

3. CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Materiais das amostras

Foram utilizados cinco aços inoxidáveis, sendo quatro ferríticos e um austenítico, e um aço de baixo carbono conforme descritos abaixo:

- a) DIN 14003 (nome comercial - P410D) - Aço inoxidável ferrítico com 11% Cr. Devido ao baixo teor de Cr, foi desenvolvido para aplicações estruturais em concorrência ao aço carbono, e está se difundindo para um uso que envolve ambientes abrasivo-corrosivos moderados.
- b) ASTM S40910 (nome comercial - P409A) - Aço inoxidável ferrítico com 11% Cr, mas estabilizado ao Ti. Sua principal aplicação é sistemas de escapamentos automobilísticos.
- c) ASTM S43000 (nome comercial - P430A) – Aço inoxidável ferrítico com 16% Cr. Sua aplicação principal é em cutelaria. Apresenta uma forte gradiente de textura cristalográfica ao longo da espessura.
- d) ASTM S43000 (nome comercial - P430E) – Aço inoxidável ferrítico com 16% Cr e sua principal aplicação também é em cutelaria. Não existe distinção na norma para este aço inoxidável e o P430A, a diferença encontra-se principalmente na estabilização ao Nb para este. Também possui uma forte gradiente de textura cristalográfica ao longo da espessura.
- e) AISI 304(nome comercial - P304A) – Aços inoxidáveis austenítico com 18% Cr e 8% Ni. É de utilização extremamente versátil, com excelente resistência à corrosão,

boa conformabilidade e soldabilidade, comparado aos demais aços anteriormente mencionados, o que o torna mais conhecido comercialmente.

- f) ASTM A36 (nome comercial igual ao da norma) – Aço baixo carbono, (máximo 0,26% de carbono) de múltiplas aplicações devido ao baixo custo de aquisição.

3.2. Caracterização das amostras

A caracterização das amostras, prévia aos ensaios de corrosão eletroquímica, foi efetuada no centro de pesquisas da empresa *Aperam South America*. Realiza-se quatro caracterizações das amostras, sendo elas: Análise de composição química, propriedades mecânicas, caracterização macroestrutural e caracterização da textura cristalográfica.

3.2.1. Análise de composição química

Foram utilizados equipamentos distintos devido à maior precisão do resultado em função da técnica e do elemento a ser avaliado, como se segue:

- a) Para os elementos C e S, os elementos foram analisados pela técnica de absorção de infravermelho, em equipamento do fabricante Leco, modelo CS444;
- b) Para o elemento químico N, foi analisado pela técnica de termocondutividade, em equipamento do fabricante Leco, modelo TC436;
- c) Para os aços inoxidáveis, os demais elementos foram analisados pela técnica de espectrometria de fluorescência de raios-x, em equipamento do fabricante ThermoARL, modelo 9900;
- d) Para o aço carbono, os demais elementos foram analisados por espectrometria de emissão ótica, em equipamento do fabricante ThermoARL, modelo 4460.

3.2.2 Caracterização metalográfica

As superfícies das amostras, para a análise metalográfica, foram preparadas por meio das seguintes etapas: lixamento, polimento e ataque químico.

Realizou-se a etapa de lixamento com lixas de grana de P120, P220, P320, P500 e P600. O polimento, após o lixamento, foi feito nos panos DP-Plancom em solução de pasta diamantada de 9, 3 e 1µm na politriz da marca Struers Abramin-B.

Para o ataque metalográfico, foram necessários reativos e tempos distintos, em função de serem materiais com resistência à corrosão diferenciada, conforme Tabela 3.1.

Tabela 3.1. Tempos e tipo de ataque metalográfico utilizado para cada material.

Aço	Tempo [Seg.]	Ataque
P304A	90	Água Régia
P409A	50	Vilella
P410D	80	Vilella
P430A	50	Vilella
P430E	50	Vilella
A36	12	Nital

Após o ataque metalográfico, a amostra foi lavada com água, álcool e seca ao ar quente para a observação no microscópio.

Foi utilizado um Analisador de Imagens do Fabricante Leco, composto de um microscópio *LEITZ DMRXE* e o “software” de análise *IA3001®*, de forma a se fazer uma avaliação qualitativa da estrutura dos materiais.

3.2.3 Caracterização da textura cristalográfica

A textura foi feita via “*Electron Back Scattered Diffraction*” (EBSD) convencional, acoplado MEV com filamento de LaB6, marca PHILIPS, modelo XL-30. Os dados obtidos pela técnica EBSD foram analisados no software “OIM Analysis®”.

O procedimento de preparação das amostras consistiu-se das etapas de lixamento e polimento, citado no subcapítulo anterior, para a preparação metalográfica e, adicionalmente, realizou-se outro polimento com sílica coloidal por aproximadamente 2700 segundos na politriz, marca Minimet 1000B. Os dados foram coletados na seção longitudinal ao longo da espessura para as duas amostras de aço inoxidável de 16% Cr, com aceleração do feixe de 20KV e o passo utilizado variou entre 1 e 2µm.

3.3. Ensaios de polarização potenciodinâmica

Usou-se para os ensaios de polarização um potenciostato do fabricante BioLogic, modelo SP150 (Fig. 3.1). Os “softwares” de aquisição e processamento de dados usados foram *EC Lab®V10.18* e *EC Lab Express® V5.4*, respectivamente, fornecidos pelo fabricante.



Figura 3.2. Potenciostato BioLogic SP150. (A) Saída de sinal potencial e aquisição de sinal de corrente da célula eletroquímica; (B) Saída de dados para processamento no “software” por porta USB; (C) Saída de dados para processamento no “software” por porta Ethernet.

Os ensaios foram efetuados numa célula eletroquímica plana do fabricante BioLogic modelo EL-FLAT 3 (Fig. 3.2).

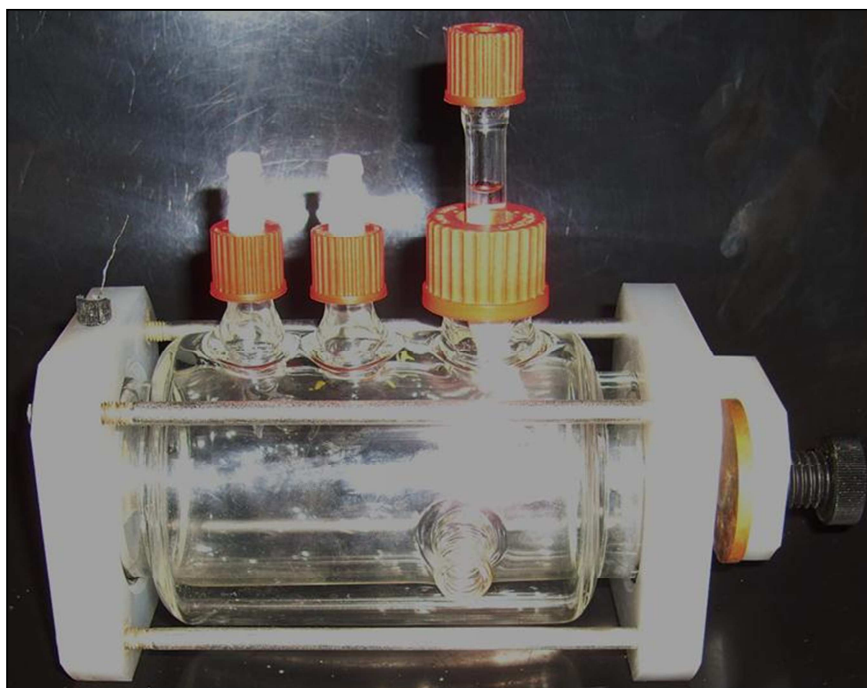


Figura 3.2. Célula eletroquímica plana, modelo El-FLAT 3 do fabricante BioLogic.

A área de ensaio para esta célula é de 1 cm², como indica a Fig. 3.3. Como contra eletrodo foi usada uma gaze de Platina de 80 mesh, detalhada na Fig. 3.4. Para o eletrodo de referência, escolheu-se o eletrodo saturado de Calomelano.

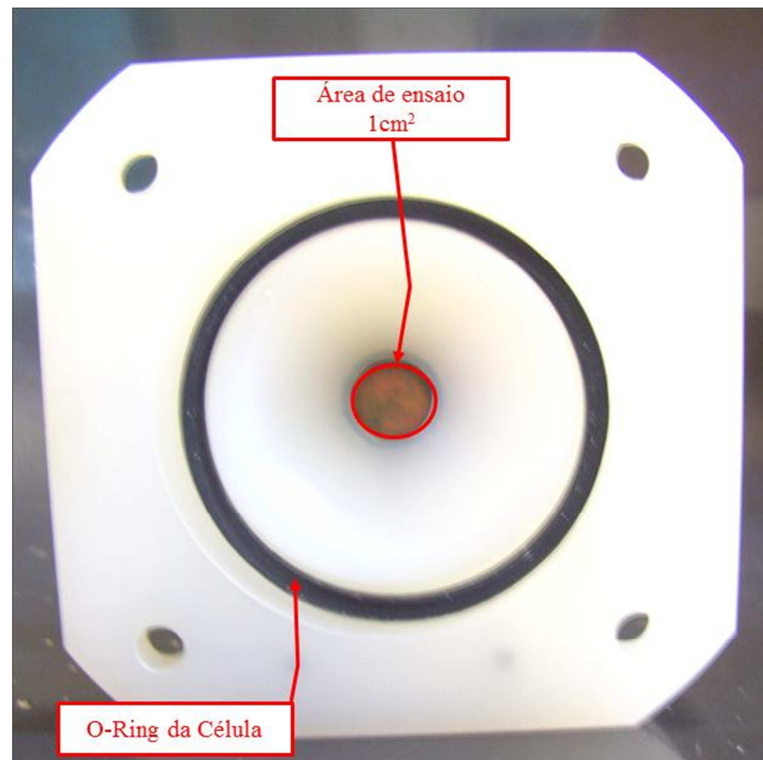


Figura 3.3. Peça plana da El-FLAT 3 onde instala-se as amostras ensaiadas.

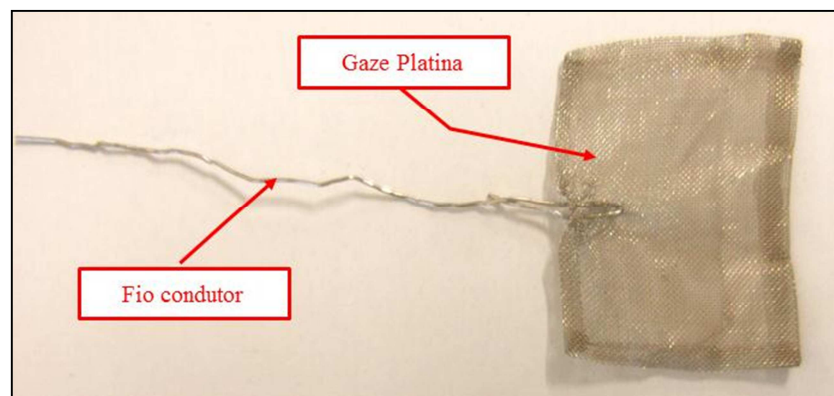


Figura 3.4. Gaze de Platina.

A disposição dos eletrodos é apresentada na Fig. 3.5.

O tipo de ensaios realizado foi polarização linear potenciodinâmica (aumento de potencial elétrico no tempo), usando-se os seguintes meios eletrolíticos:

- a) Solução de água destilada com 3,56% de NaCl em peso.
- b) Solução 1 N de H_2SO_4 em água destilada.

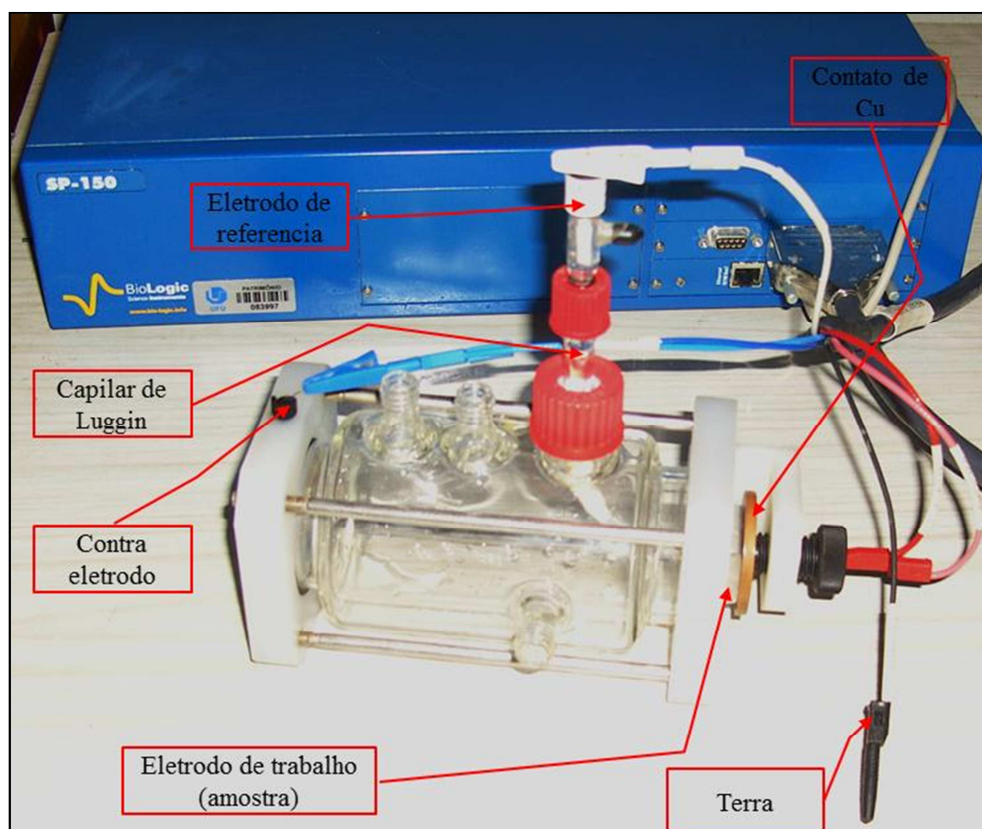


Figura 3.5. Disposição dos eletrodos na célula eletroquímica (El-FLAT3).

3.3.1. Geometria e superfície das amostras

Foi definido um tamanho padrão para as amostras de 25 x 25 mm.

Os corpos de prova foram tirados de chapa de 6 mm de espessura para os materiais P410D, P409A, P304A e A36, e de chapa de 4 mm de espessura para os materiais P430A e P430E. Essa diferença na espessura é devida ao maior gradiente de textura ao longo da espessura apresentado em chapa de 4 mm em relação à de 6 mm. Além disto, elaboraram-se, mediante usinagem, amostras com 80 e 50% da espessura original da chapa para os materiais com gradiente de textura (P430A e P430E), como é apresentado na Fig. 3.6. Essas posições correspondem a 3,6 e 2 mm, respectivamente, objetivando-se assim obter texturas cristalográficas preferenciais diferentes devido ao gradiente de textura.

Uma etapa de lixamento na face, aonde seriam realizados os ensaios, foi realizado nas amostras. O lixamento foi até a lixa de grana P600. O lixamento na última lixa (P600) realizou-se entre 8 e 12 horas antes de efetuar o ensaio, com o intuito de dar tempo para que uma nova camada passiva se formasse.

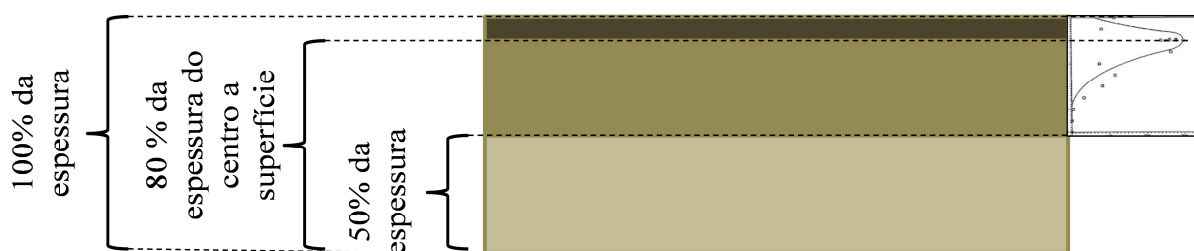


Figura 3.6. Posições de elaboração da amostras para a caracterização da textura cristalográfica.

3.3.2. Ensaios de polarização potenciodinâmica em ambiente desaerado

A polarização potenciodinâmica foi baseada na norma ASTM G5-94 (2004) “*Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements*”.

Antes de iniciar o ensaio, a amostra foi montada na “*Flat Cell*”, a qual foi preenchida com o eletrólito. Após a montagem na “*Flat Cell*”, procedeu-se a desaeração do meio por 15 minutos, com um fluxo de 150 cm³/min de gás Argônio. A norma preconiza que o fluxo de gás no meio eletrolítico seja no mínimo 30 minutos antes de submergir a amostra, mas devido à forma de montagem da *Flat Cell*, o meio eletrolítico não pode ser introduzido antes da montagem da amostra. Para certificar-se da remoção do ar do meio, e vedação da célula, o tubo de saída dos gases passava por um Becker com água, para observação do aborbulhamento, garantindo assim a desaeração.

Após os 15 min, ligou-se a célula ao potenciostato e deixou-se estabilizar o potencial de circuito aberto (OCP) do ensaio durante 30 a 40 min. O fluxo de Argônio não foi desligado para continuar desaerando o meio. A montagem do ensaio está apresentada na Fig. 3.7.

Estabilizado o potencial de circuito aberto (OCP), iniciou-se o ensaio, tendo como parâmetro a razão de aumento do potencial (E) que, seguindo a norma ASTM G5-94, deve ser 50 mV por cada 5 min (0,167 mV/s). Além disto, foi especificado que o ensaio inicia-se em valores 50 mV inferiores ao do potencial de circuito aberto (OCP) estabilizado. Deixou-se o fluxo de Argônio durante todo o ensaio.

O método usado para terminar o ensaio variou para cada meio eletrolítico. Quando o meio era NaCl, o ensaio foi interrompido manualmente no momento que a corrente ultrapassou 10 mA, para evitar a exagerada corrosão da amostra. Para o meio de H₂SO₄, o potenciostato foi programado para interromper o ensaio quando o potencial (E) fosse aproximadamente 1600 mV superior ao valor estabilizado do potencial de circuito aberto (OCP), garantido assim a conclusão dos ensaios antes da região de crescimento da oxidação (após da transpassividade) (ASM International, 1992).

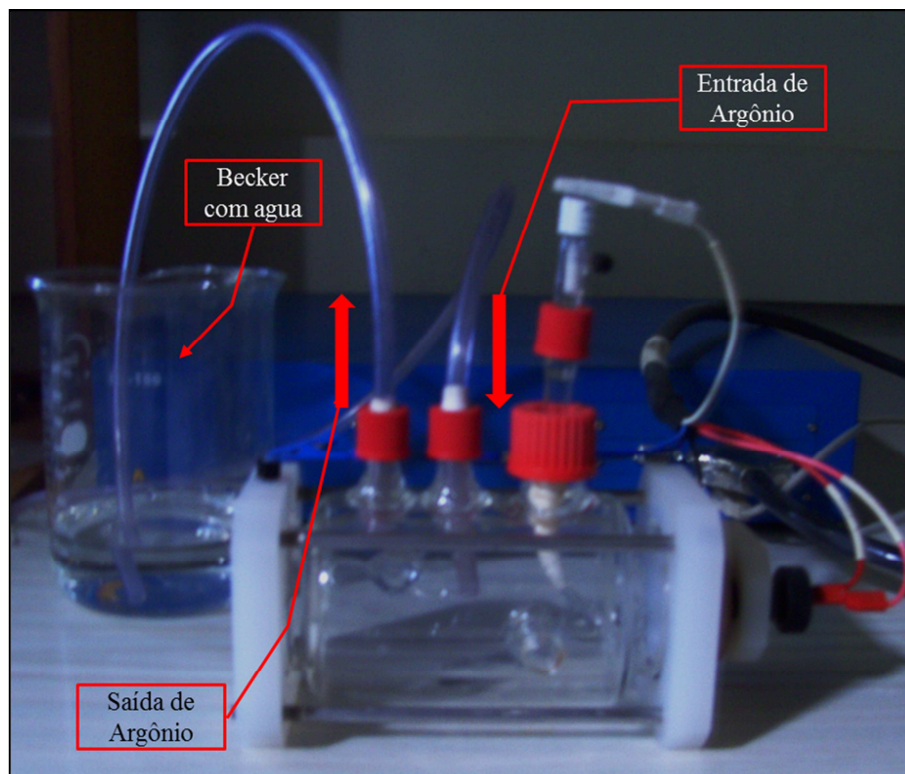


Figura 3.7. Montagem para ensaio de polarização, apresentando o fluxo do Argônio.

3.3.3. Ensaios de polarização potenciodinâmica em ambiente aerado

Os ensaios em ambiente aerado seguiram a mesma metodologia dos ensaios em ambiente desaerado, mas tirando o fluxo de Argônio, que se usava para desaerar. Dessa forma, os 15 minutos de espera iniciais, que foram usados para desaerar, não foram aplicados neste ensaio, mas permaneceram os 30 minutos de estabilização.

A montagem do ensaio é aquela apresentada na Fig. 3.6.

3.4. Caracterização da corrosão

Para compreender melhor o fenômeno corrosivo que aconteceu nos ensaios de polarização potenciodinâmica, utilizou-se microscopia ótica e eletrônica de varredura para análise da superfície. Foi usado o MEV da empresa *Aperam South America*, que já foi especificado na seção 3.2.4.

4. CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

No presente capítulo, apresenta-se e discute-se os resultados de todos os ensaios realizados para o trabalho desenvolvido.

4.1. Análise química, caracterização mecânica e cristalográfica.

4.1.1. Análise de composição química

Os resultados de composição química são apresentados na Tabela 4.1. As porcentagens dos elementos estão dentro dos limites estabelecidos nas normas de cada material. Destaca-se neste caso o baixo teor de carbono de alguns aços inoxidáveis, como o P409 e P410 (0,01% aprox.). Devido ao baixo teor de Cr destes, o baixo teor de carbono é necessário para evitar a formação de carbonetos de cromo, principalmente em contornos de grãos, o que reduziria ainda mais a resistência à corrosão em diversos meios.

Ressalta-se ainda o elevado teor de Ni no aço P304, sendo o principal responsável por sua estrutura austenítica à temperatura ambiente.

Já afirmado, os aços P409 e P430E são estabilizados ao Ti e Nb, respectivamente. Nesta ordem, tem uma similaridade química com os aços P410 e P430A, excetuando-se a estabilização.

4.1.2. Caracterização metalográfica

A Fig. 4.1 apresenta as microestruturas próximas à superfície dos aços utilizados no trabalho.

Tabela 4.1. Composição química dos materiais utilizados (% em peso).

Elemento	Aço					
	A36	P304A	P409A	P410D	P430E	P430A
C	0,138	0,055	0,009	0,011	0,0252	0,0488
Mn	1,06	1,15	0,13	0,61	0,2057	0,3186
Si	0,01	0,42	0,52	0,49	0,4585	0,3603
P	0,0154	0,0251	0,0182	0,0247	0,0358	0,0395
S	0,0075	0,0009	0,0005	0,0002	0,0013	0,0015
Cr	0,01	18,28	11,29	11,23	16,1868	16,1028
Ni	0,01	8,01	0,12	0,31	0,1935	0,274
Mo	0,003	0,063	0,005	0,021	0,0348	0,0199
Al	0,033	0,003	0,003	0,002	0,0023	0,002
Cu	0,014	0,085	0,015	0,022	0,021	0,0499
Co	0,0025	0,1145	0,0183	0,0175	0,0205	0,0203
V	0,002	0,045	0,027	0,008	0,0391	0,0379
Nb	0,001	0,005	0,002	0,006	0,4161	0,0143
Ti	0,001	0,001	0,144	0,003	0,004	0,0025
Sn	0,004	0,006	0,002	0,003	0,0034	0,0041
W	0,008	0,019	0,003	0	0,0168	0,0093
N	0,0026	0,0421	0,0087	0,0145	0,0202	0,0528

Como era de se esperar, os aços inoxidáveis ferríticos apresentaram uma estrutura ferrítica (Fig. 4.1 (a), Fig. 4.1 (b), Fig. 4.1 (c) e Fig. 4.1 (d)). Nestas amostras, observaram-se alguns pontos pretos dentro dos grãos por toda a extensão das amostras, indicando a presença de inclusões e precipitados. Ressalta-se, ainda, que nenhum deles foi encontrado nos contornos de grão, mas somente algumas exceções. A Fig. 4.1 (e) apresenta uma estrutura austenítica típica com alguns precipitados e inclusões no interior dos grãos. É importante notar este fato devido ao problema de sensibilização para esse tipo de aços inoxidáveis; observou-se também a presença de maclas. A Fig. 4.1 (f), aço baixo carbono, apresenta uma típica estrutura ferrítico-perlítica.

Embora não se tenha quantificado o tamanho de grão, observaram-se grãos mais finos no aço P430A (Fig. 4.1 (a)) em comparação com os demais aços inoxidáveis. Ressalta-se que o tamanho de grão do aço P410 (Fig. 4.1 (c)) também é visivelmente menor que os apresentados pelos demais aços inoxidáveis, porém é maior que aquele do aço P430A.

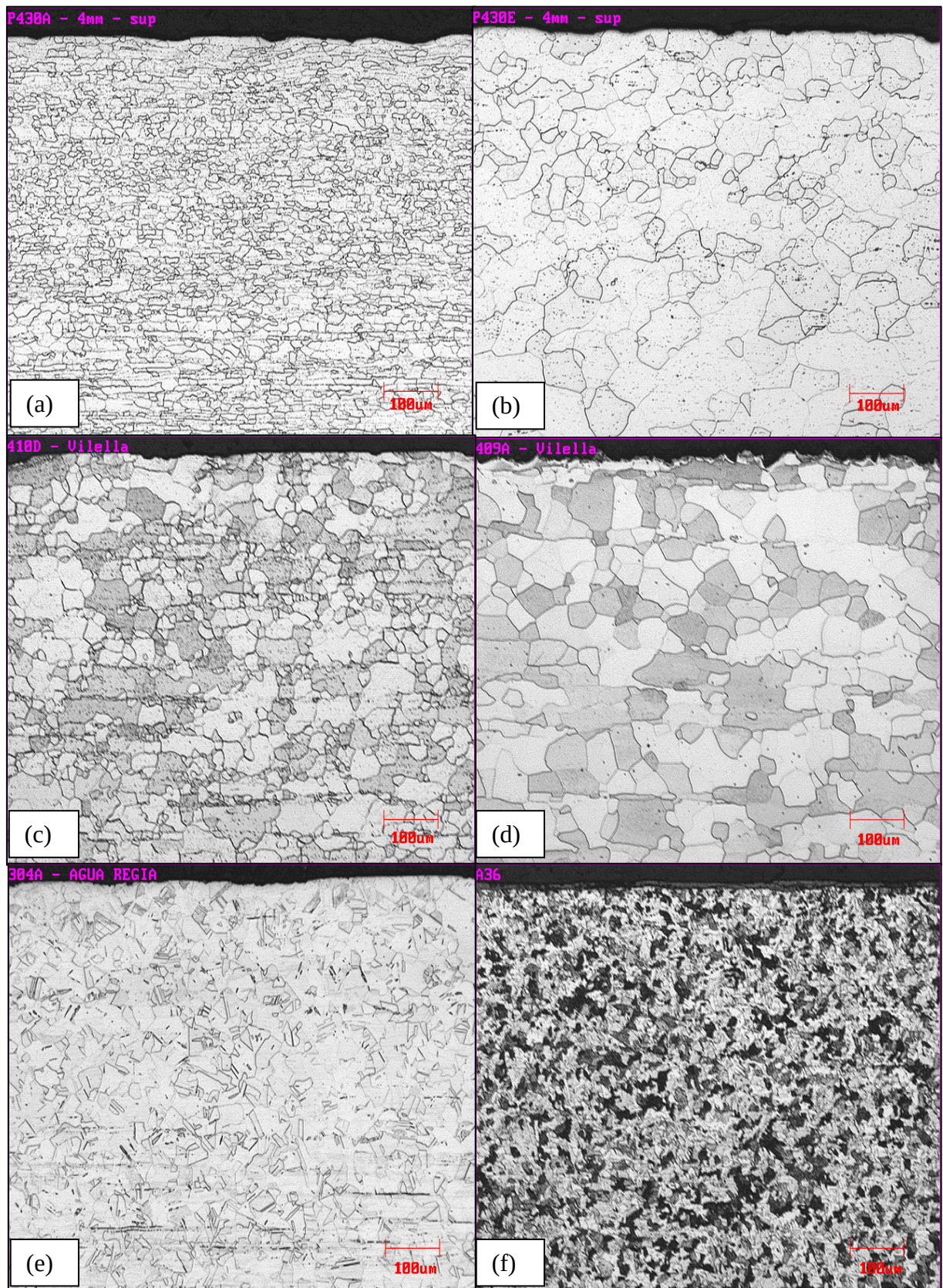


Figura 4.1. Microestrutura próxima à superfície. (a) P430A, (b) P430E, (c) P410, (d) P409, (e) P304 e (f) A36.

A Fig. 4.2 apresenta microestruturas típicas no centro da espessura das chapas. A maior diferença encontra-se no tamanho e forma dos grãos para os aços inoxidáveis ferríticos (Fig. 4.2 (a), 4.2 (b), 4.2 (c) e 4.2 (d)). Os grãos apresentam uma forma mais alongada e maiores dimensões quando comparados com os grãos presentes na superfície das chapas (Fig. 4.1). Este fato é devido ao processo de fabricação destes materiais. O processo de laminação produz intensa deformação e faz com que os grãos fiquem de forma alongada (Fig. 4.2). Como estes materiais foram produzidos via laminação quente, os grãos superficiais sofrem também o efeito de cisalhamento durante a laminação muito intensa. Devido a um processo de recristalização, formam-se mais núcleos na superfície do que no centro, de forma que os grãos superficiais ficam refinados. No aço P430A, há uma estrutura central de grãos mais alongados quando comparados com os da superfície.

O aço P304 não apresentou uma variação tão visível como foi encontrado nos demais aços inoxidáveis (Fig. 4.2 e). O aço de baixo carbono A36 não apresentou variação visível no tamanho de grão, mas pode-se observar um pequeno aumento na quantidade de perlita, visível pelo aumento das regiões brancas na micrografia (Fig. 4.2 f).

4.2. Caracterização da textura cristalográfica para os aços P430A e P430E

As figuras de polo inversa dos resultados da análise de textura por EBSD (*“Electron Backscatter Diffraction”*) são apresentadas na Fig. 4.3 (a). Nota-se que o aço P430A apresenta um maior gradiente de textura ao longo da espessura, comparativamente ao P430E. Na superfície aparecem preferencialmente as orientações $\langle 101 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$ e no centro da amostra as orientações $\langle 001 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$. Na Fig. 4.2 (b), é percebido que o aço P430E também possui um gradiente de textura, mas com grãos maiores, e possivelmente menores distinções entre as orientações ao longo da espessura que o apresentado pelo P430A.

A figura de polos inversa permite uma análise qualitativa. Os gráficos, quantificando as texturas preferenciais, são apresentados na Fig. 4.4, para o aço P430E, e na Fig. 4.5, para o aço P430A.

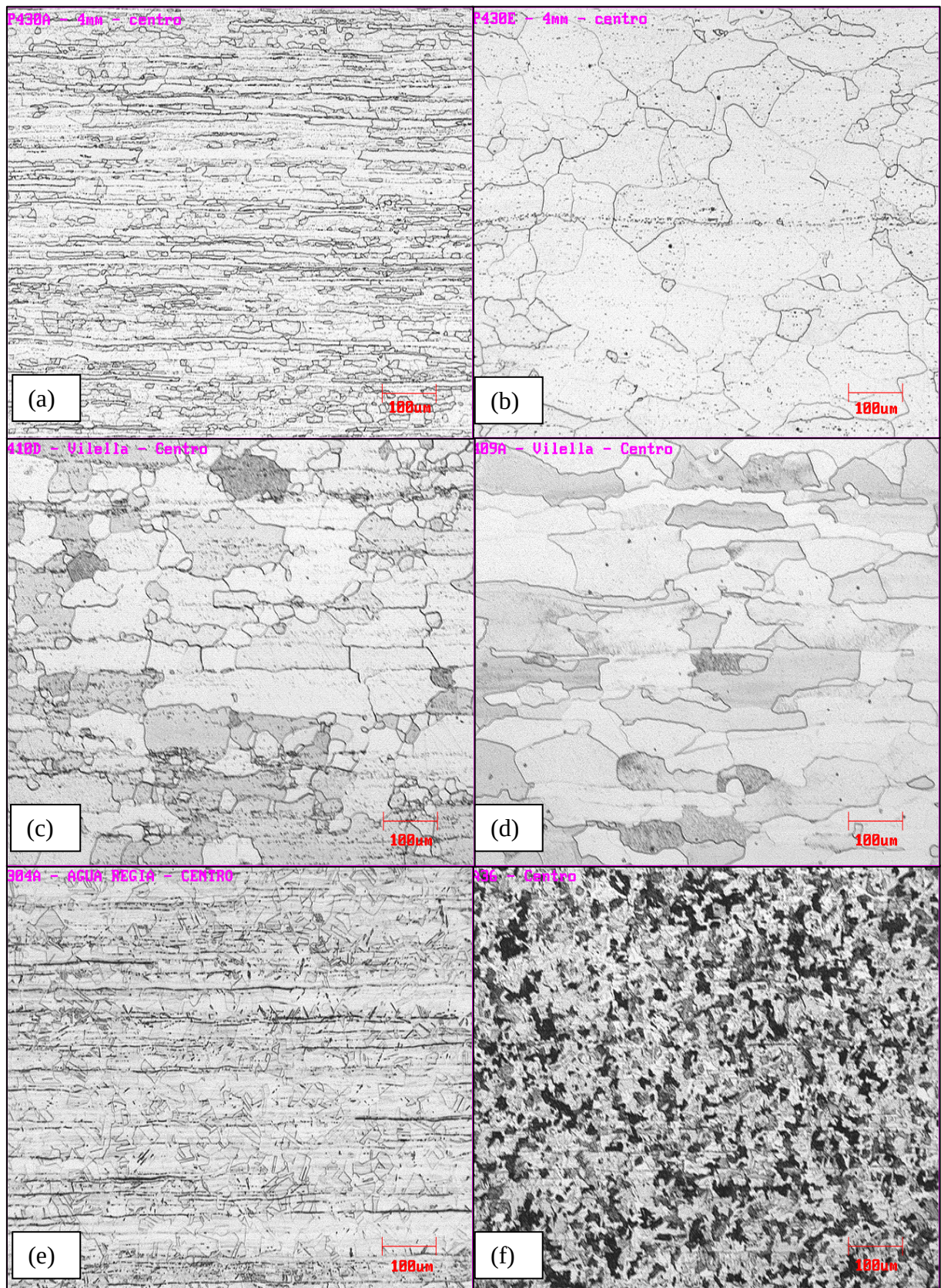


Figura 4.2. Microestruturas típicas no centro da espessura das chapas. (a) P430A, (b) P430E, (c) P410, (d) P409, (e) P304 e (f) A36.

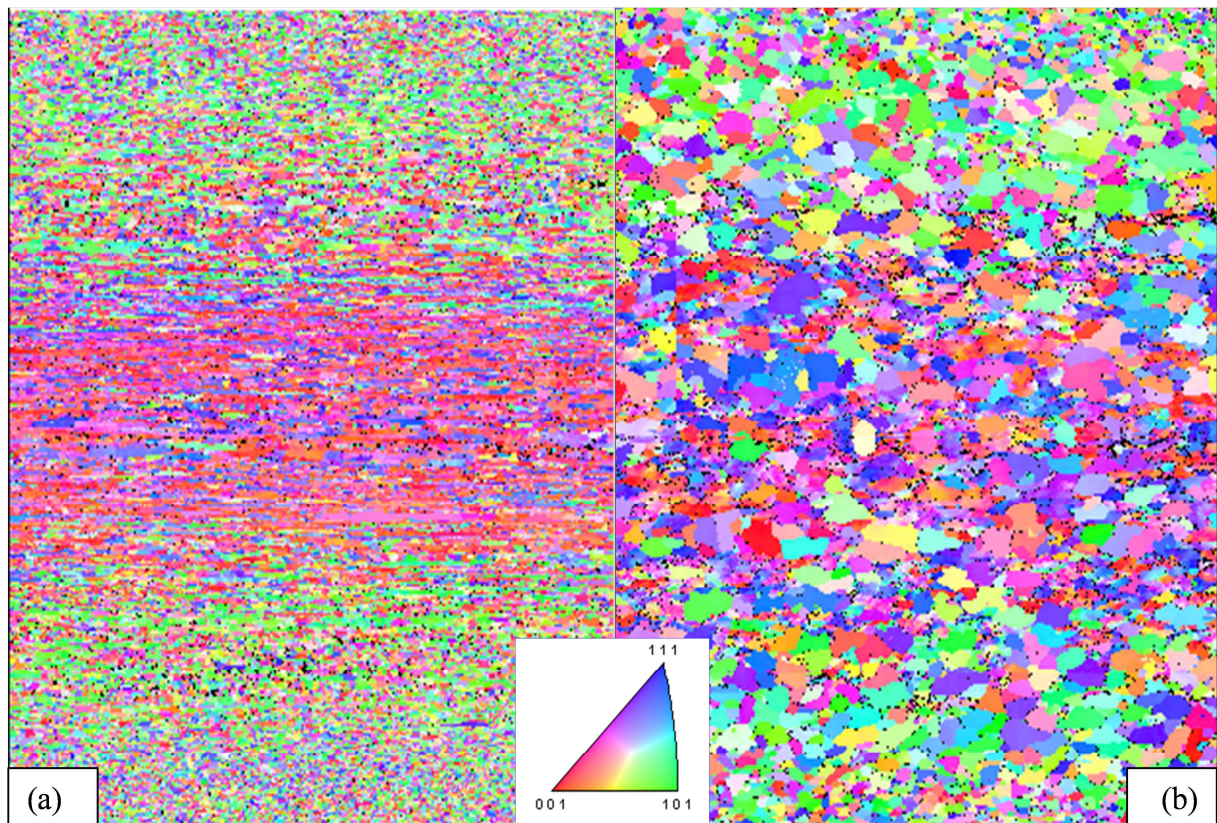


Figura 4.3. Figura de polos inversa para os aços: (a) P430A e (b) P430E.

O aço P430E tem texturas preferenciais de tipo fibra α $\{100\} \langle 110 \rangle$ na região central da chapa, e a textura de cisalhamento Goss $\{011\} \langle 100 \rangle$ na posição correspondente a 70% da semiespessura a partir do centro. Esses valores concordam com os reportados por Raabe e Lücke (1992 a) para aço com 17% de Cromo e estabilizado ao nióbio. Observa-se também que a textura de cisalhamento Latão $\{011\} \langle 211 \rangle$ possui maior intensidade próxima à superfície. Isso é devido ao fenômeno de recristalização que acontece preferencialmente na superfície do material (RAABE e LÜCKE, 1992 b) e que é entendido pela deformação plástica gerada neste fenômeno, da mesma forma como esta deformação é influenciada por alguns elementos de liga como o Niobio. Na superfície até 80% da espessura (ou 80% do centro à superfície), ocorrem as mesmas fibras preferenciais, ζ $\{001\} \langle 110 \rangle$ e ε $\{010\} \langle 110 \rangle$. As fibras ε $\{010\} \langle 110 \rangle$ e γ $\{001\} \langle 111 \rangle$ estão presentes no centro da amostra, mas em intensidade menor (cerca de 50%) do que a fibra α $\{100\} \langle 110 \rangle$.

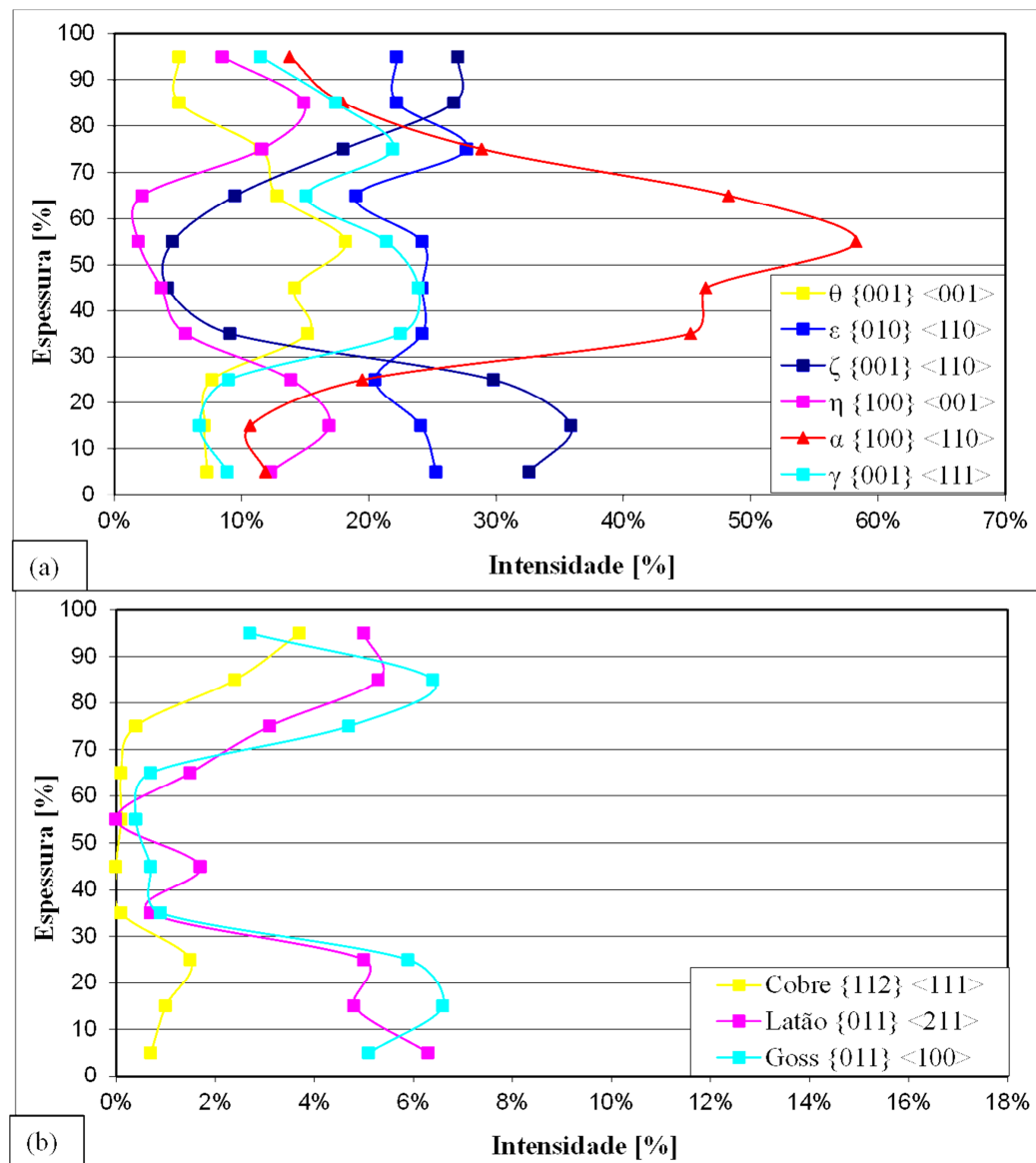


Figura 4.4. Intensidade das texturas ao longo da espessura para o aço P430E. (a) Textura de fibra e (b) Textura de cisalhamento.

As texturas preferenciais de fibra α {100} <110> e de cisalhamento Goss {011} <100> são texturas que ocorreram tanto no aço P430A quanto no P430E. A intensidade da fibra α é maior na região central do aço P430A. A textura Goss também apresenta maior prevalência no aço P430A, mas seu pico de intensidade está a 75% da espessura (55% do centro à superfície), embora para 90% da espessura seu valor também seja significativo. Raabe e Lücke (1992 a) reportam um comportamento similar para a textura Goss num aço com 17% de Cromo e estabilizado ao Nióbio (P430E) e sem estabilização (P430A). A diferença de intensidade ao longo da espessura pode ser causada pela estabilização ao Nióbio e pela diferença na microestrutura que foi apresentada nas Fig. 4.1 e 4.2. A textura de cisalhamento

Latão {011} <211> também está presente em espessuras próximas à superfície (4% de intensidade), e como se comentou anteriormente, é devido ao fenômeno de recristalização (RAABE; LÜCKE, 1992 b). No centro da amostra de aço P430A, as fibras ε {010} <110> e θ {001} <001> ocorrem também, além da textura α , com uma intensidade de 30%. Na superfície do aço P430A, as fibras preferenciais, como no P430E, são ζ {001} <110> e ε {010} <110> com intensidades de 25 e 22%, respectivamente. Entre 90% e 75% da espessura, têm-se as mesmas fibras preferenciais, ζ {001} <110> e ε {010} <110>, mas como maior intensidade, além a fibra η {100} <001>, com aumento considerável de sua intensidade.

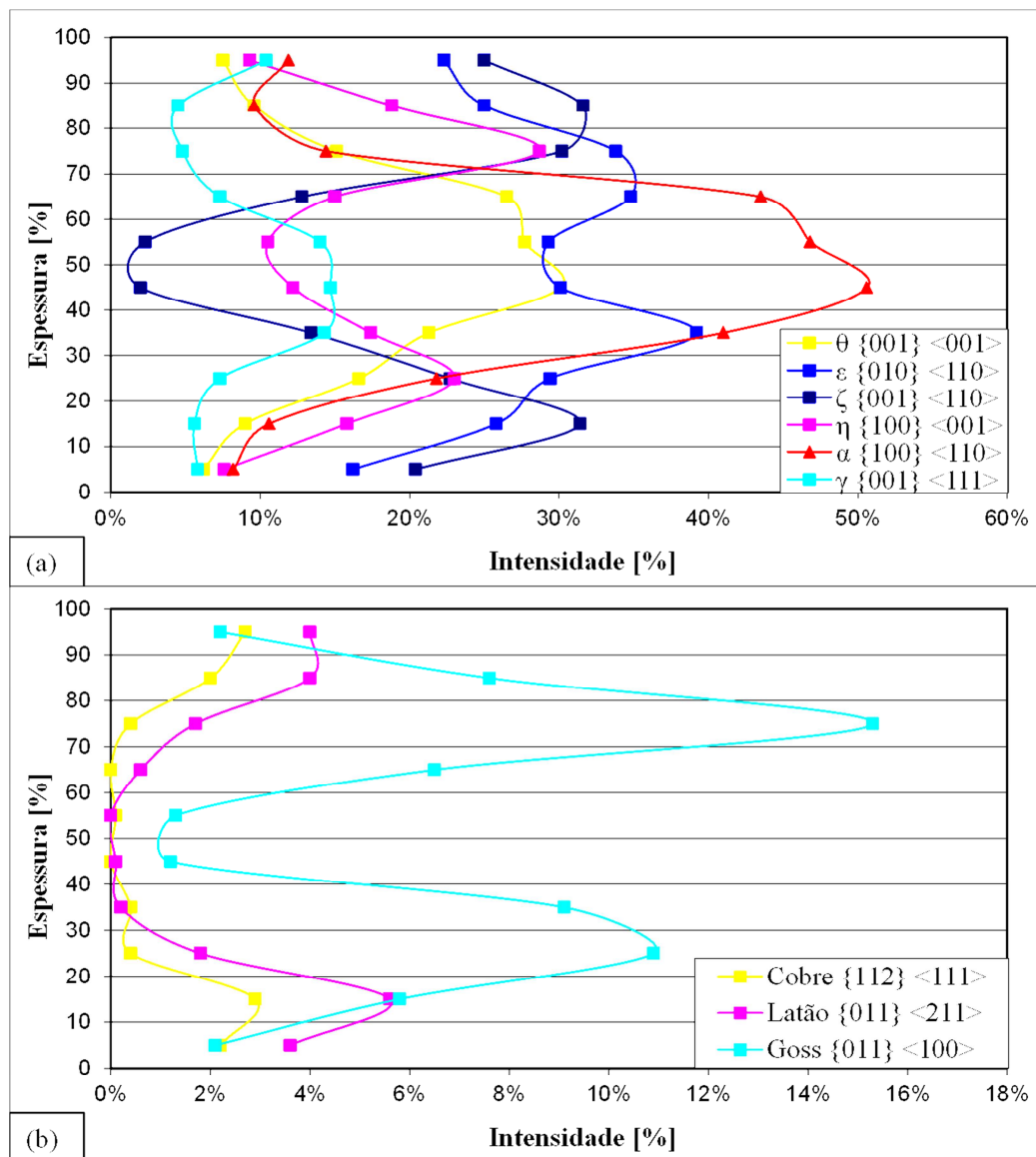


Figura 4.5. Intensidade das texturas ao longo da espessura para o aço P430A. (a) Textura de fibra e (b) Textura de cisalhamento.