.1: Tratamentos termomecânicos realizados por Fang (2008)

Amostra	Tratamento termomecânico	$\Sigma 3$ (%)	$\Sigma 9 + \Sigma 27$ (%)	Total de CSL baixo Σ (%)
A	6% deformação + recozimento de 96 h a 900°C	54,8	7,4	63,0
B	6% deformação + recozimento de 118 h a 900°C	50,1	4,7	55,8
C	10% deformação + recozimento de 24 h a 900°C	55,9	6,5	63,8

	900°C			
D	40% deformação + recozimento de 96 h a 900°C	50,6	1,5	54,1
E	40% deformação + recozimento de 2 h a 900°C	34,4	1,9	39,2

A FIG 2.5.2 mostra os contornos especiais $\Sigma 3$ (em vermelho), $\Sigma 9$ (em azul escuro) e $\Sigma 27$ (em azul turquesa) do lado direito e do lado esquerdo, os contornos especiais (em cinza) e de alto ângulo (HBA, em preto) para as amostras que receberam os tratamentos termomecânicos A, B, C, D e E citados anteriormente. Os dados obtidos com os tratamentos acima mostram claramente que a maior densidade de contornos CSL é alcançado com baixas deformações e tempos moderados, sendo entre todos os realizados, o com deformação de 10 % por 24 h a 900 °C de maior sucesso.

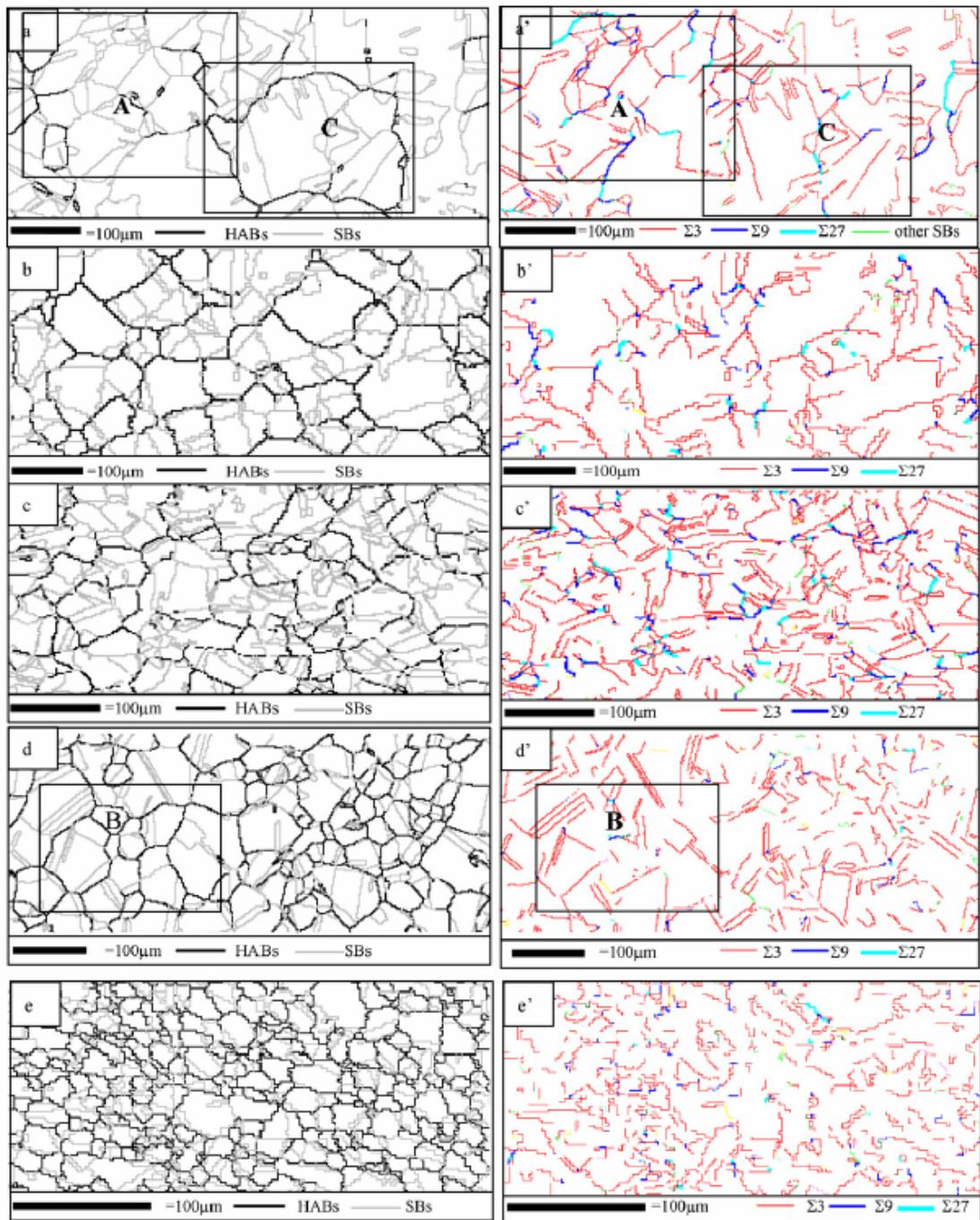


FIGURA 2.5.2: Contornos de grãos construídos a partir de EBSD das amostras A, B, C, D e E (FANG, 2008)

3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

O material de partida foram chapas de aço inoxidável austenítico 298 e 304 com espessura inicial de 2,85 mm e composição de acordo com a TAB 3.1.1 abaixo. O último estágio de processamento das chapas realizado foi o acabamento 2 B segundo a norma ASTM A480, ou seja, as chapas foram laminadas a frio, tratadas termicamente, decapadas quimicamente e seguidas de um leve passe final de encruamento em cilindros brilhantes. A baixa espessura da chapa disponível foi um dos fatores limitantes, na medida em que impossibilitou a realização de uma recristalização inicial que permitisse ter como microestrutura de partida grãos equiaxiais refinados. Por outro lado, foi possível avaliar se eventualmente um processamento termomecânico simples nesta etapa industrial não poderia gerar avanços significativos de propriedades.

Inicialmente as chapas foram cortadas em tamanho suficiente para posterior laminação e recozimento, mantendo sempre a direção longitudinal (DL) com maior dimensão que a direção transversal (DT) e a direção normal (DN), conforme mostra a FIG. 3.1.1.

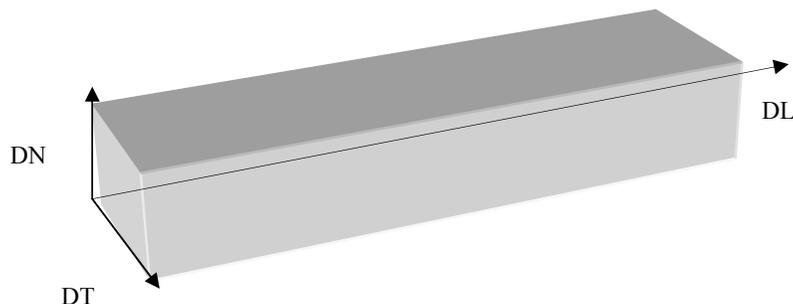


FIG 3.1.1: Perspectiva de corte das amostras

TAB 3.1.1: Composição química percentual dos aços 298 e 304

Composição Química das amostras

Aço		P298A	P304A
C Q (%)	Elementos / corrida	801085B	743195J
	Data de produção	15/02/08	25/08/07
	C	0,061	0,048
	Mn	5,26	1,15
	Si	0,47	0,38
	P	0,034	0,029
	S	0,0012	0,0021
	Cr	17,05	18,11
	Ni	4,52	8,03
	Mo	0,031	0,024
	Cu	1,65	0,02
	Nb	0,008	0,020
	Ti	0,000	0,004
	N (ppm)	1046	492
	C+N (ppm)	1657	967

3.2 TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS

Com base nos tratamentos de sucesso presentes na literatura expostos anteriormente, as chapas do aço 298 foram laminadas a frio com baixa redução percentual na espessura, em torno de 7%, e recozidas a temperatura de 1200 °C 10 min, 20 min, 40 min, 80 min e 160 min.

Inicialmente buscou-se utilizar um tratamento com temperatura mais baixa a fim de evitar um crescimento excessivo do tamanho de grão. No entanto, a partir da microscopia ótica, foram observados precipitados de carboneto de cromo nos contornos de grão, caracterizando, então, a ocorrência do fenômeno a sensitização. A temperatura do tratamento térmico foi escolhida de modo que sobrepusesse a faixa de sensitização e, decorrido o tempo de tratamento estipulado, as amostras foram bruscamente resfriadas à água a fim de evitar a formação dos carbonetos.

A denominação dos tratamentos realizados seguiu o seguinte critério: ECG *underline* seguido do tempo de recozimento, sendo que todas as amostras tratadas termicamente sofreram laminação prévia. Por exemplo: ECG_10 trata-se de uma amostra que foi laminada a frio, ou seja, sofreu 7% de deformação e em seguida foi recozida durante 10 min à temperatura de 1200 °C.

3.3 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Primeiramente, as amostras foram cortadas do tamanho conveniente para serem embutidas e para que pudessem ter área suficiente para observação em microscopia ótica.

Após embutidas a quente utilizando baquelite, foram lixadas com lixas de 80, 100, 220, 400, 600, 800 e 1200 *mesh* e polidas com pasta de diamante de 3 μm , 1 μm e $\frac{1}{4}$ μm . Para aliviar tensões residuais existentes, estas receberam um polimento de 24 horas na politriz vibratória VIBROMET com alumina em suspensão Master Prep Buehler 0,05 μm .

Para observação da microestrutura, as amostras foram atacadas quimicamente com o seguinte reagente: 15 ml de HNO_3 , 20 ml de HCl e 30 ml de H_2O . O tempo de ataque foi de aproximadamente, 60s.

3.4 OBSERVAÇÃO EM MICROSCOPIA ÓTICA

A microscopia ótica foi utilizada para observar a microestrutura inicial da amostra como recebida, os efeitos dos tratamentos termomecânicos na microestrutura das amostras tratadas e das amostras tratadas e sensitizadas, bem como avaliar a sua homogeneidade. O tamanho de grão foi avaliado segundo a norma ASTM E 112.

3.5 UTILIZAÇÃO DA TÉCNICA DE EBSD

As análises de EBSD são realizadas através padrões de Kikuchi que são obtidos a partir dos ERE que emergem da amostra no ângulo de Bragg (θ_B), de acordo com a configuração abaixo, sendo:

$$2d \sin\theta_B = n\lambda$$

Onde d = distância interplanar, θ_B = ângulo de Bragg, $n = 1,2,3\dots$ e λ = comprimento de onda do feixe incidente.

A FIG 3.5.1 mostra o arranjo experimental utilizado para análises de EBSD.

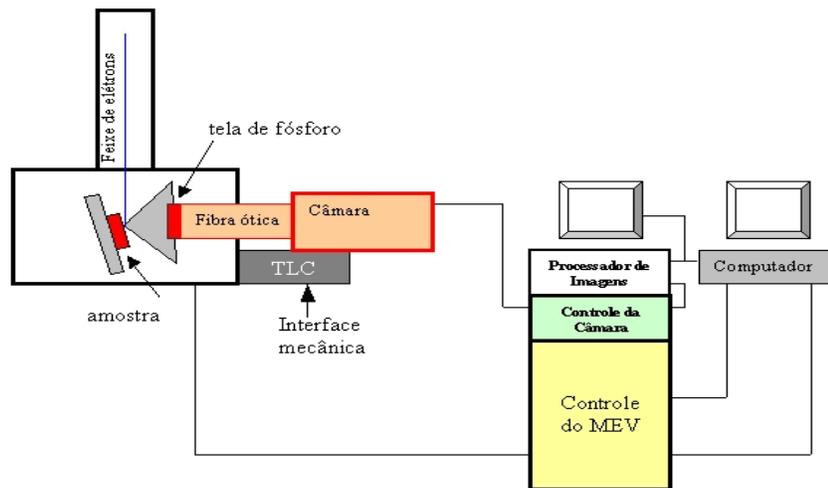


FIG 3.5.1: Arranjo experimental normalmente utilizado para análises de EBSD (THOMSON, 1997).

As amostras devem estar a um ângulo de aproximadamente 70° a fim de facilitar a captação dos ERE pela tela de fósforo e diminuir a quantidade absorvida pela amostra. Os padrões de Kikuchi de alto ângulo formados são absorvidos pela tela de fósforo que possui uma câmera de TV posicionada por detrás, a imagem passa por um sistema de pré-processamento de sinal visando à redução do ruído, a subtração do fundo incoerente e o aumento de contraste. Então, a imagem processada é enviada a um sistema de identificação automática dos padrões captados (PINTO, 2003).

Assim, a largura das bandas de kikuchi está diretamente relacionada ao espaçamento interplanar, o ângulo entre as bandas corresponde ao ângulo entre os planos cristalinos e a posição das bandas está ligada à posição dos planos. Dessa forma com esta técnica é possível:

- Traçar um mapa referente ao índice de qualidade (IQ) no qual uma escala cinza é atribuída a cada ponto, branco para o melhor e preto para o pior. Este mapa pode revelar eventuais problemas durante a coleta de dados, tais como oscilações na corrente do feixe, distorções da rede e realçar (em vermelho) onde se encontram os contornos especiais CSL (PINTO, 2003);
- A partir do IQ, um diagrama de barras mostrando a porcentagem de contornos CSL presentes na amostra pode ser gerado;
- Gerar um mapa de imagem por orientação (MIO) em que uma cor é atribuída ao plano paralelo àquele da amostra em cada ponto de coleta segundo um triângulo

unitário de referência. No entanto, somente serão considerados os pontos com índice de confiança (CI) maiores do que 0,1 (PINTO, 2003);

- Obter figuras de pólo diretas em que a densidade dos pólos de um determinado plano é registrada sobre uma projeção estereográfica como função da posição angular do eixo [hkl] em relação às direções dos eixos de referência na amostra;
- Gerar uma função de distribuição de orientação cristalina (FDOC), uma vez que a técnica registra diretamente os ângulos de Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) de cada grão;
- Obter uma figura de pólo inversa a partir da difração dos planos {hkl} paralelos a uma determinada superfície dos materiais tomando como eixos de referência os eixos do cristal.

Preparadas metalograficamente, as amostras foram inseridas no Microscópio Eletrônico de Varredura (JEOL 5800-LV) a fim de conhecer, a partir da técnica de EBSD, a rede cristalina, determinar a orientação de domínios cristalinos e a microtextura do material em estudo.

As varreduras foram realizadas em aumento suficiente para que pudesse varrer maior número de grãos e obter maior qualidade possível. Para amostras tratadas foi utilizado um aumento de 400 X por apresentarem maior tamanho de grão, já que aumentos menores são impossíveis devido à profundidade de campo. Nas amostras como recebidas, as varreduras foram feitas com um aumento de 800 X e 1600 X. Para se obter maior qualidade nos padrões de Kikuchi obtidos, buscou-se sempre utilizar uma distância de trabalho, WD – “working distance”, igual a 29 mm. Outro parâmetro de suma importância para a qualidade dos padrões é a abertura da objetiva, AO. Para se obter maior ganho de sinal e consequente aumento no índice de confiança na identificação dos padrões de Kikuchi, a AO utilizada foi a 3. Com o aumento da AO a profundidade de foco foi reduzida; como a amostra estava inclinada, somente foi varrida uma faixa mediana que estava no melhor foco possível. O step size utilizado foi escolhido dependendo do tamanho de grão da amostra de modo que garantisse sempre uma boa resolução na varredura. Para a amostra como recebida, que tem menor tamanho de grão, foi utilizado um passo igual a 1 μm , para as amostras tratadas a 10, 20 e 40 min igual a 2 μm e para amostras tratadas a 80 e 160 min, que têm maior tamanho de grão, foi utilizado um passo igual a 3 μm .

Utilizando o *software* OIM Analysis foram obtidos:

- Mapas referentes ao índice de qualidade (IQ) em que foram realizados em

vermelho os contornos especiais CSL;

- Diagramas de barras, a partir do IQ, mostrando a porcentagem de contornos CSL presentes na amostra;
- Mapas de imagem por orientação, sempre comparados ao triângulo de referência;
- Mapas somente com os contornos CSL traçados em vermelho;
- Mapas dos contornos CSL em vermelho juntamente com os randômicos em preto.

Em cada varredura, antes de se obter os mapas e diagramas citados acima, foram realizadas as seguintes limpezas nos dados:

- “Neighborhood CI correlation”: elimina pontos com CI inferior a 0,1
- “Grain Dilation”: número de pixels que o programa deve entender como sendo um grão. Para as amostras com menor tamanho de grão foi adotado 3 enquanto as com maior tamanho de grão, 5.

3.6 TESTE DE CORROSÃO INTERGRANULAR

A fim de se verificar a susceptibilidade à corrosão intergranular e sua relação com a sensitização, foi utilizada a norma ASTM A262 “*Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels*”. Inicialmente, tinha-se por intuito realizar ensaios de corrosão sob tensão, mas não foi possível dispor de infraestrutura para tal.

A prática A da referida norma foi escolhida por identificar se o espécime testado está livre da susceptibilidade a uma rápida corrosão intergranular. Esta prática pode ser usada para que um material seja aceito para determinado fim, mas não para que ele seja rejeitado para este fim.

3.6.1 SENSITIZAÇÃO

Como descrito anteriormente, numa temperatura entre 400 e 800°C ocorre o fenômeno da sensitização em que o cromo presente no aço austenítico inox se liga ao carbono formando

precipitados de carboneto de cromo. Estes precipitados se localizam preferencialmente no contorno de grão deixando a matriz empobrecida de cromo mais suscetível à corrosão. Com a finalidade de verificar se os tratamentos termomecânicos propostos aumentaram a resistência à corrosão, os espécimes foram cortados com lados iguais a 20 mm e receberam um segundo tratamento térmico a fim de induzir a sensitização. De acordo com a norma, as amostras foram recozidas durante 1 hora à temperatura de 675°C e, então, resfriadas à água.

3.6.2 ATAQUE ELETROLÍTICO

Os espécimes foram divididos em dois grupos:

- Grupo 1 (G1): Amostras que não foram sensitizadas.
- Grupo 2 (G2): Amostras que receberam tratamento térmico induzindo a sensitização. Todas as amostras deste grupo são identificadas através da terminação *S* após o número indicador do tempo de tratamento térmico na nomenclatura. Exemplo: ECG_10S é a amostra do aço 298 em que se observa o plano de laminação, tendo esta sofrido redução na espessura de 7%, posteriormente tratada por 10 min a 1200°C e sensitizada a 675°C por 1h.

Realizado o tratamento de sensitização, as amostras foram preparadas metalograficamente abstraindo-se o último estágio, o polimento de 24 horas na politriz vibratória VIBROMET. Este último estágio foi excluído por ser uma prática ligada especificamente à obtenção de padrões de Kikuchi satisfatórios.

Ambos os grupos sofreram um ataque eletrolítico em que as amostras, funcionando como anodo, foram submetidas a uma diferença de potencial de 3V durante um tempo aproximado de 30 s embebidas em ácido oxálico ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$).

As amostras do grupo 1 foram submetidas ao teste de corrosão a fim de verificar se o tratamento termomecânico realizado provocou o fenômeno da sensitização, enquanto as amostras do grupo 2 foram submetidas ao mesmo teste para que se pudesse compará-las com as amostras originais e conhecer o efeito do tratamento proposto sobre susceptibilidade à corrosão intergranular do aço em estudo.

3.6.3 OBSERVAÇÃO EM MICROSCOPIA ÓTICA

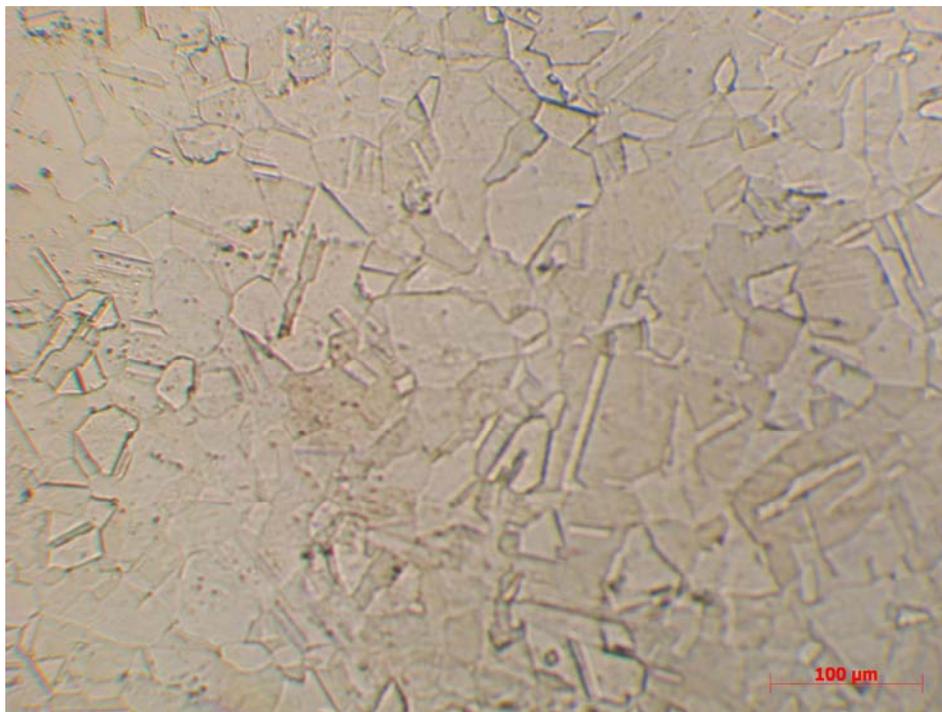
A partir da microscopia ótica, pôde-se observar o grau de sensitização das amostras tratadas termomecanicamente que sofreram sensitização induzida (G2), das amostras que foram tratadas termomecanicamente, mas não sofreram sensitização induzida (G1) e das amostras originais como recebidas.

4. RESULTADOS:

4.1 MICROSCOPIA ÓTICA

As figuras a seguir mostram como a microestrutura variou com o tratamento termomecânico realizado. A partir das micrografias, utilizando o método do intercepto médio presente na norma E 112, foram calculados o tamanho de grão ASTM, G , e através deste o tamanho de grão médio, TG . O tamanho de grão calculado a partir da amostra original, FIG 4.1.1, foi de $21 \mu\text{m}$. Deve-se notar que a amostra original apresenta um arranjo microestrutural com contornos de grãos arredondados e não está completamente recristalizada.

(A)



(B)

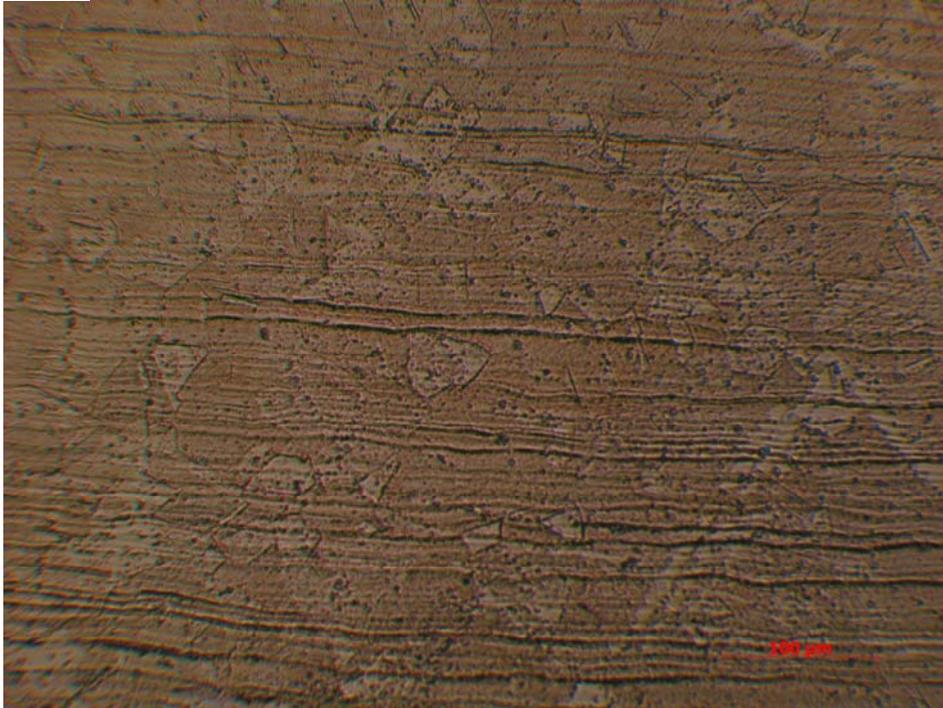
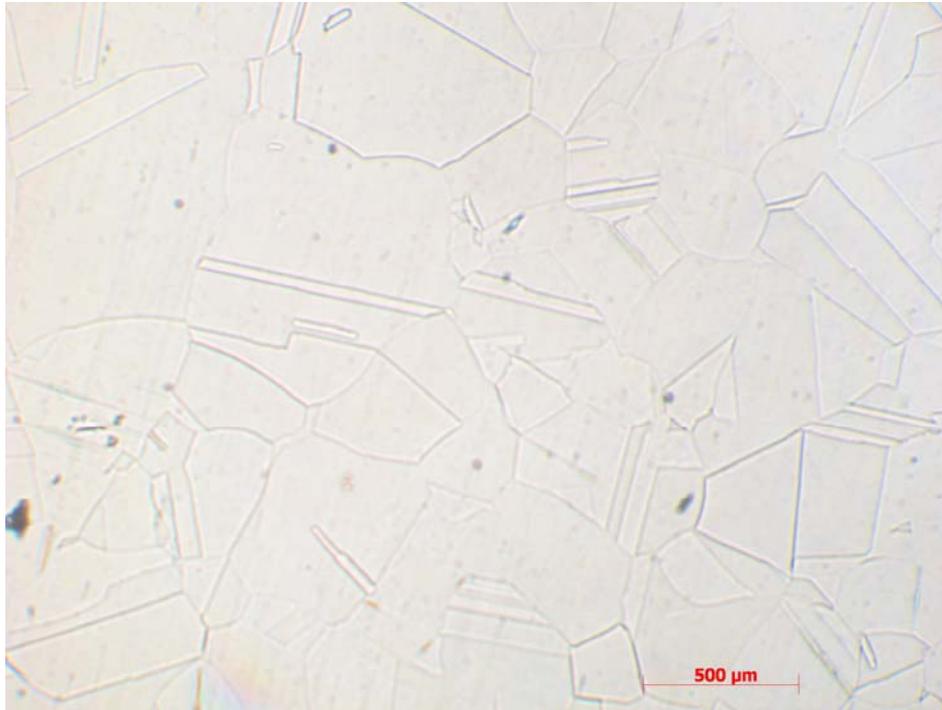


FIG. 4.1.1: (A) Direção normal do aço 298 (B) Direção transversal do aço 298

A FIG 4.1.2 mostra a seção normal (em A) e transversal (em B) da amostra ECG_10, obtendo-se um tamanho de grão igual a 200 μm . Deve-se notar a expressiva diferença no tamanho de grão entre a amostra original, FIG 4.1.1, e a amostra apresentada na FIG 4.1.2.

(A)



(B)

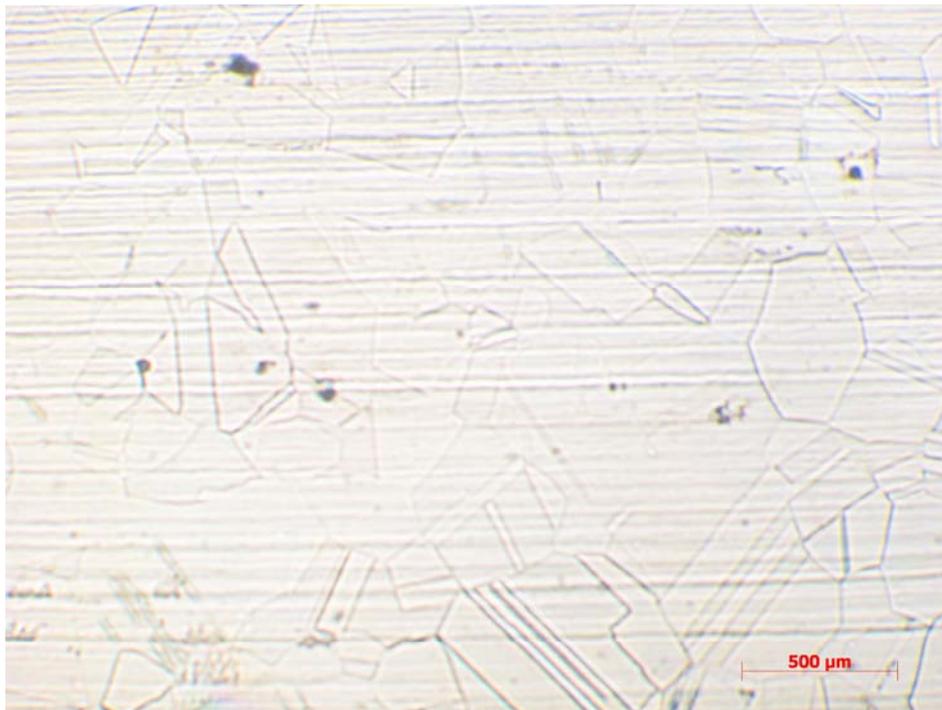


FIG. 4.1.2: Amostra 298 ECG_10 min (A) Direção normal (B) Direção transversal

A FIG 4.1.3 mostra a microestrutura da amostra ECG_20 em que obteve-se um tamanho

de grão aproximadamente igual a 250 μm .

(A)



(B)

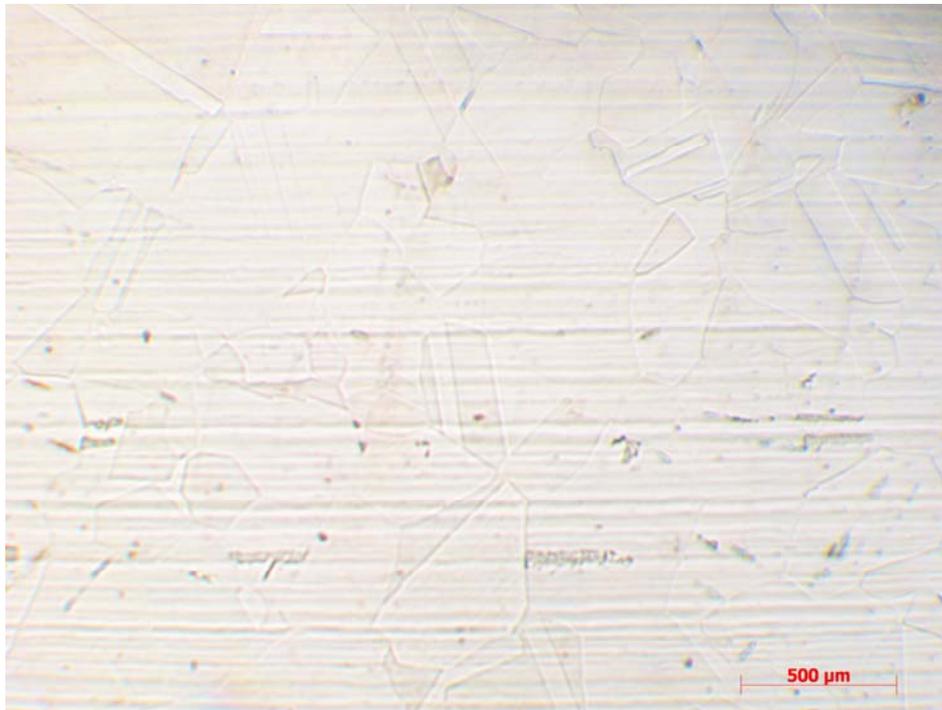
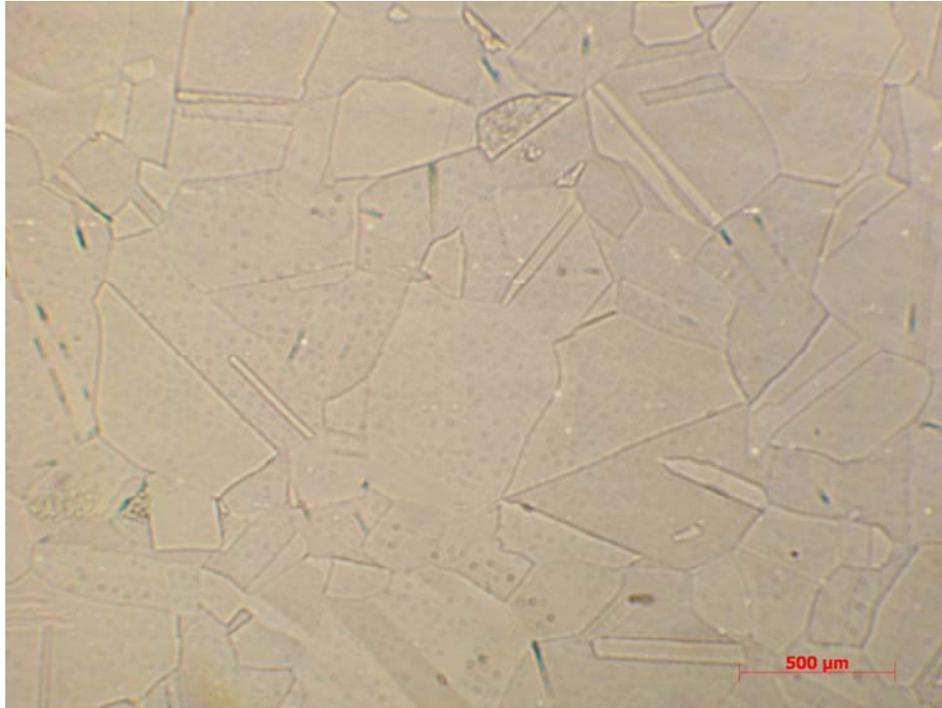


FIG. 4.1.3: Amostra 298 ECG_20 (A) Direção normal (B) Direção transversal

A FIG 4.1.4 apresenta a microestrutura da amostra ECG_40 em que se obteve um tamanho de grão também aproximadamente igual a 250 μm .

(A)



(B)

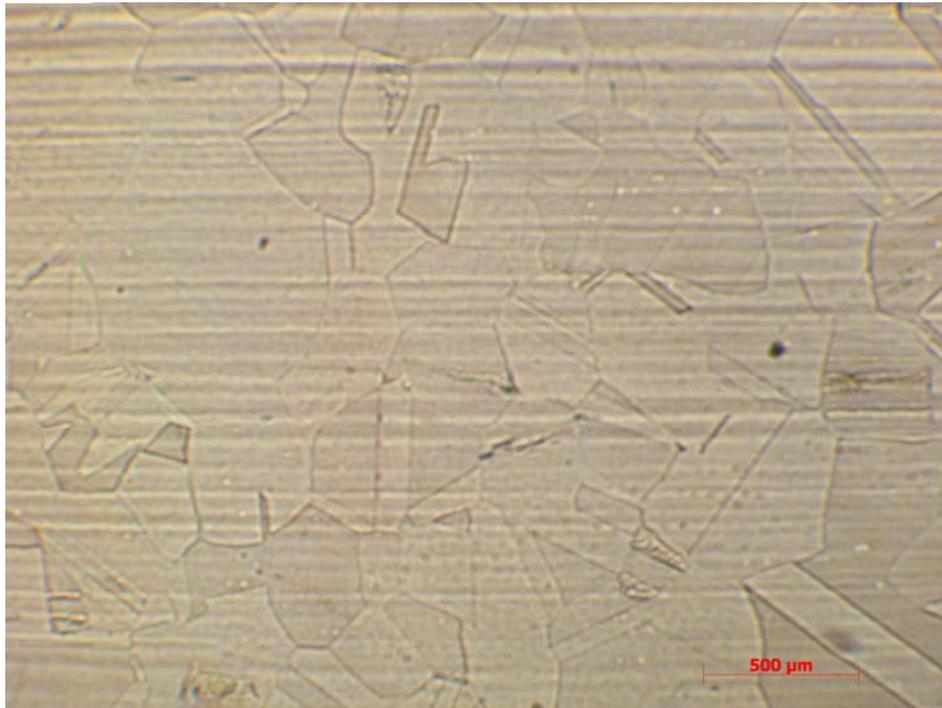


FIG. 4.1.4: Amostra ECG_40 (A) Direção normal (B) Direção transversal

A FIG 4.1.5 mostra a microestrutura da amostra ECG_80. Nesta, obteve-se um tamanho de grão aproximadamente igual a 300 μm . Em A pode-se observar a direção normal ao plano de laminação e em B, observa-se a seção transversal a este.

(A)



(B)



FIG. 4.1.5: Amostra ECG_80 (A) Direção normal (B) Direção transversal

Observa-se na FIG 4.1.6 a microestrutura da amostra ECG_160 em que se obteve um tamanho de grão também aproximadamente igual a 300 μm.

(A)



(B)

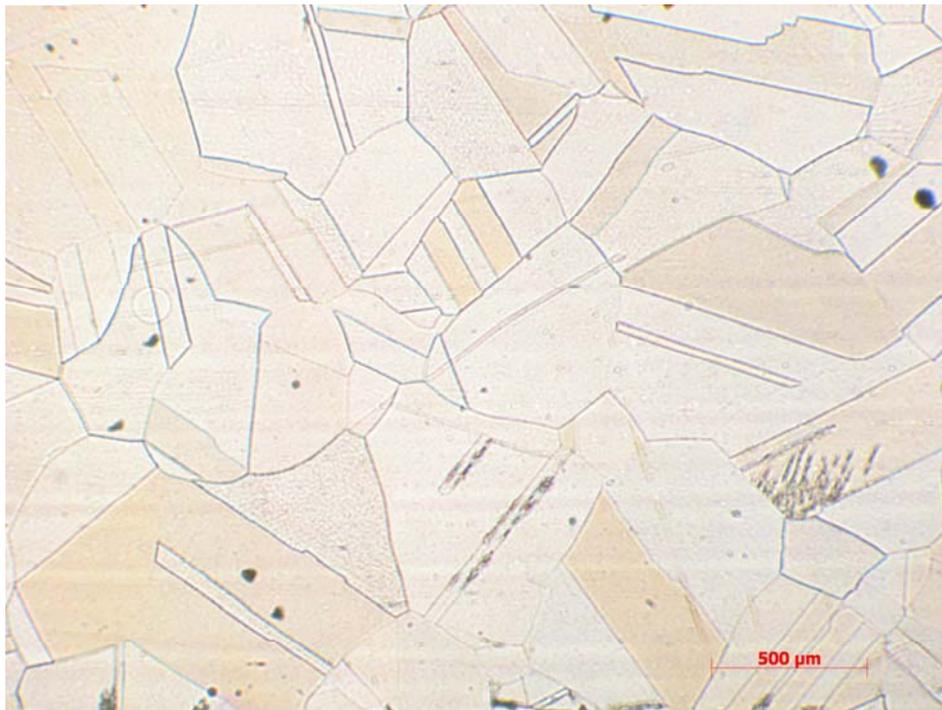


FIG. 4.1.6: Amostra ECG_160 (A) Direção normal (B) Direção transversal

4.2 OBSERVAÇÃO EM MEV/EBSD

As figuras mostram os mapas de orientação cristalina (B) obtidos através da técnica de EBSD. Todos os mapas de orientação apresentados devem ser interpretados com referência no triângulo estereográfico, FIG 4.2.1. Podem-se observar também os mapas referentes ao índice de qualidade das varreduras realizadas (A) apresentando em vermelho os contornos CSL, os mapas somente com os contornos CSL presentes (C) e os mapas com os contornos CSL em vermelho mostrando também contornos randômicos em preto (D). A densidade de contornos CSL presentes em cada amostra é apresentada no histograma (E). A FIG 4.2.2 mostra um resultado típico obtido a partir da amostra original 298. A partir de dados estatísticos obtidos por EBSD fruto da análise de vários campos para cada amostra, tem-se que a densidade de contornos CSL Σ 3 presentes nesta amostra está em torno de 48 %, Σ 9 igual a 5% e Σ 27 igual a 1 %.

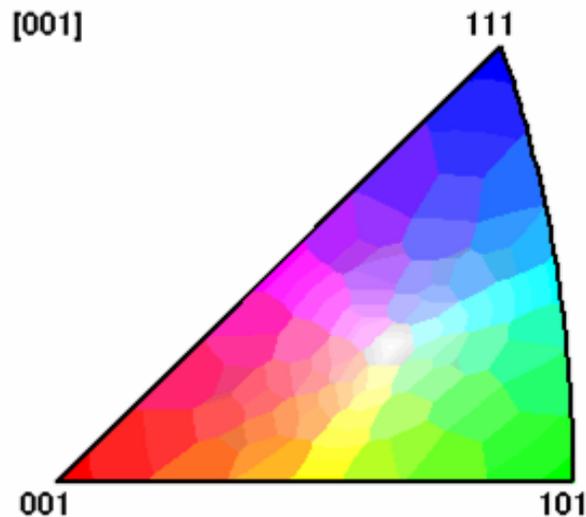
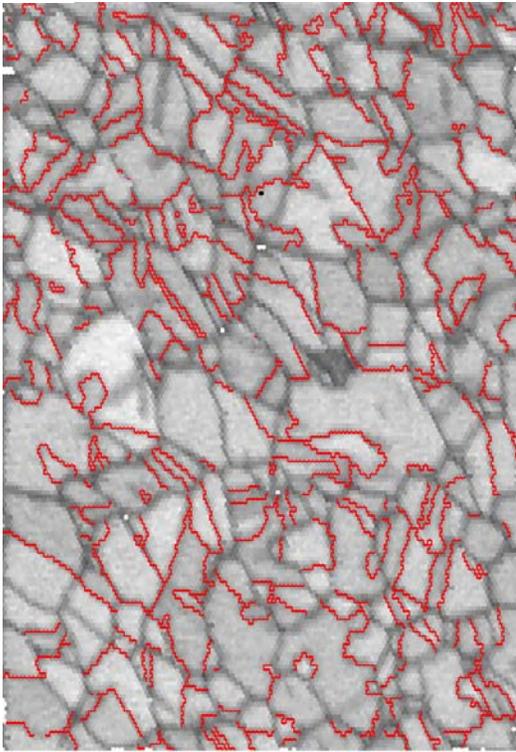


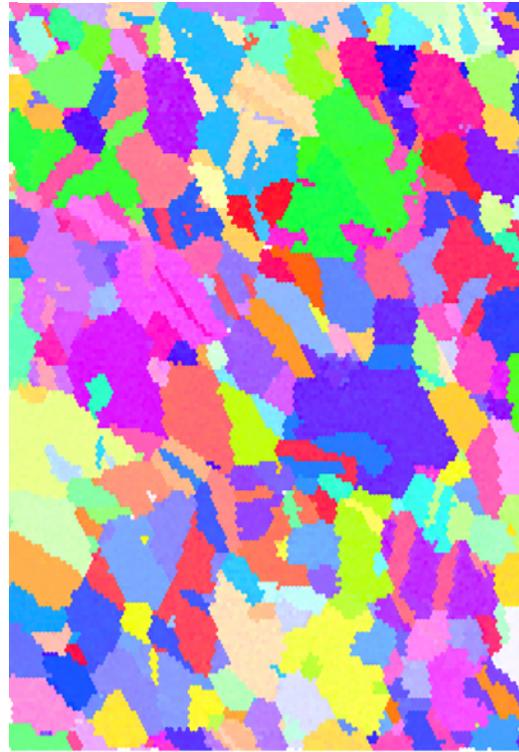
FIG.4.2.1: Triângulo de referência

(A)



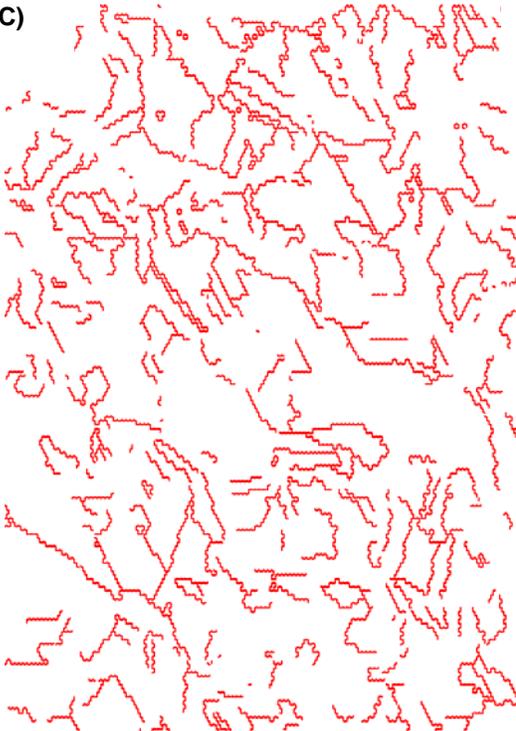
30.00 μm = 30 steps Continuous IQ 0.0...108.5

(B)



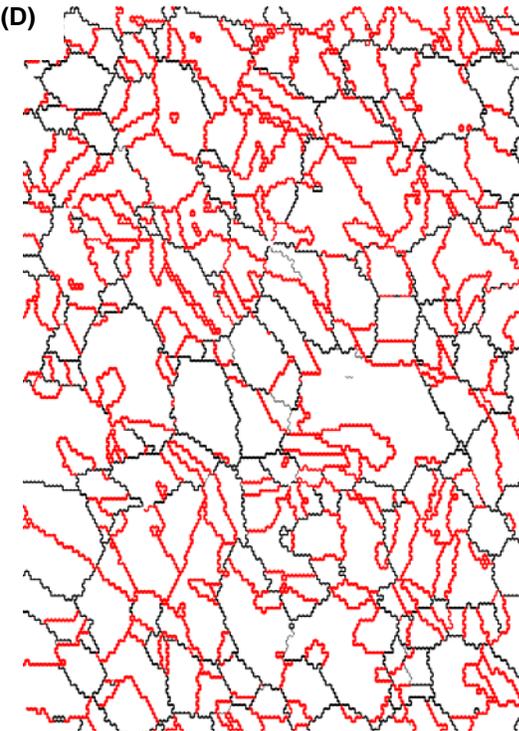
30.00 μm = 30 steps IPF Map [001]

(C)



30.00 μm = 30 steps

(D)



30.00 μm = 30 steps Boundary levels: 5.0° 15.0°

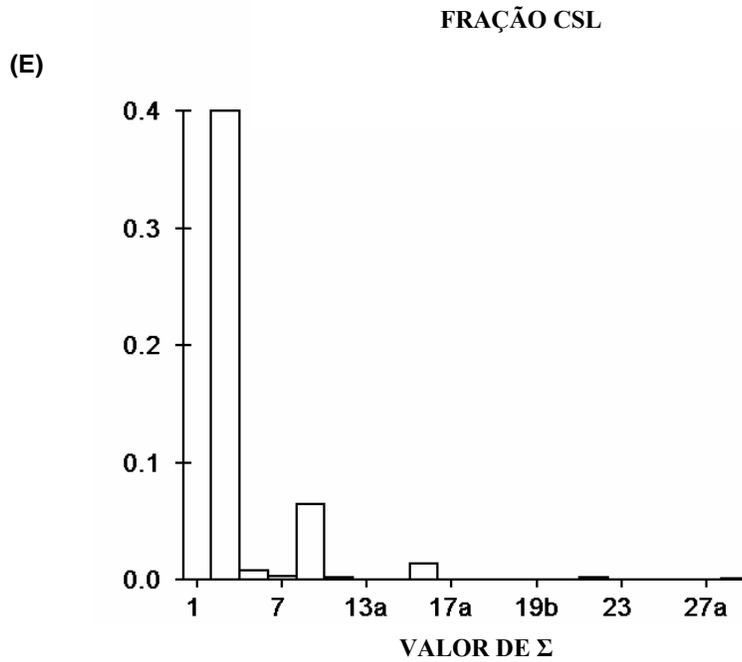
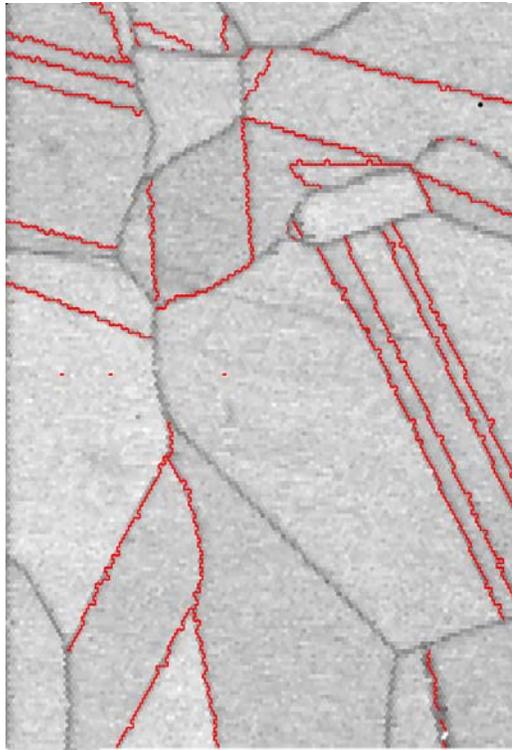


FIG.4.2.2: Amostra 298 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos (E) Histograma com fração de contornos CSL

A FIG 4.2.3 mostra o resultado de uma varredura realizada no aço submetido ao tratamento ECG_10. Nesta amostra obteve-se uma densidade de contornos CSL $\Sigma 3$ em torno de 50%, $\Sigma 9$ igual a 1,5 % e $\Sigma 27$ igual 0,6 %.

(A)



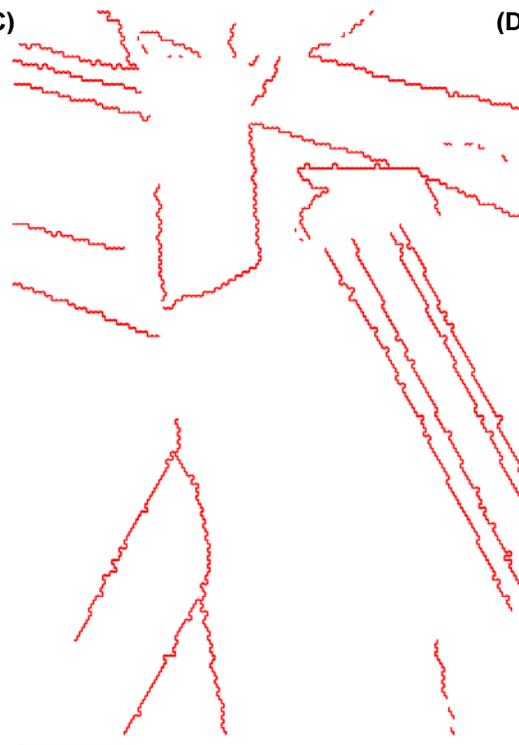
50.00 μm = 25 steps Continuous IQ 0.0...81.6

(B)



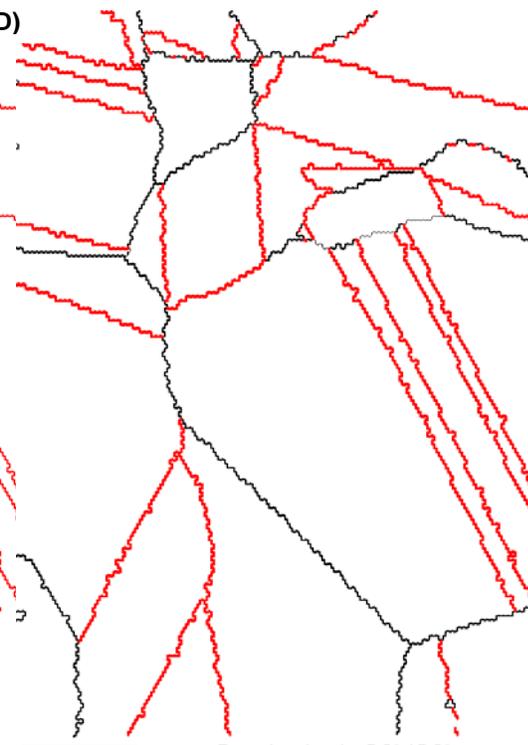
50.00 μm = 25 steps IPF Map [001]

(C)



50.00 μm = 25 steps

(D)



50.00 μm = 25 steps Boundary levels: 5.0° 15.0°

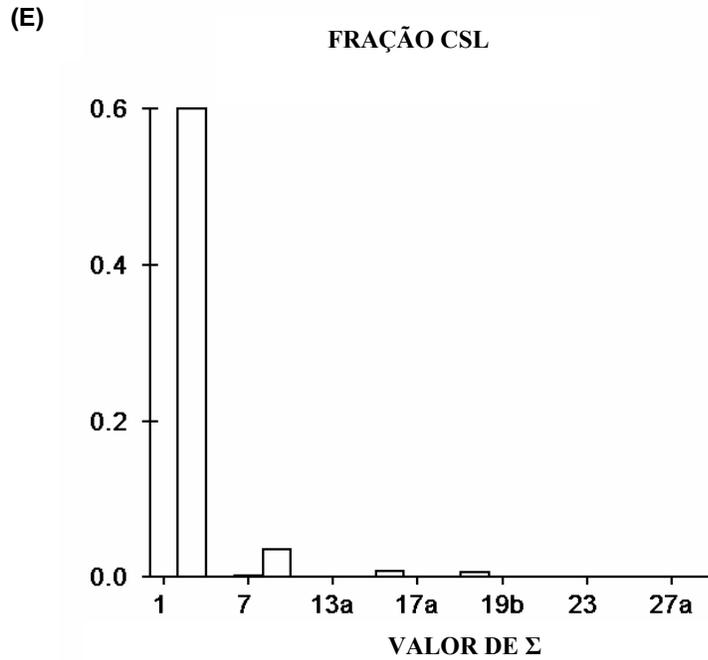
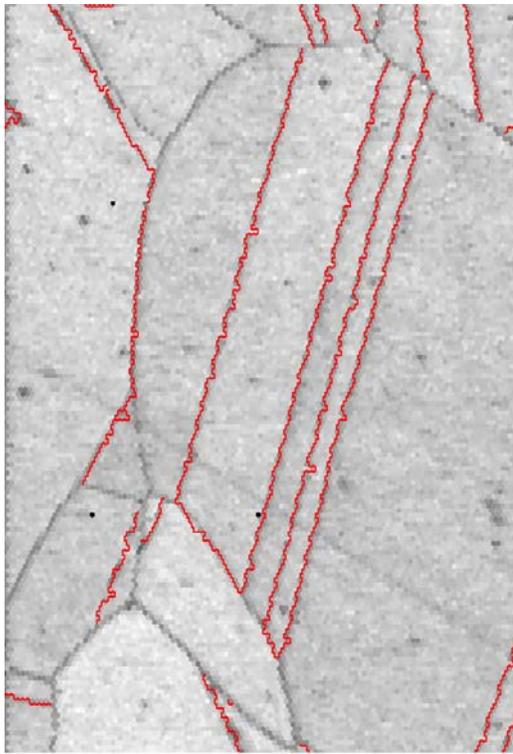


FIG.4.2.3: Amostra ECG_10 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL

A FIG 4.2.4 mostra o resultado de uma varredura realizada na amostra ECG_20. Em (A) observa-se o mapa referente ao índice de qualidade. Em (B) pode-se observar as orientações cristalinas a partir do mapa de imagem por orientação, em (C) tem-se os contornos CSL em vermelho, em (D) os contornos randômicos em preto completando os contornos CSL em vermelho e em (E) pode-se observar um histograma correspondente à média de densidade de contornos CSL de baixo Σ presentes na amostra. A partir deste, tem-se que a fração de $\Sigma 3$ é aproximadamente 55%, $\Sigma 9$ é aproximadamente 1,3 % e $\Sigma 27$, 0,6 %

(A)



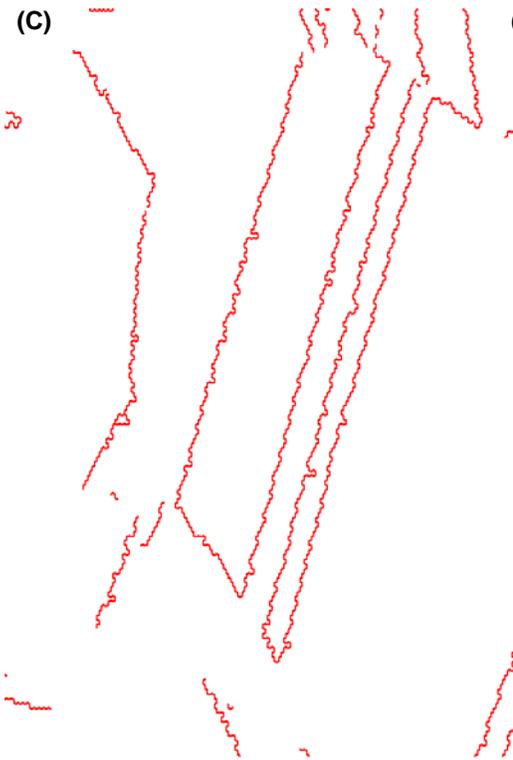
75.00 μm = 25 steps Continuous IQ 0.0...91.4

(B)



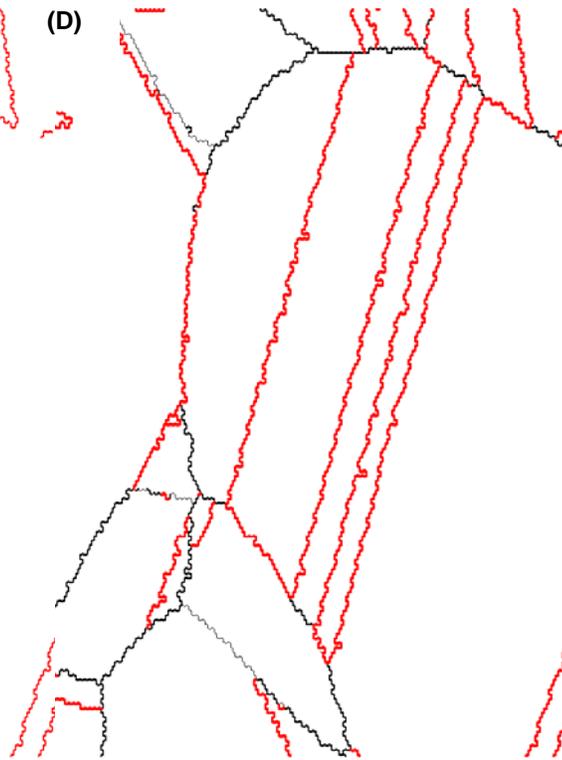
75.00 μm = 25 steps IPF Map [001]

(C)



75.00 μm = 25 steps

(D)



75.00 μm = 25 steps Boundary levels: 5.0° 15.0°

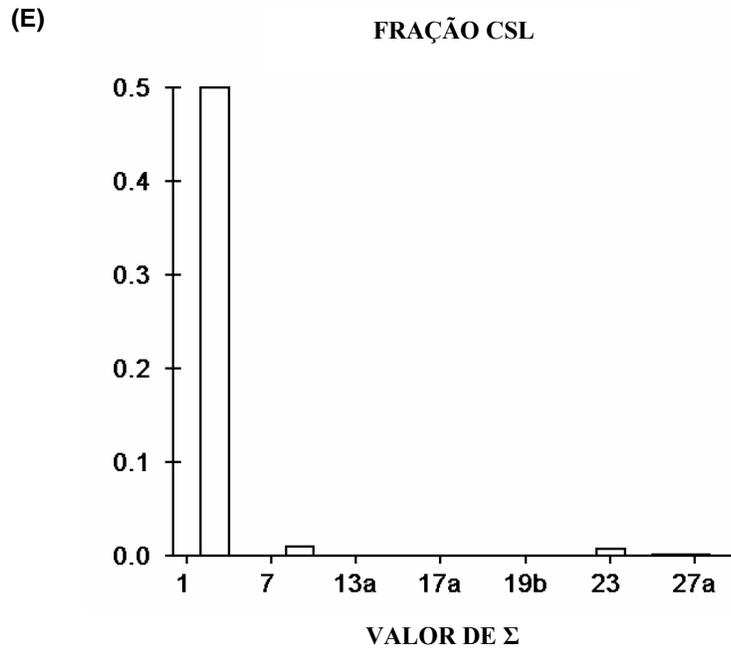
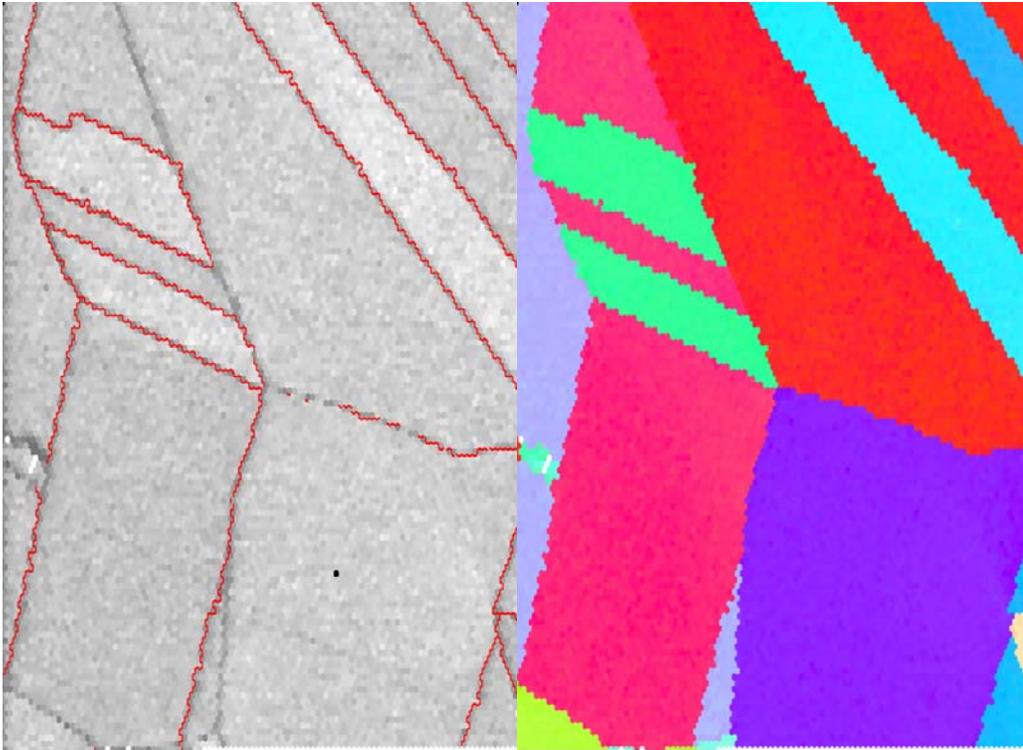


FIG.4.2.4: Amostra ECG_20 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL

A FIG 4.2.5 mostra o resultado de uma típica varredura realizada na amostra ECG_40 sendo a densidade de contornos CSL Σ 3 presentes nesta amostra em torno de 54 %, Σ 9 em torno de 2,5 % e Σ 27 em torno de 0,03.

(A)

(B)

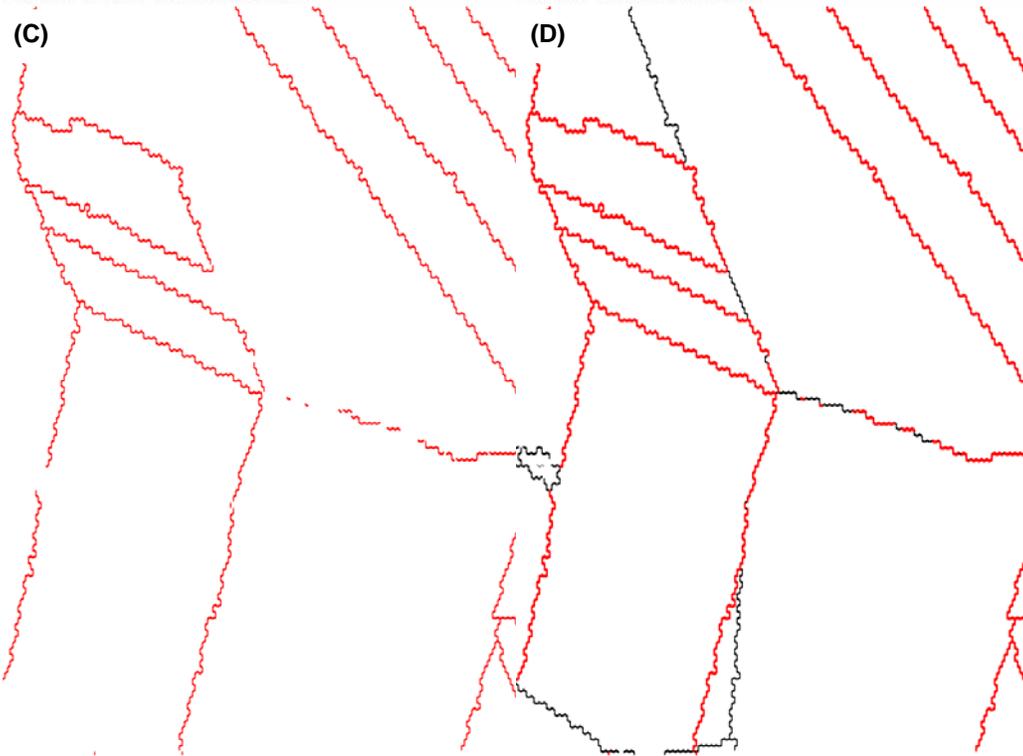


62.50 μm = 25 steps Continuous IQ 0.0...95.4

62.50 μm = 25 steps IPF Map [001]

(C)

(D)



62.50 μm = 25 steps

62.50 μm = 25 steps Boundary levels: 5.0° 15.0°

(E)

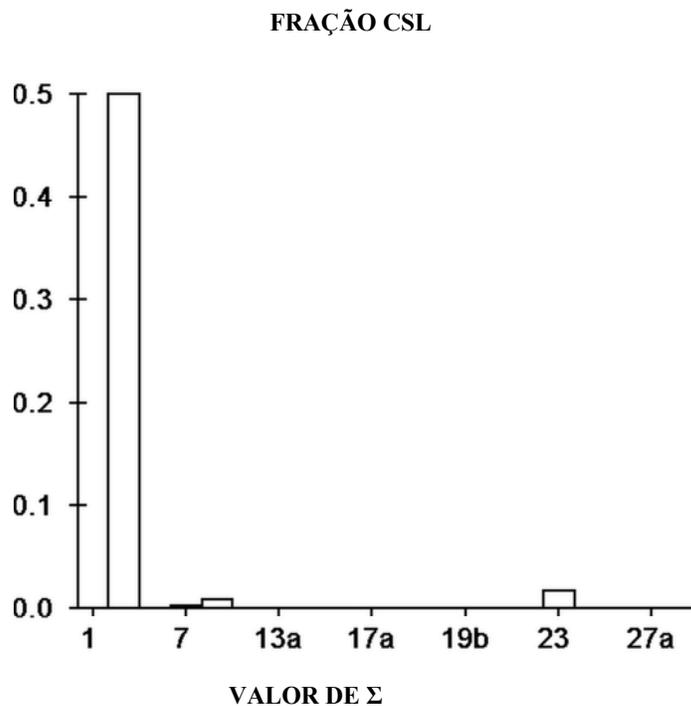
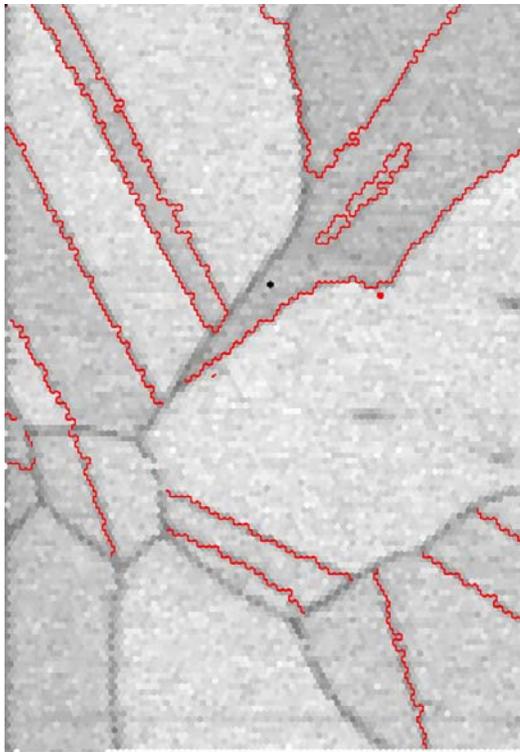


FIG.4.2.5: Amostra ECG_40 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL

A FIG 4.2.6 mostra o mapa de IQ (A), o MIO (B), os contornos CSL (C), os contornos randômicos juntamente com os CSL (D) e o histograma de densidade de contornos CSL (E) de um campo da amostra ECG_80. A partir dos dados obtidos com as varreduras das amostras, pôde-se calcular a média da densidade de contornos CSL, sendo $\Sigma 3$ em torno de 60%, não foram detectados contornos CSL $\Sigma 9$ e $\Sigma 27$ aproximadamente igual a 0,5%.

(A)



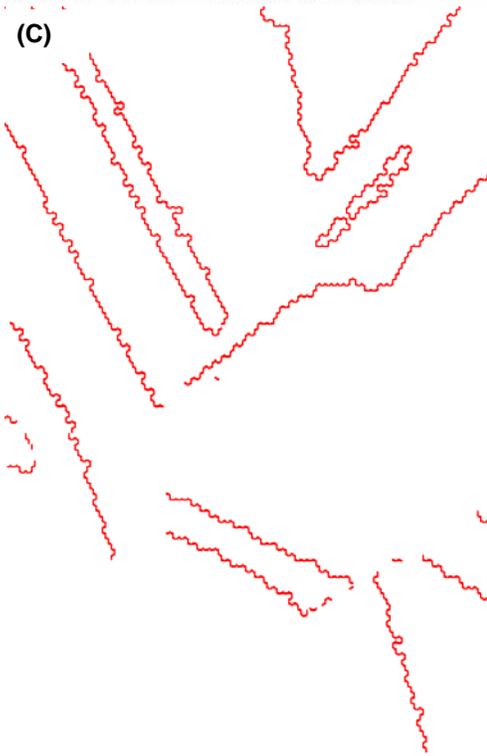
60.00 μm = 20 steps Continuous IQ 0.0...74.8

(B)



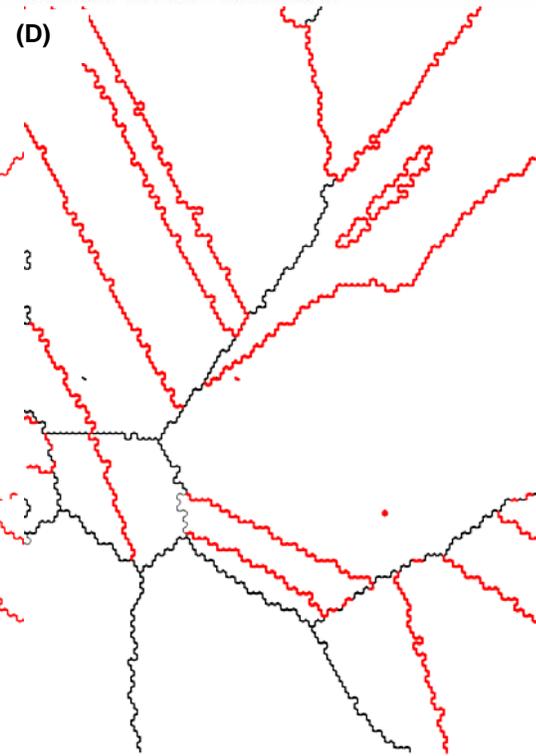
60.00 μm = 20 steps IPF Map [001]

(C)



60.00 μm = 20 steps

(D)



60.00 μm = 20 steps Boundary levels: 5.0° 15.0°

(E)

FRAÇÃO CSL

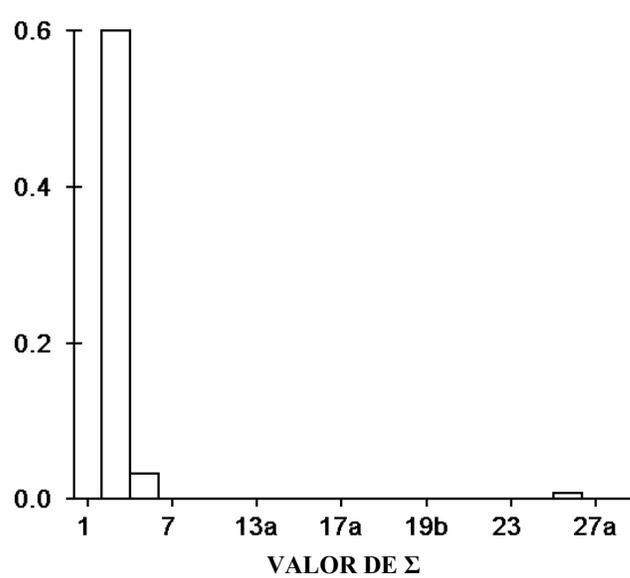
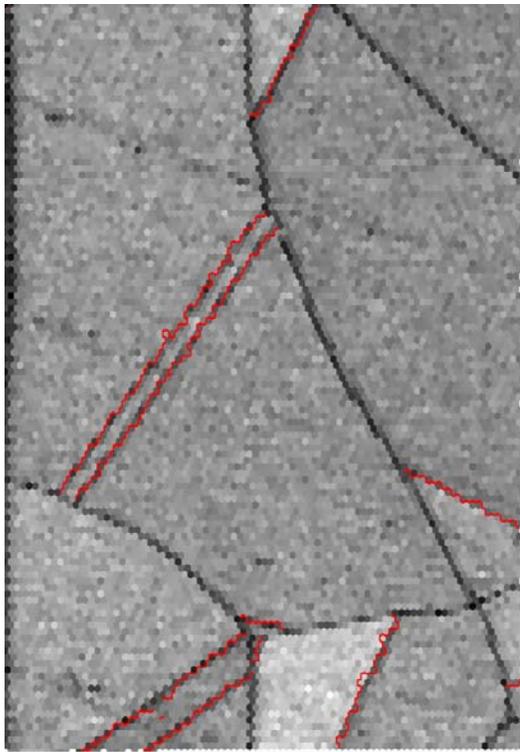


FIG.4.3.6: Amostra ECG_80 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL

A FIG 4.2.7 mostra o mapa de IQ, o MIO, a distribuição de contornos CSL, a distribuição de contornos CSL juntamente com os randômicos e o histograma de densidade de contornos CSL para um campo da amostra ECG_160 min. Com este tratamento obteve-se uma densidade de contornos CSL Σ 3 em torno de 53 %, Σ 9 aproximadamente igual a 0,21% e Σ 27 aproximadamente igual a 1,8%.

(A)



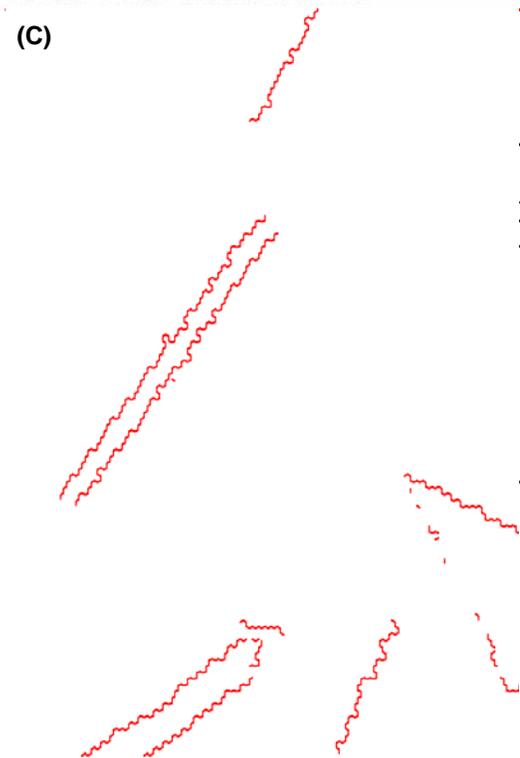
60.00 μm = 20 steps Continuous IQ 37.5...87.3

(B)



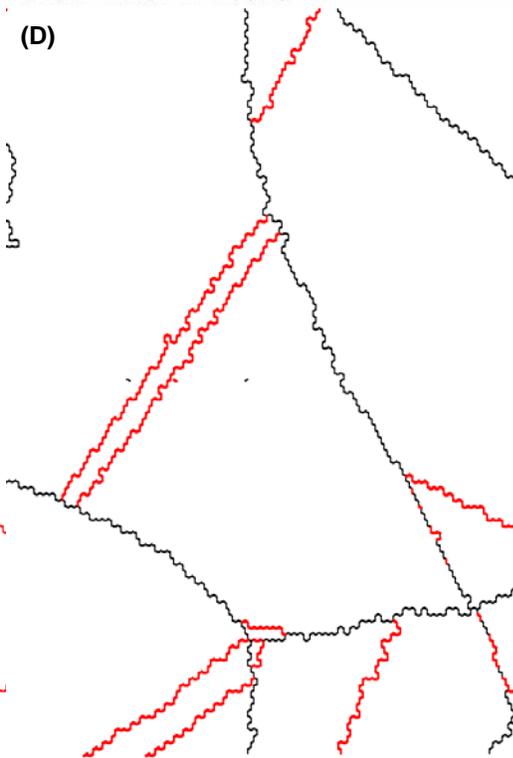
60.00 μm = 20 steps IPF Map [001]

(C)



60.00 μm = 20 steps

(D)



60.00 μm = 20 steps Boundary levels: 5.0° 15.0°

(E)

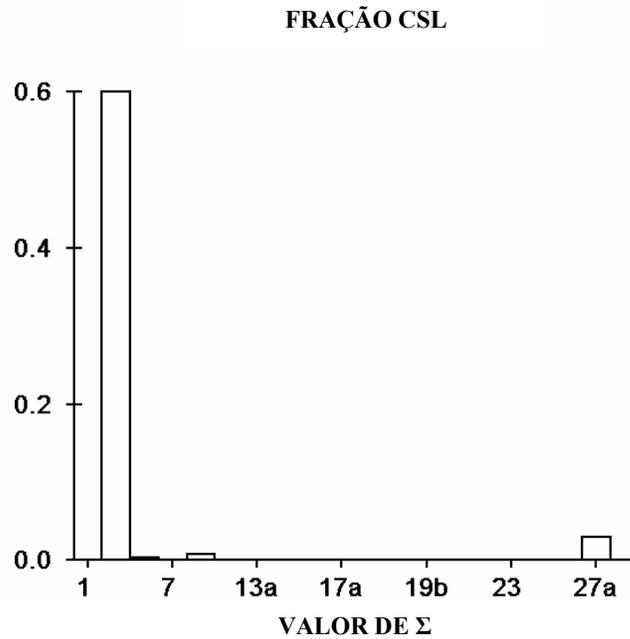


FIG.4.2.7: Amostra ECG_160 (A) Mapa de IQ (B) MIO (C) Contornos CSL (D) Contornos CSL e Randômicos(E) Histograma com fração de contornos CSL

4.3 ENSAIO DE CORROSÃO

Inicialmente, serão apresentados os resultados dos ensaios de susceptibilidade à corrosão realizados nas amostras do grupo 1, composto pela amostra como recebida e pelas amostras simplesmente submetidas aos tratamentos de engenharia de contorno de grão. As FIG 4.3.1 e 4.3.2 mostram a microestrutura das amostras 298 e 304 como recebidas, respectivamente, submetidas ao teste de corrosão. A FIG 4.3.3 mostra o tratamento ECG_10. Em (A) observa-se uma área maior da amostra e em (B) pode-se observar mais detalhadamente seus grãos e principalmente os contornos de grãos que não apresentam precipitados.

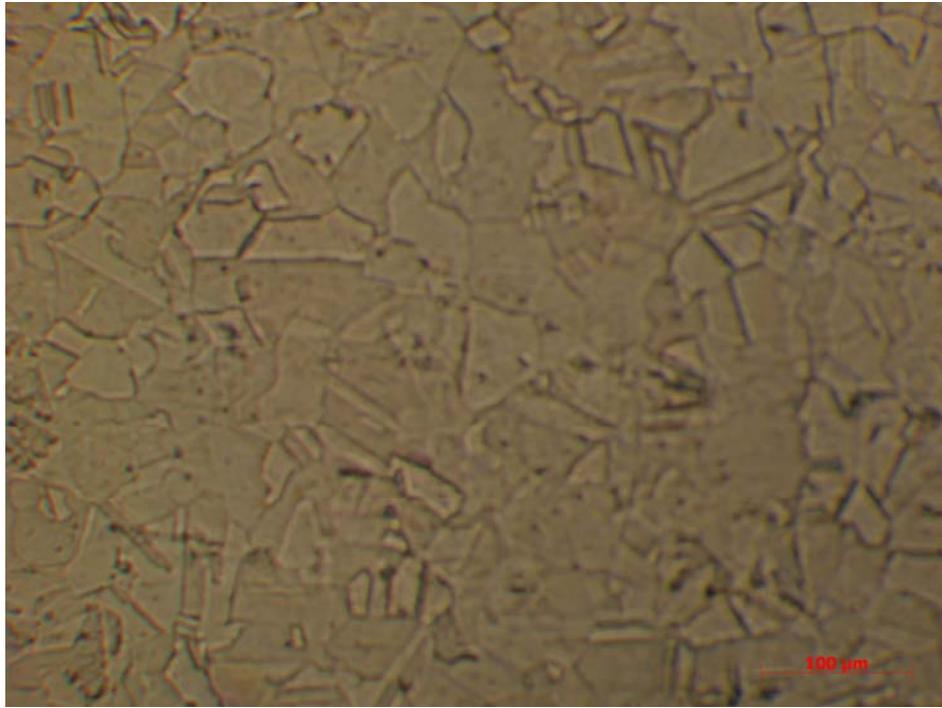


FIG.4.3.1: Aço 298 como recebido

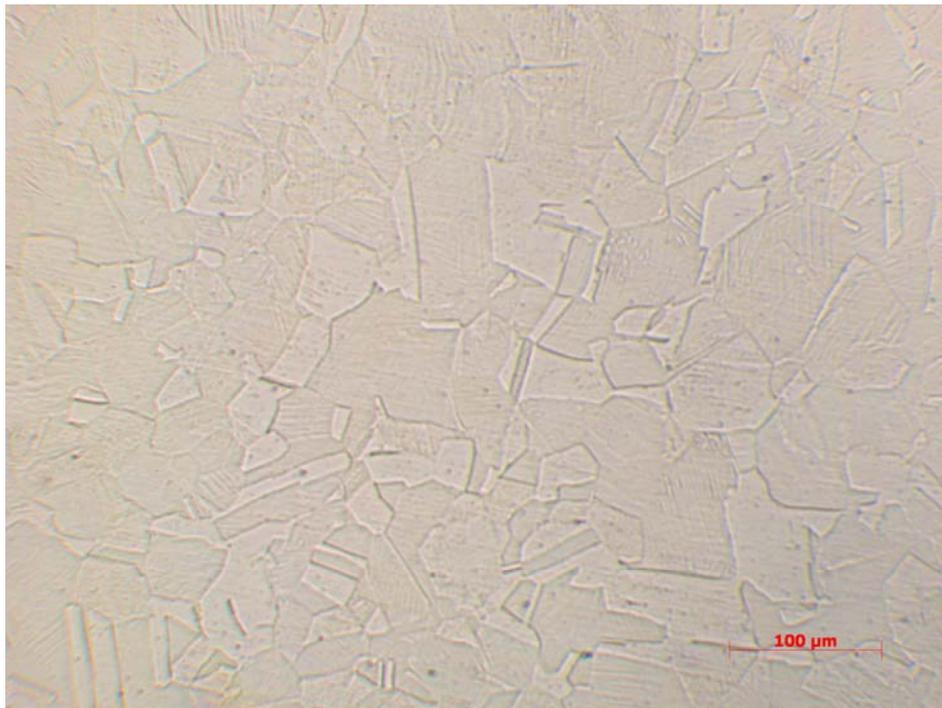
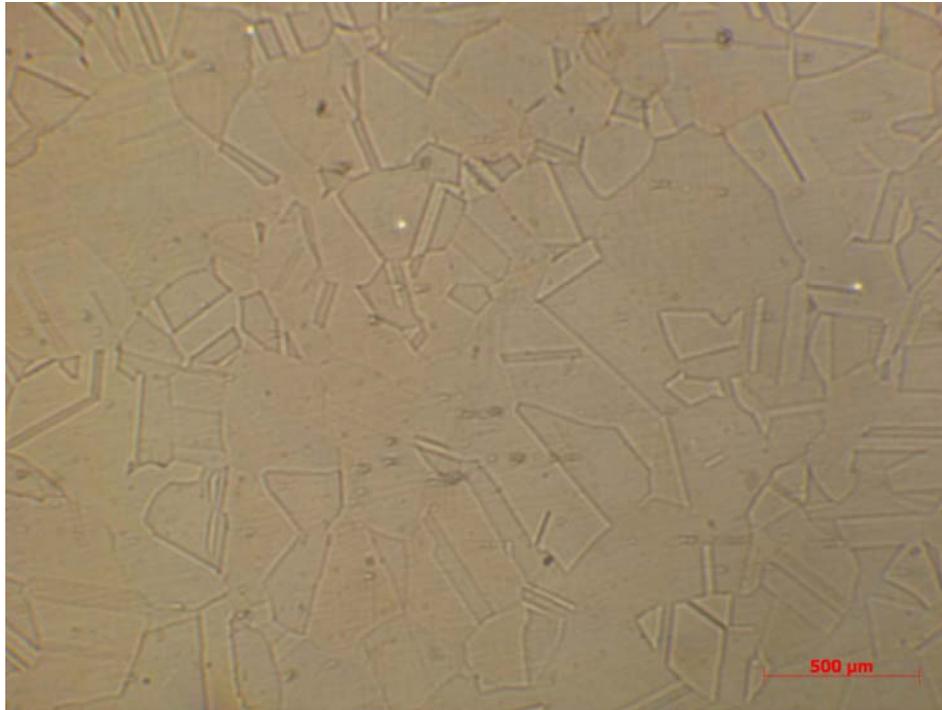


FIG.4.3.2: Aço 304 como recebido

(A)



(B)

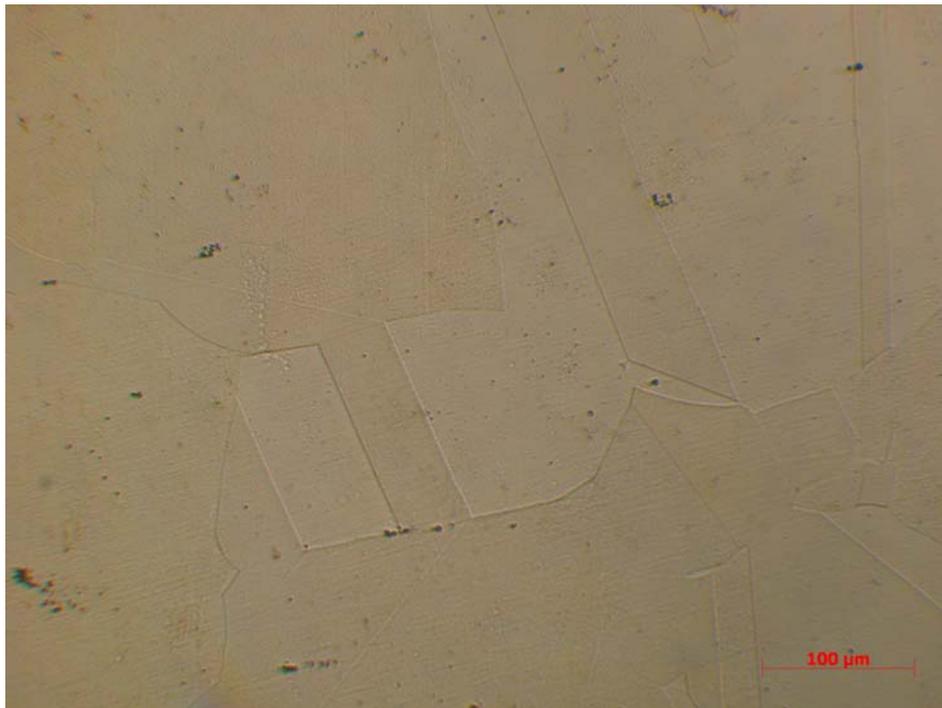
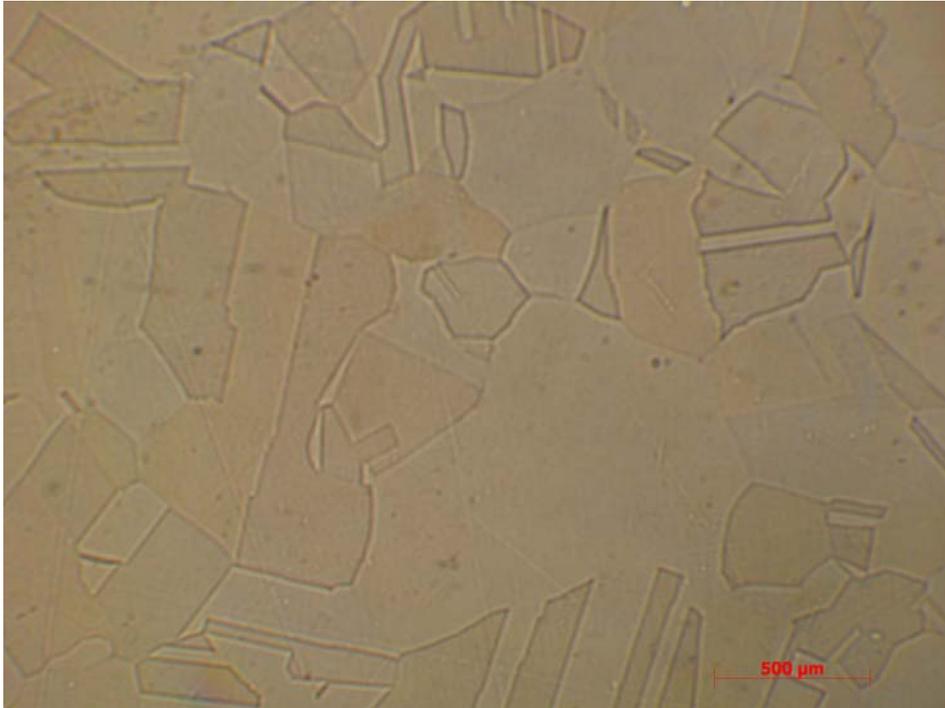


FIG.4.3.3: Amostra ECG 10 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X

A microestrutura da amostra ECG_20 pode ser observada na figura 4.3.4. Novamente no detalhe, em B, pode se observar a ausência de precipitados.

(A)



(B)



FIG.4.3.4: Amostra ECG_20 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X

A FIG 4.3.5 apresenta a microestrutura da amostra ECG_40 após o ensaio de corrosão.

(A)



(B)

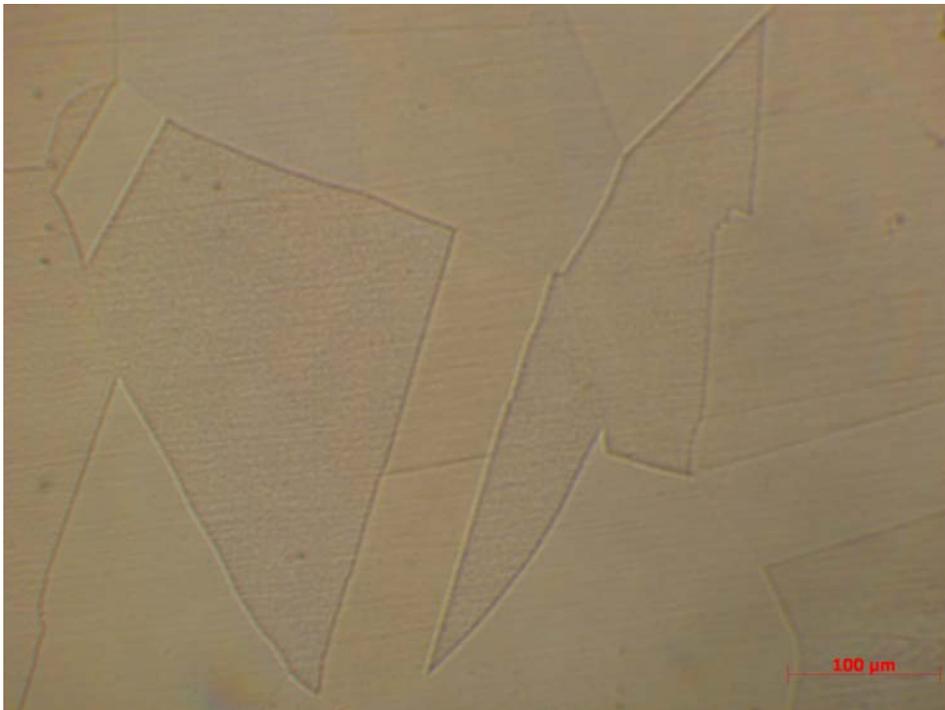
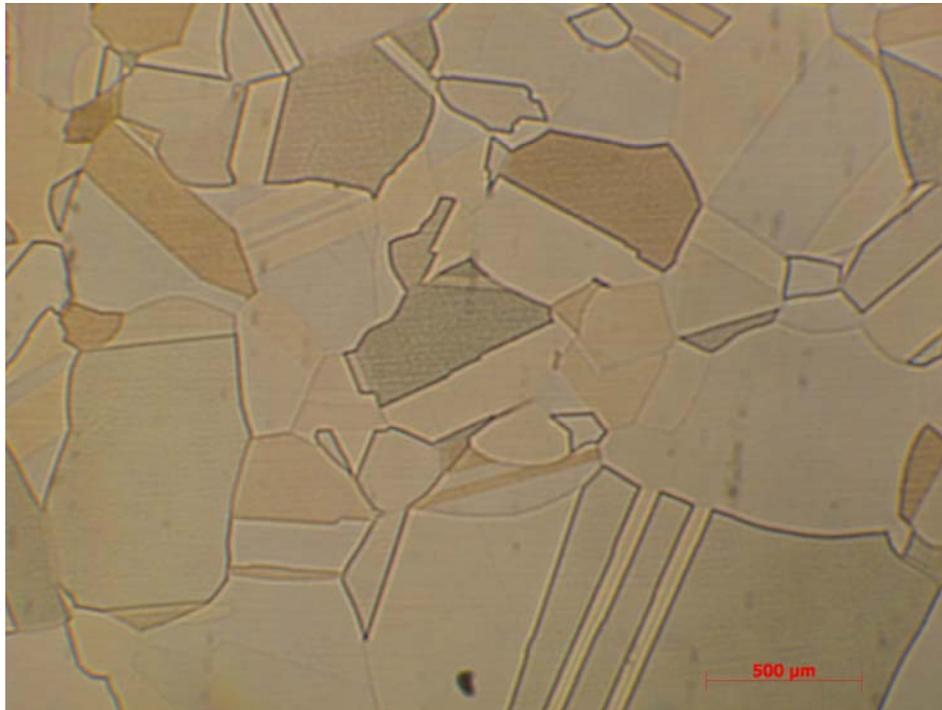


FIG.4.3.5: Amostra ECG_40 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X

A FIG 4.3.6 traz a microestrutura da amostra ECG_80 após o ensaio de corrosão.

(A)



(B)

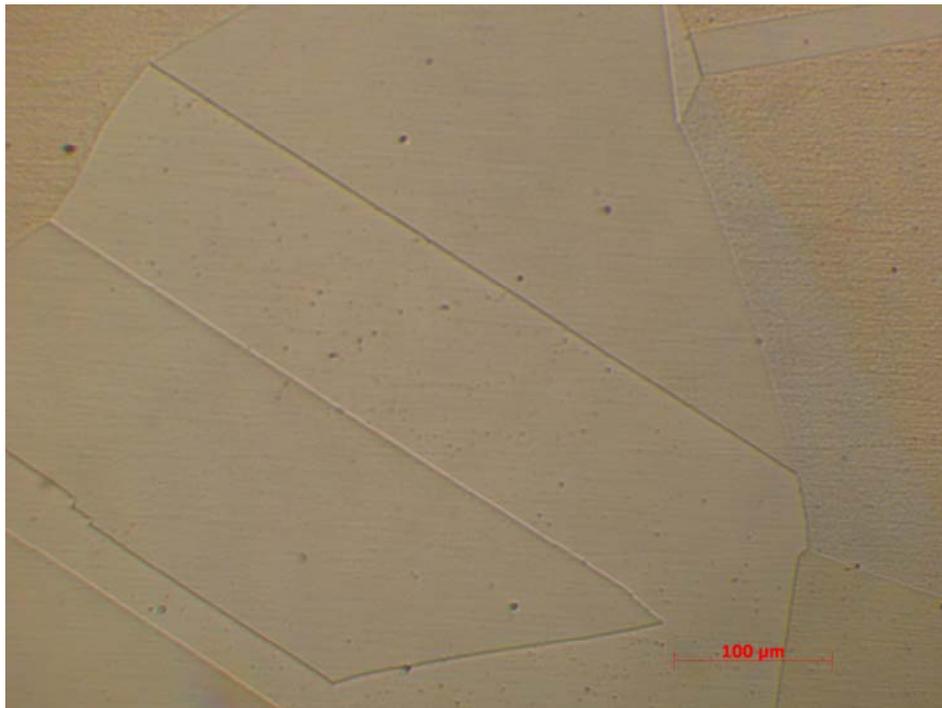


FIG.4.3.6: Amostra ECG_80 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X

A FIG 4.3.7 mostra como a microestrutura da amostra ECG_160 após o ensaio de corrosão.

(A)



(B)



FIG.4.3.7: Aço ECG_160 (A) Aumento de 100 X (B) Aumento de 500X

As micrografias a seguir mostram a microestrutura resultante dos ensaios de corrosão das amostras do grupo 2, ou seja, que além do processo de tratamento de engenharia de contorno de grão sofreram um processo de sensitização durante 1h a 675°C, seguido de resfriamento em água. A FIG 4.3.8 mostra o resultado do tratamento de sensitização sobre a amostra original da amostra 298 enquanto a FIG 4.3.9 mostra o resultado do mesmo tratamento sobre o aço 304, amplamente utilizado pela indústria. Ambas as amostras foram submetidas ao teste de corrosão ASTM A262 prática A. Pode-se notar a expressiva presença do fenômeno de sensitização, e consequentemente, a susceptibilidade à corrosão intergranular.

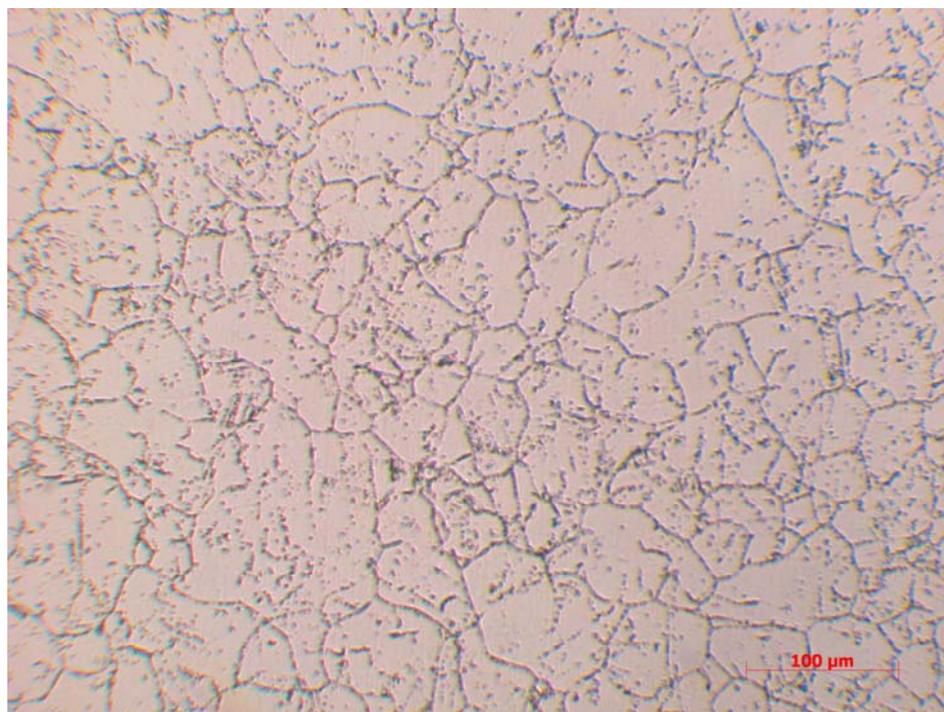


FIG.4.3.8: Aço 298 sensitizado

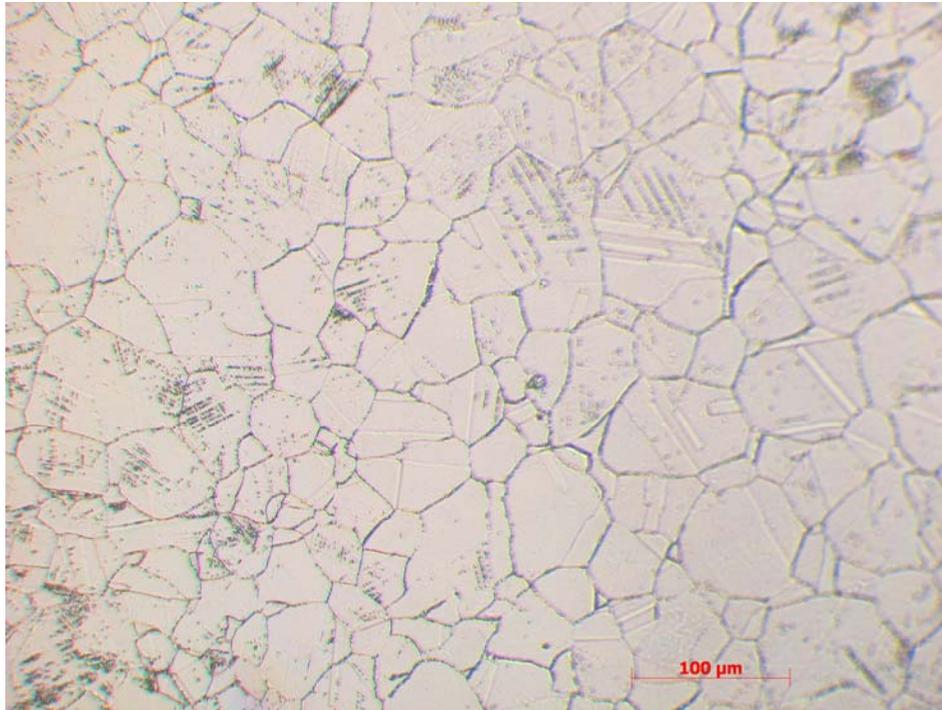
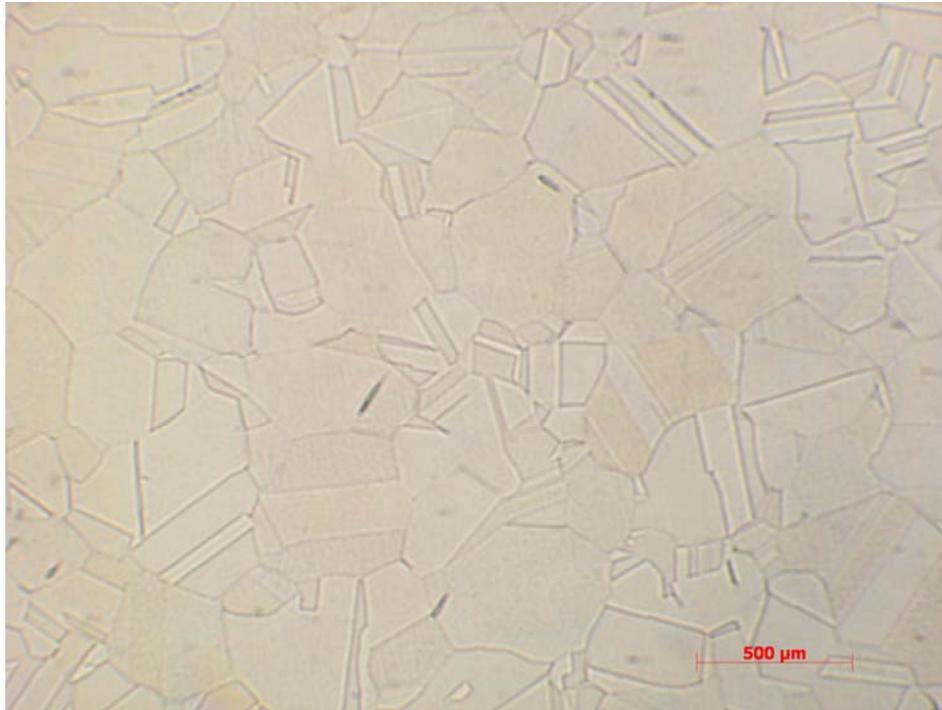


FIG. 4.3.9: Aço 304 sensitizado

A partir da FIG 4.3.10, pode ser observada a microestrutura resultante da amostra ECG_10s, ou seja, submetida ao tratamento termomecânico proposto com laminação de 7%, recozimento a 1200°C durante 10 min e subsequente sensitização durante 1h seguida de ataque eletrolítico. Após o teste de corrosão ASTM A262 prática A nota-se a ausência do fenômeno de sensitização, pois, de acordo com a norma, esta só é caracterizada quando os precipitados recobrirem completamente diversos contornos de grãos. Em (A) tem-se uma visão mais ampla do aspecto microestrutural e em (B) observa-se um aumento maior para que uma possível precipitação não esteja mascarada pelo baixo aumento.

(A)



(B)

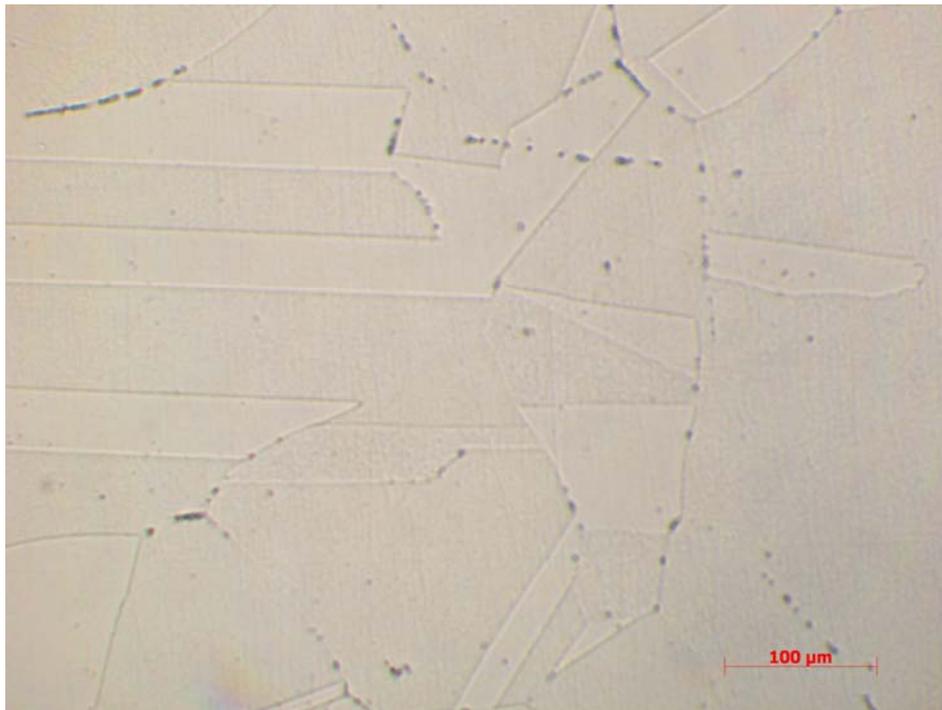
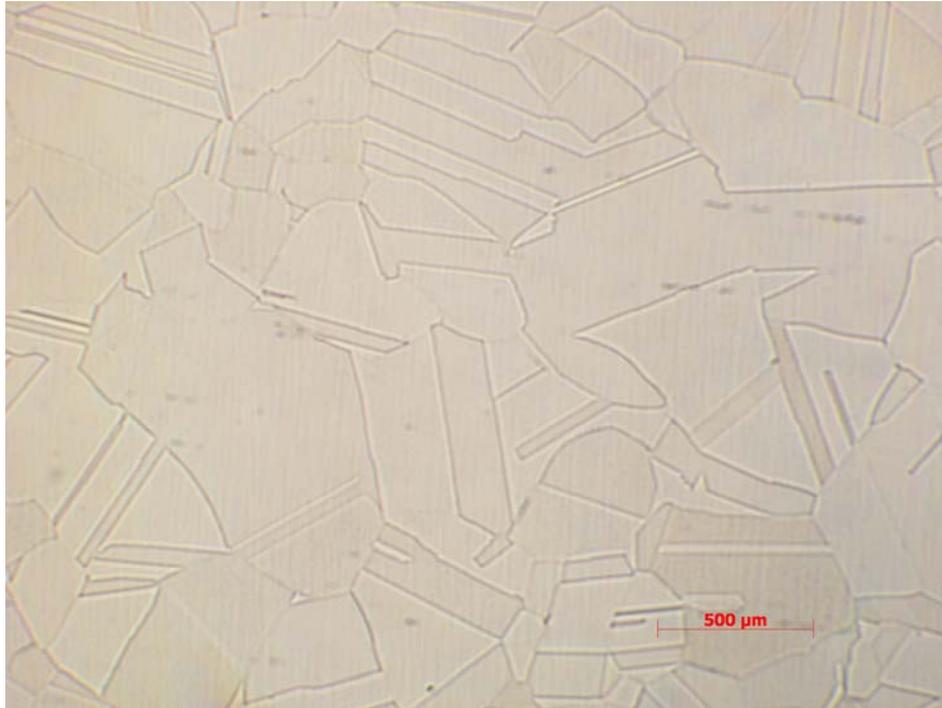


FIG.4.3.10: Amostra ECG_10 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X

A FIG 4.3.11 mostra a microestrutura da amostra ECG_20s. Observa-se pequena sensitização no contorno de grão, o que não caracteriza a ocorrência da maior susceptibilidade

à corrosão intergranular. Da mesma forma, utilizou-se um aumento maior (em B) para que fosse possível (A) que os pitados não ficassem mascarados.



(B)

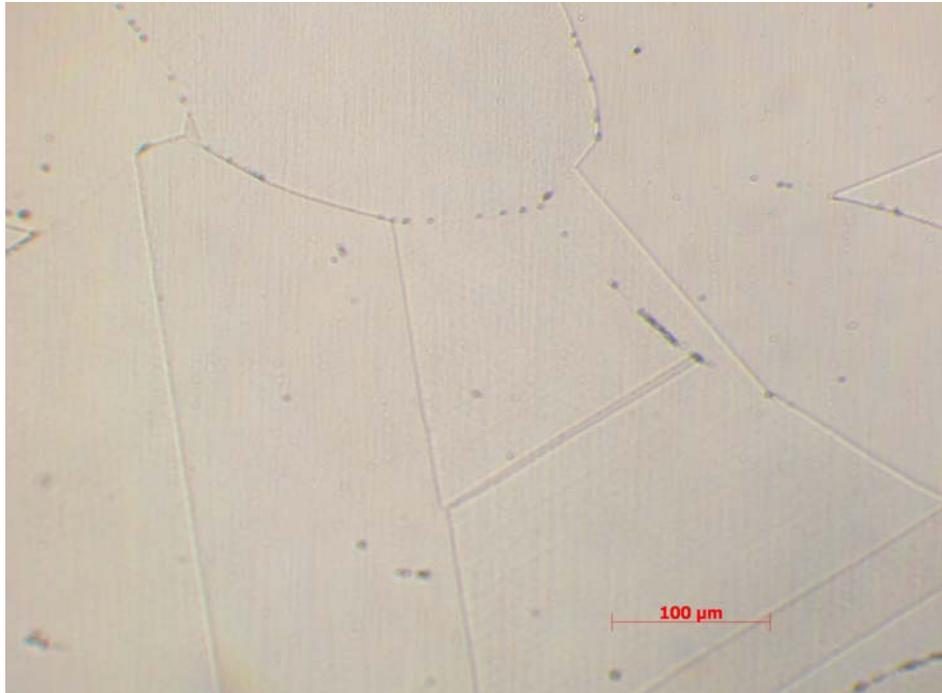
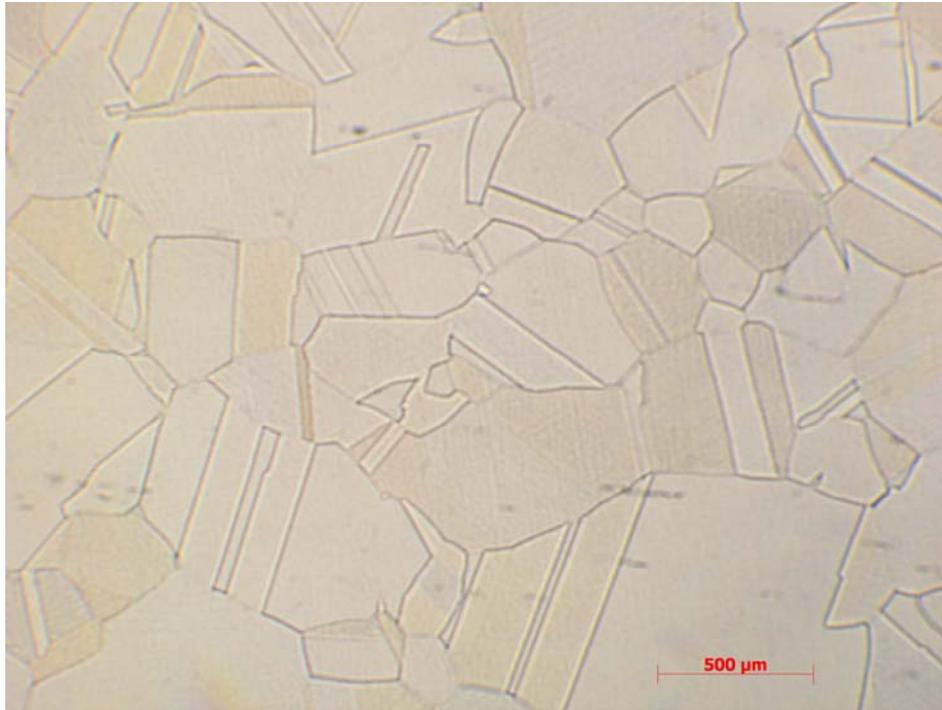


FIG.4.3.11: Amostra ECG_20 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X

A FIG 4.3.12 mostra a microestrutura da amostra ECG_40s. Nesta, pode-se observar o início de uma precipitação um pouco mais contínua. Porém, analisando diversos campos da amostra, observou-se que se tratava do início sutil de um processo de sensitização, mas ainda não a caracteriza.

(A)



(B)

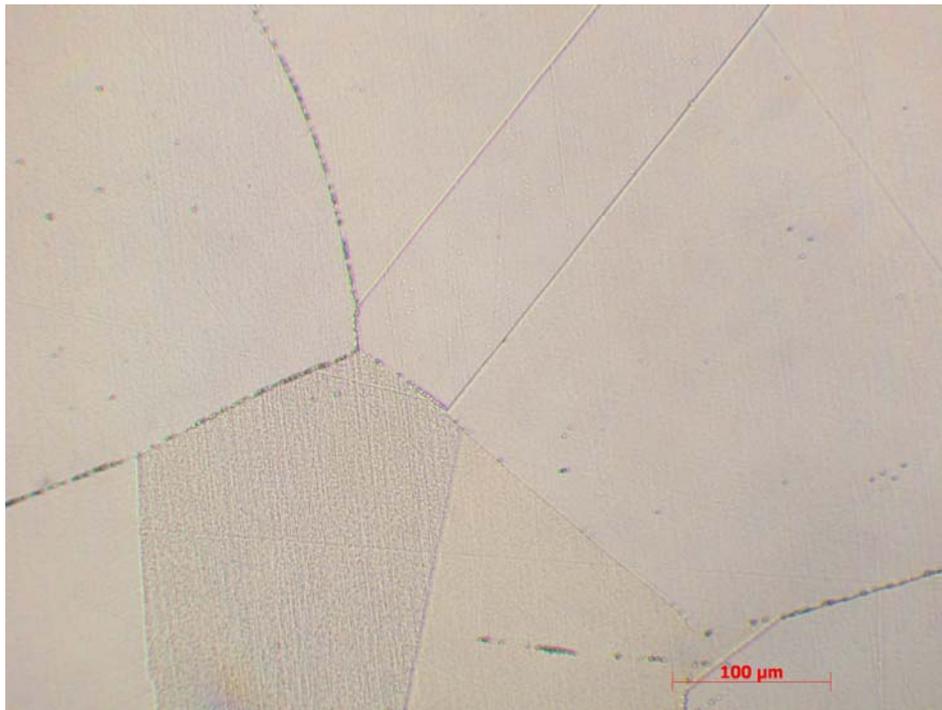
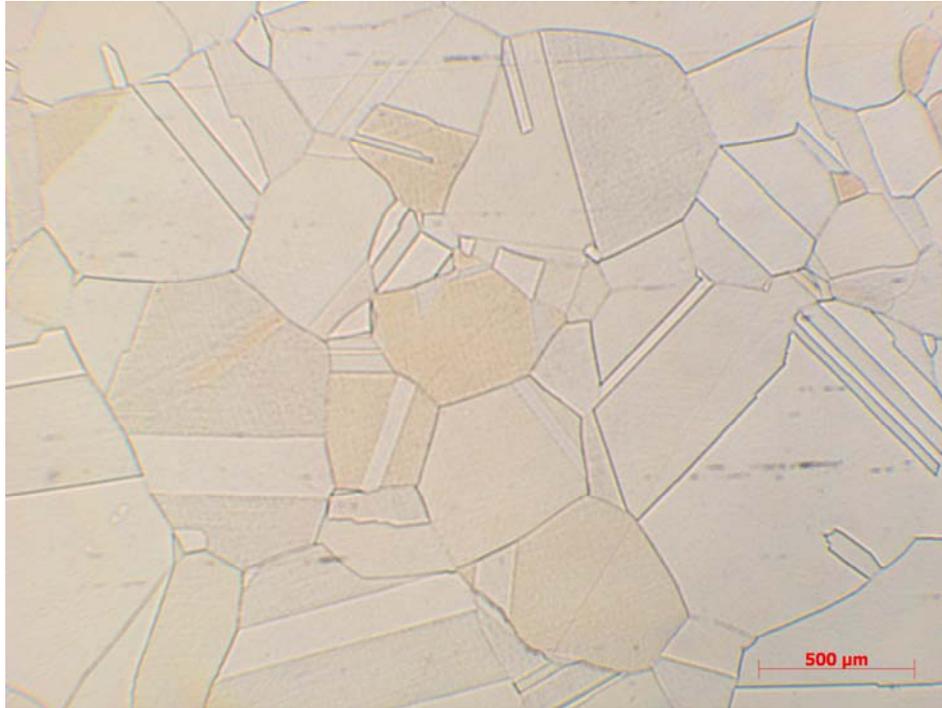


FIG.4.3.12: Amostra ECG_40 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X

A figura 4.3.13 traz a microestrutura da amostra ECG_80s. Pode-se observar a frequência

de precipitados recobrimo contornos de grãos em diversos grãos de diversas áreas, caracterizando a susceptibilidade à corrosão intergranular.

(A)



(B)

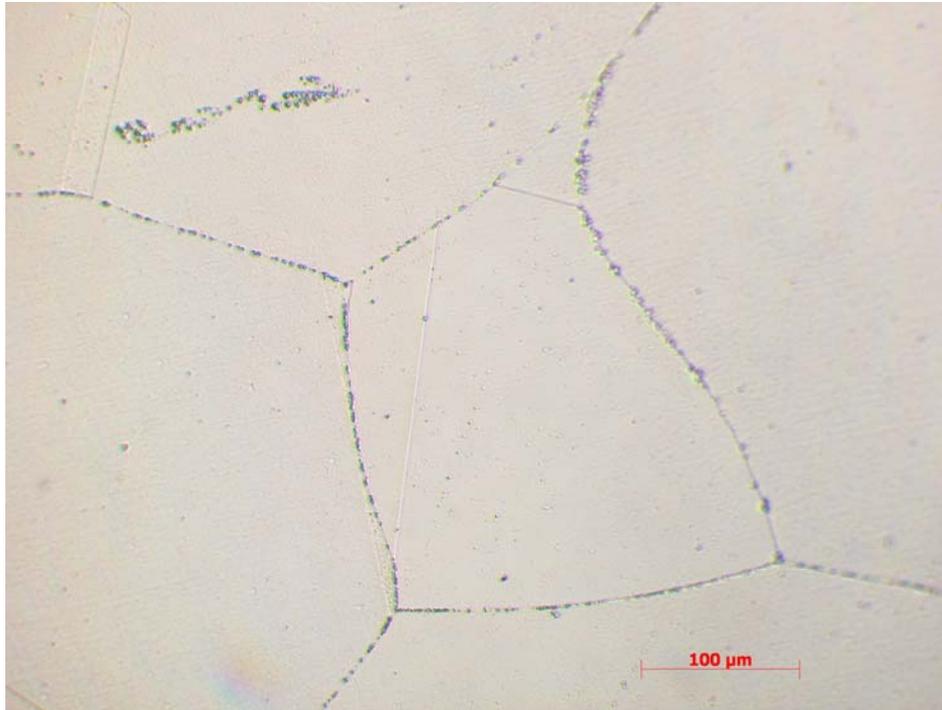
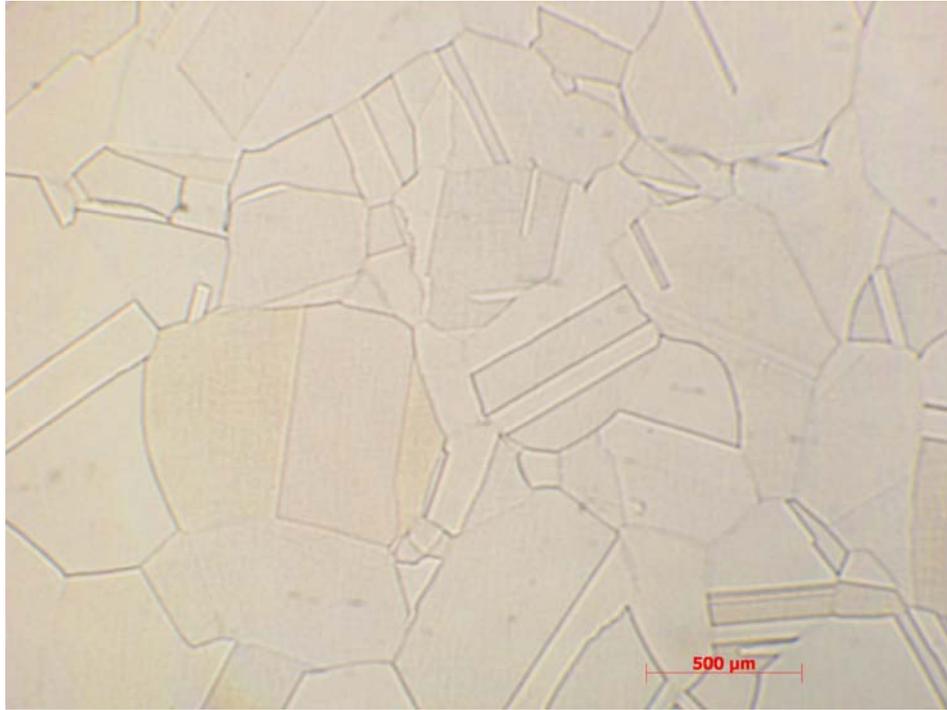


FIG.4.3.13: Amostra ECG_80 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X

A FIG 4.3.14 mostra a microestrutura da amostra ECG_160s. Nesta, pode-se observar uma severa sensitização visto que praticamente todos os grãos da amostra estão decorados com precipitados, sendo assim, esta amostra apresenta alta susceptibilidade à corrosão intergranular.

(A)



(B)

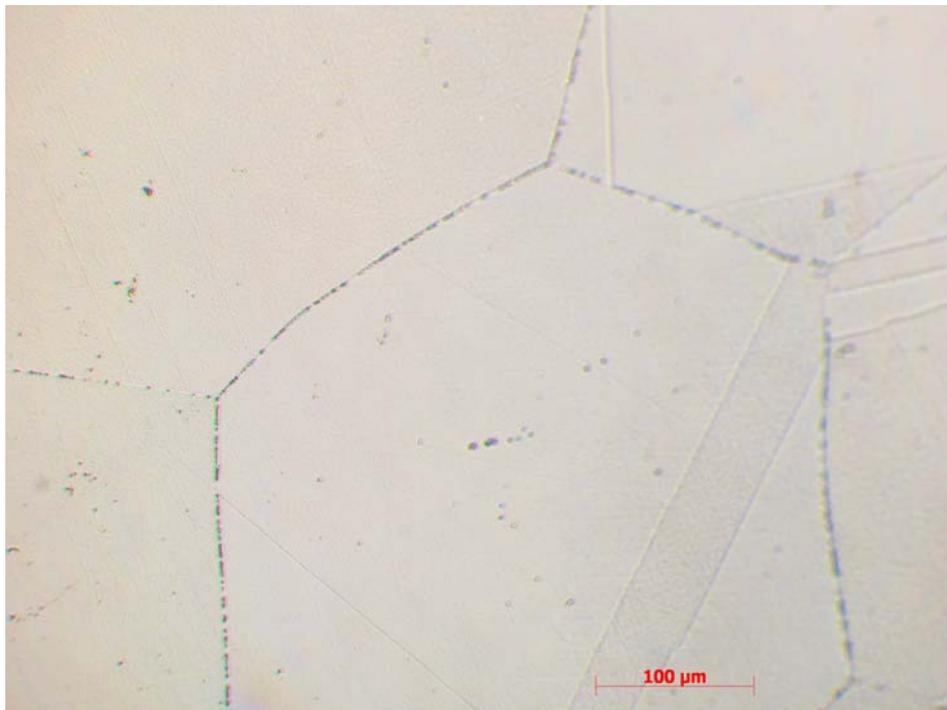


FIG.4.3.14: Amostra ECG_160 sensitizado a 675°C por 1h (A) 100 X (B) 500 X

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Conforme se observa na literatura apresentada, a engenharia de contorno de grão tem sido uma importante ferramenta utilizada para o aprimoramento de diversas propriedades sensíveis a fenômenos intergranulares. Neste trabalho, a viabilidade desta forma de controle microestrutural é avaliada, o que será constatado ao longo deste capítulo.

Observando a FIG 4.1.1 pode-se conhecer o estado do material como recebido. Inicialmente, o aço 298 apresenta um tamanho de grão aproximadamente igual a 21 μm . Analisando a seção normal ao plano de laminação (A), nota-se que a amostra original não está numa condição completamente recristalizada, apresentando contornos encurvados e heterogeneidades na orientação cristalina, possivelmente advindas de uma leve deformação. A seção transversal (B) mostra a presença de um bandeamento provavelmente oriundo do processo de laminação a quente realizado durante o processamento das chapas. Tal bandeamento não permitiu a obtenção de uma superfície perfeitamente plana na seção transversal, condição necessária para análises de EBSD. Em consequência, não foi possível avaliar a microestrutura ao longo da espessura.

A partir das micrografias expostas em 4.1 combinadas com a FIG 5.1 e com a TAB 5.1, abaixo, pode-se acompanhar a evolução microestrutural do aço 298 com diferentes tratamentos realizados. A TAB. 5.1 fornece a variação do tamanho de grão com o tratamento, podendo-se observar que para o tratamento com o menor tempo, ECG_10, o tamanho de grão aumentou em 10 vezes quando comparado ao da amostra original. A partir deste ponto, no entanto, esta variação tornou-se mais suave, como observado no gráfico correspondente à FIG 5.1 que mostra o gráfico correspondente à variação do tamanho de grão com o tempo de recozimento (t), ou seja, para um $t = 0$ min corresponde à amostra original, $t = 10$ min trata-se do tratamento ECG_10, $t = 20$ min trata-se do tratamento ECG_20, se $t = 40$ min, então tratamento correspondente é o ECG_40, $t = 80$ min trata-se do tratamento ECG_80 e, finalmente, $t = 160$ min trata-se do tratamento ECG_160.

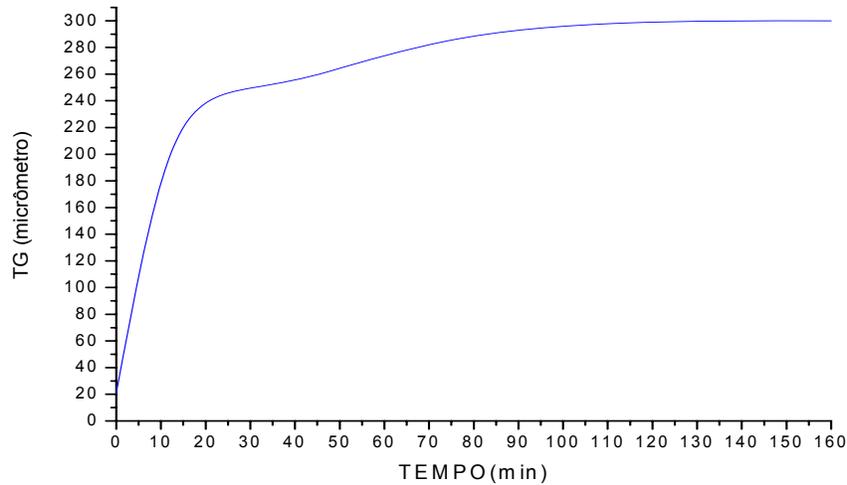


FIG 5.1: Variação do TG com o tratamento.

TABELA 5.1: Variação do G com o tratamento e TG correspondente

AMOSTRA	G (ASTM)	TG (MÉDIO)
298 Original	8	21 μm
ECG_10	1,7	200 μm
ECG_20	1,0	250 μm
ECG_40	1,0	250 μm
ECG_80	0,5	300 μm
ECG_160	0,5	300 μm

Pode-se observar a partir das micrografias presentes em 4.1, FIG 4.1.1 a FIG 4.1.6, que como conseqüência do tratamento termomecânico que concilia baixa deformação com recozimento a altas temperaturas, além do aumento do tamanho de grão ocorre um expressivo aumento do número de maclas no material. No entanto, a variação microestrutural mais evidente não está relacionada apenas à densidade de maclas e/ou tamanho de grão do material e sim à indução de um arranjo microestrutural mais estável, já que não são mais observados contornos arredondados.

Em relação à variação da quantidade de contornos CSL $\Sigma 3$, $\Sigma 9$ e $\Sigma 27$ com o tratamentos, a TAB 5.2 mostra que o espécime original apresenta uma fração de contornos $\Sigma 3$ igual a 48 % , $\Sigma 9$ igual a 5% e $\Sigma 27$ igual a 1 %. Pode-se notar que conforme o tempo de tratamento aumenta, a fração dos contornos $\Sigma 3$ também aumenta, tendo seu pico num tempo de

recozimento igual a 80 min, ECG_80, enquanto a fração dos contornos $\Sigma 9$ e $\Sigma 27$ diminui. Observa-se que para o tratamento ECG_10, a fração de CSL $\Sigma 3$ aumentou para 50 %, $\Sigma 9$ reduziu para 1,5 % e $\Sigma 27$ para 0,6 %. A máxima quantidade de contornos CSL $\Sigma 3$ alcançada foi de 61% para o tratamento ECG_80 realizado. Neste tratamento, não foram detectados contornos CSL $\Sigma 9$ e a fração de contornos $\Sigma 27$ está em torno de 0,5 %. A partir de 80 min, sendo o próximo tempo de recozimento utilizado igual a tempo de 160 min, ECG_160, a fração de contornos CSL $\Sigma 3$ foi reduzida para 53 %, a fração de contornos CSL $\Sigma 9$ aumentou para 0,2 % e a fração de contornos $\Sigma 27$, para 1,8 %. Assim, nota-se que o efeito dos tratamentos térmicos realizados, no que tange especificamente a engenharia de contorno de grão, foi provocar o surgimento de maclas primárias, sem uma contribuição significativa de maclas secundárias e terciárias. Deve-se ressaltar, contudo, que o grande tamanho de grão impediu que se alcançasse a amostragem necessária, como se pode depreender dos elevados desvios padrões observados em alguns tratamentos. Além disso, para manter uma relação de compromisso com outras propriedades do material diretamente relacionadas ao tamanho de grão (tensão de escoamento, por exemplo) e para se obter uma boa ECG deve ser usado um aço de mais baixo carbono ou estabilizado. A partir deste, poderia-se realizar um tratamento térmico em temperaturas menores sem a formação de carbonetos nos contornos de grãos, reduzindo a variação do tamanho de grão durante o tratamento e permitindo ainda a realização de tratamentos iterativos.

TAB.5.2: Valor médio e desvio padrão (DP) dos contornos CSL $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 27$ e Σ total

AMOSTRA	$\Sigma 3$	DP 3	$\Sigma 9$	DP 9	$\Sigma 27$	DP 27	CSL TOTAL	DP Total
298	0,4800	0,035	0,0528	0,0008	0,0130	0,0070	0,5805	0,0340
10	0,4918	0,074	0,0155	0,0130	0,0058	0,0033	0,5439	0,1000
20	0,5477	0,080	0,0127	0,0110	0,0061	0,0066	0,5900	0,0650
40	0,5442	0,073	0,0246	0,0160	0,0003	0,0005	0,6127	0,1200
80	0,6144	0,079	0,0000	0,0000	0,0050	0,0050	0,6681	0,0052
160	0,5325	0,088	0,0021	0,0036	0,0180	0,0150	0,5632	0,0870

A FIG 5.2 mostra o gráfico gerado a partir da TAB. 5.2 correspondente à variação dos contornos CSL com o tratamento realizado, sendo para um $t = 0$, a amostra correspondente é o aço 298 como recebido.

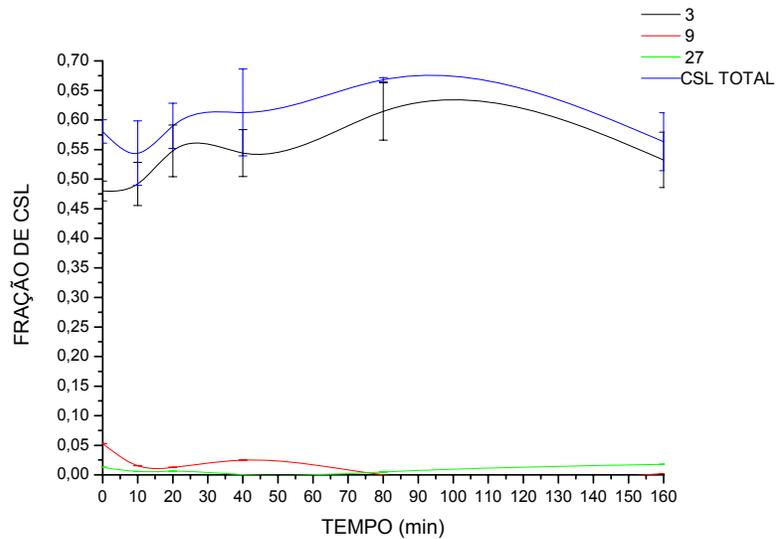


FIG.5.2: Variação dos contornos CSL Σ 3, Σ 9, Σ 27 e Σ total com o tratamento.

A partir da FIG 4.3.1 tem-se o resultado do teste de corrosão realizado nas amostras do grupo 1, ou seja, das amostras 298 e 304 originais e das que sofreram processo de laminação (7%), recozimento em tempos diferenciados mas, não tiveram sensitização induzida pelo tratamento térmico subsequente. Nestas, pode-se observar a ausência de precipitados nos contornos de grãos, o que significa que os tratamentos realizados a altas temperaturas não induziram o fenômeno de sensitização.

Ao se comparar o ensaio de corrosão das amostras previamente sensitizadas segundo a norma ASTM A262 realizados para os aços 298 e 304 como recebidos (FIG 4.3.8 e FIG 4.3.9), tomado como referência face à sua ampla aplicabilidade, pode-se notar a susceptibilidade à corrosão intergranular visto que todos os contornos de grãos estão decorados com precipitados. Ao se comparar estas micrografias com as FIG 4.3.10 e 4.3.11 que mostram o aço 298 ECG_10 e ECG_20, respectivamente, submetidos ao mesmo teste de corrosão pode-se notar que a corrosão intergranular é menos suscetível, pois o tratamento realizado diminuiu a sensitização e, por conseqüência, a susceptibilidade à corrosão intergranular. Utilizando um aumento maior (FIG 4.3.10 (B) e 4.3.11 (B)) observa-se a presença pontual de precipitados nos contornos, o que não caracteriza uma sensitização. Para que esta seja caracterizada, de acordo com a norma utilizada, os precipitados devem recobrir completamente diversos grãos da amostra. Com base nisto, apesar da amostra ECG_40 da FIG 4.3.12 apresentar uma fração maior de precipitados do que as amostras anteriores, ainda

não se pode afirmar que esta está suscetível à corrosão intergranular. Com tempos de tratamento térmico maiores, FIG 4.3.13 e FIG 4.3.14 que mostra o teste de corrosão sobre a amostra ECG_80s e ECG_160s, respectivamente, pode-se notar o recobrimento completo de diversos grãos com precipitados, caracterizando assim a ocorrência da sensitização. Esta se apresenta mais sutil no ECG_80s quando comparada ao ECG_160s devido à maior fração de contornos CSL Σ 3 daquela em relação a esta.

Apesar da amostra ECG_80 apresentar maior densidade de contornos CSL, foi observada severa sensitização, o que indica que não é somente a densidade de contornos CSL que governa este fenômeno. Possivelmente, precipitados de carbono presentes na amostra como recebida que não foram detectados, expostos por grandes intervalos de tempo, se dissolveram na matriz deixando mais carbono livre para formar os carbonetos nos contornos, ocasionando a sensitização.

Mesmo ocorrendo o fenômeno da sensitização e, conseqüentemente, a susceptibilidade à corrosão intergranular nas amostras que receberam os tratamentos ECG_80s e ECG_160s, observa-se que esta foi muito menos severa quando comparada à ocorrida nas amostras sem tratamento termomecânico, FIG 4.3.8 e FIG 4.3.9. Cabe ainda ressaltar que os contornos de macla mostraram-se imunes à precipitação, o que demonstra a validade e viabilidade do tratamento realizado.

6. CONCLUSÃO

A engenharia de contorno de grão tem se mostrado uma ferramenta cada vez mais útil para o aprimoramento de propriedades de diversos materiais metálicos, em especial do aço inoxidável austenítico 298.

A partir das análises realizadas e discutidas nos capítulos anteriores, pode-se concluir que:

- Todos os tratamentos realizados aumentaram a densidade de contornos CSL Σ 3;
- O tratamento ECG_80 foi o que resultou numa maior densidade de contornos CSL;
- O fenômeno de sensitização e, conseqüentemente, a susceptibilidade à corrosão intergranular não ocorreu nas amostras submetidas ao tratamento ECG_10s e ECG_20s;
- A amostra ECG_40s apresentou o início de uma precipitação intergranular com poucos precipitados dispersos nos contornos de grãos;
- As amostras ECG_80s e ECG_160s apresentaram susceptibilidade à corrosão intergranular visto que seus contornos de grãos se mostraram completamente decorados com precipitados;
- O processo de laminação e recristalização em uma etapa mostrou-se eficaz para o aumento da densidade de contornos CSL, ou seja, para se obter uma boa engenharia de contorno de grão, o que poderia ser viável no ponto de vista industrial.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Este trabalho se mostrou um ponto de partida para um estudo muito mais profundo e eficaz da engenharia de contorno de grão nos aços austeníticos. Então, como instrução a trabalhos futuros tem-se:

- A partir de uma chapa com maior espessura, realizar tratamentos iterativos;
- Realizar uma engenharia de contorno de grão em material de baixo carbono;
- Realizar um processo iterativo de laminação seguida de recristalização na amostra ECG_10;
- Realizar o teste de corrosão sob tensão nas amostras que receberam os tratamentos e nas originais a fim de se verificar a influência do aumento da densidade de contornos CSL nesta propriedade;

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABOU-ELAZM, R. ABDEL-KARIM, I. ELMAHALLAWI, R. RASHAD “**Correlation between the degree of sensitization and stress corrosion cracking susceptibility of type 304H stainless steel**” Corrosion Science, V. 51, p. 203-208, 2009.

AK STEEL, **Product Data Sheet – 201 Stainless Steel**, 2007. Disponível: www.aksteel.com [capturado em Jan./08].

ALEXANDREANU, B., BRENT CAPELL A, GARY S. WAS “**Combined effect of special grain boundaries and grain boundary carbides on IGSCC of Ni–16Cr–9Fe–xC alloys**”, A300, p. 94-104, 2001.

ASM Metals Handbook, “**Alloy Phase Diagrams**”, V. 3, p. 1657, 1992.

BERGSTROM D., CHERYL A. BOTTI, “**AL 201HPTM (UNS S20100) alloy: a high-performance, lower-nickel alternative to 300 series alloys**”, 2005. Disponível em www.stainless-steel-world.net [capturado em Mai/09].

BRANDON, D. G., “**The structure of high-angle grain boundaries**”, Acta Metall. vol. 14, p.1479-1484, 1966.

ENGELBERG, D. L., R.C. NEWMAN AND T.J. MARROW “**Effect of thermomechanical process history on grain boundary control in an austenitic stainless steel**” Scripta Materialia, V. 59, 554–557, 2008.

FANG, X. et al. “**Twin-induced grain boundary engineering in 304 stainless steel**”, Materials Science and Engineering A 487, 7–13, 2008.

HUMHREYS, F. J. e HATHERLY, M., “**Recrystallization and Related Annealing**

- Phenomena**", Ed. Pergamon, p. 64, 1995.
- ISSF – International Stainless Steel Forum **"New 200-series' steels: An opportunity or a threat to the image of stainless steel?"**, 2005. Disponível em www.centroinox.it/monografiche/200_series_stainless_steels [capturado em Mai/09].
- K.H. LO, C.H. SHEK, J.K.L. LAI, **"Recent developments in stainless steels"** Materials Science and Engineering, V. 65, p. 39 – 104, 2009.
- PALUMBO, K.T. AUST, E.M. LEHOCKEY, U. ERB AND P. LIN **"On a more restrictive geometric criterion for 'special' CSL grain boundaries"** Scripta Materialia, Vol. 38, p. 1685–1690, 1998.
- PALUMBO E K.T. AUST, **"Solute Effects in Grain Boundary Engineering"**, Canadian Metallurgical Quarterly, V. 34, p. 165-173, 1995.
- PALUMBO E K.T. AUST, **"Structure-Dependence of Intergranular Corrosion in High Purity Nickel"** Acta Metall Mater V.38, p. 2343-2352, 1990.
- PAVEL LEJČEK, SIEGFRIED HOFMANN, VA CLAV PAIDAR **"Solute segregation and classification of [100] tilt grain boundaries in α -iron: consequences for grain boundary engineering"** [Acta Materialia](#), V. 51, p. 3951-3963, 2003.
- PINTO, A.L., A.M. LOPES, **"Micromechanisms Involved in Grain Boundary Engineering of α -Brass"** Materials Science and Engineering p.445–446, 2007.
- PINTO, A.L. **"Utilização da Técnica de EBSD em estudos de Microtextura e Mesotextura"**, Textura e Relações de Orientação, p. 441-458, 2003.
- SHIMADA, M., H. KOKAWA, Z.J. WANG, Y.S. SATO, I. KARIBE **"Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin induced grain boundary engineering"** Acta Material V.50 p.2331–2341, 2002.
- SHUANG XIA, BANGXIN ZHOU, WENJUE CHEN, **"Effect of single-step strain and**

annealing on grain boundary character distribution and intergranular corrosion in Alloy 690” Journal of Materials Science, V. 43, p.2990-3000, 2008.

SPIGARELLI, S. , M. CABIBBO, E. EVANGELISTA, G. PALUMBO “**Analysis of the creep strength of a low-carbon AISI 304 steel with low- Σ grain boundaries**” Materials Science and Engineering A352, p.93_99, 2003.

SUTTON, A. P. e BALLUFFI, R. W. “**On geometric criteria for low interfacial energy**” Acta metallurgica, V. 35, N. 9, p. 2177-2201, 1987.

THAVEEPRUNGSRIPIORN, V., G. WAS, Metall. Mater. Trans. 2101–2112, 1997. “**Grain Boundary Misorientation Effects on Creep and Cracking in Nickel-base Alloys**” Scripta Materialia, Vol. 35, No. 1, pp. 1-8, 1996.

THOMSON, C. B. e RANDLE, V., “ ‘**Fine tuning**’ at $\Sigma 3$ boundaries in nickel”, Acta Materialia, V. 45, N. 12, p. 4909-4916, 1997.

WATANABE, T. e TSUREKAWA, S. “**The Control of Brittleness and Development of Desirable Mechanical Properties in Polycrystalline Systems by Grain Boundary Engineering**”, Acta Mater, V. 47, 1999, p. 4171-4185, 1999.