

Avaliação micrográfica da precipitação de fases deletérias no aço inoxidável 304 tratado termicamente

RESUMO

Douglas Morais
douglasmorais@yahoo.com.br
orcid.org/0000-0001-6427-0331
Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo, São Paulo, Brasil.

Matheus Henrique da Silva
mh.henrique2@outlook.com
orcid.org/0009-0007-2395-3057
Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo, Osasco, Brasil.

Rafael Rocha Maia
rafael.maia01@fatec.sp.gov.br
orcid.org/0000-0002-6935-5032
Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo, Itaquera, São Paulo, Brasil.

Os aços inoxidáveis podem ter as propriedades eletroquímicas prejudicadas se forem expostos a determinadas faixas de temperaturas. Isso ocorre devido à precipitação de fases deletérias, como carbonetos, nitretos, carbonitretos entre outros compostos. O presente trabalho tem por objetivo avaliar o efeito da temperatura de tratamento térmico na microestrutura do aço inoxidável 304 e verificar a formação de fases intermetálicas. Três amostras foram tratadas termicamente em um forno a vácuo, durante 30 minutos, nas temperaturas de 600 °C, 700 °C e 800 °C. Após os tratamentos, as amostras foram caracterizadas por microscopia óptica e na sequência foi empregado o método da malha (ASTM E112) para determinação da fração volumétrica das fases observadas. Os resultados obtidos mostram que houve uma maior precipitação de prováveis nitretos de cromo e fases sigma na temperatura de 800 °C.

PALAVRAS-CHAVE: aços inoxidáveis; tratamento térmico; aço 304.

INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis são amplamente utilizados em aplicações industriais, devido às suas propriedades únicas e vantagens em relação a outros materiais. De modo geral, eles possuem alta resistência à corrosão, resistência mecânica, boa tenacidade, facilidade de limpeza e manutenção, além de serem resistentes a altas temperaturas. Essas características os tornam ideais para uma ampla variedade de aplicações em diversos setores, como a indústria alimentícia, química, petroquímica, farmacêutica, de energia, de construção civil, entre outros. Na indústria química e petroquímica, os aços inoxidáveis são utilizados em equipamentos que entram em contato com substâncias corrosivas, como ácidos e solventes, devido à sua resistência à corrosão. Além disso, esses materiais são utilizados em aplicações que exigem alta resistência mecânica, como em tubulações de alta pressão (GUILHERME *et al.*, 2020; LOUZADA, 2022).

Os aços inoxidáveis austeníticos são amplamente utilizados na indústria devido às suas propriedades, como alta resistência à corrosão, boa resistência mecânica, facilidade de soldagem e conformação, além de serem resistentes a altas temperaturas. Esses materiais são utilizados em aplicações que exigem resistência à corrosão em ambientes agressivos, como na indústria química e petroquímica, e na fabricação de equipamentos para processamento de alimentos e produtos farmacêuticos. No entanto podem apresentar alguns problemas como: suscetibilidade à corrosão por pites que pode ocorrer em ambientes que contenham cloretos, como em regiões litorâneas, e em ambientes com alta concentração de ácidos, suscetibilidade à corrosão intergranular, que ocorre em regiões próximas aos limites de grão do material, devido à precipitação de carbonetos de cromo. É possível minimizar esses problemas com o uso de aços inoxidáveis com teores reduzidos de carbono e nitrogênio, além de tratamentos térmicos específicos, como a solubilização e recozimento (VIOTO E ANTUNES, 2016; LOUZADA, 2022).

A presença de fases deletérias pode afetar a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis austeníticos. Essas fases são formadas durante o processamento ou em condições de serviço. Dentre as fases mais comuns encontradas nos aços inoxidáveis austeníticos destacam-se a ferrita delta, a fase sigma, a fase intermetálica e a precipitação de carbonetos. A cinética de formação dessas fases é influenciada por diversos fatores, como a temperatura, o tempo de exposição e a composição química do material. A formação dessas fases pode comprometer a resistência à corrosão do aço inoxidável austenítico, tornando-o suscetível à corrosão intergranular e por pite (COSTA, 2005; GUILHERME *et al.*, 2020; LOUZADA, 2022; SANTOS *et al.*, 2019).

A formação da fase sigma nos aços inoxidáveis austeníticos ocorre devido a uma reação eutetóide de decomposição da fase δ em duas fases: sigma (σ) e austenita (γ). Essa reação pode ocorrer durante o resfriamento lento do material em temperaturas entre 600°C e 1000°C (GUILHERME *et al.*, 2020). A cinética de formação dessa fase é influenciada pela temperatura, composição química e taxa de resfriamento do aço. Em temperaturas mais altas, a formação da fase sigma é mais lenta, enquanto em temperaturas mais baixas, a formação da fase sigma é mais rápida. A cinética de formação da fase sigma também é influenciada pelo teor de elementos como molibdênio, cromo e ferro, além da presença de elementos como nitrogênio e carbono. Contudo a solubilização da fase sigma

ocorre em temperaturas acima de 1000°C e pode ser realizada através de tratamentos térmicos como recozimento e solubilização desta forma restaurando as propriedades mecânicas e de corrosão do aço inoxidável austenítico.

MATERIAIS E MÉTODOS

No presente estudo foram utilizados três corpos de prova, de inoxidável AISI 304L, em formato de cubos, com dimensões de 10x10 mm, e tendo a face a ser preparada e analisada. A **Tabela 1** apresenta a composição química do material utilizado.

Tabela 1 - Composição química do aço inoxidável AISI 304L

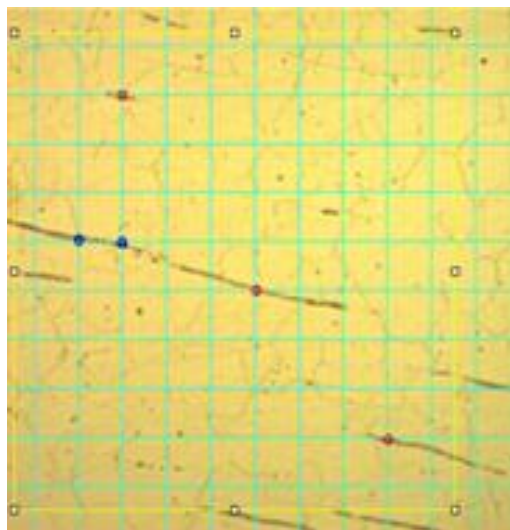
Cr	Ni	Mn	Si	S	C	P	Co	Mo
18,3	8,51	1,94	0,37	0,032	0,032	0,030	0,20	0,38
W	Cu	Ti	Nb	Al	B	N2	V	-
0,57	0,03	0,05	0,05	0,05	0,0012	0,082	0,078	-

Fonte: Autoria própria.

Após a preparação dos corpos de prova, foram realizados os tratamentos térmicos das amostras em um forno a vácuo: O tempo total de tratamento foi de 30 minutos para cada amostra com as seguintes temperaturas: 600 °C, 700 °C e 800 °C. Após o processo de tratamento térmico as amostras foram embutidas em baquelite e lixadas com lixas com as seguintes granulometrias: 180, 220, 320, 400, 600 e 1200 *mesh*. Em seguida, foi realizado o polimento metalográfico com pasta de diamante com as seguintes granulometrias: 6 µm, 3 µm e 1 µm. Após a etapa de preparação foi realizado o ataque eletrolítico com ácido oxálico 10% em volume e tensão de 3 volts durante 45 segundos. A microestrutura foi observada por microscopia óptica de luz refletida. A quantificação de fases seguiu a norma ASTM E562. O cálculo da fração volumétrica foi realizado pelo método da contagem de pontos, com malha de 25 pontos.

Quantificação de fase: A quantificação da ferrita δ foi realizada pelo método da malha. Para tal, foi sobreposta a imagem uma malha de 100 pontos utilizando o software *ImageJ* (**Figura 1**).

Figura 1 - Representação da metodologia da análise metalográfica quantitativa realizada



Fonte: Autoria própria.

Conforme apresentado na **Figura 1**, os pontos em vermelho representam pontuação de 1 e os pontos em azul apresentam pontuação de 0,5. Uma vez que a matriz escolhida para quantificação foi de 100 pontos (intersecções) o percentual final foi calculado da seguinte forma:

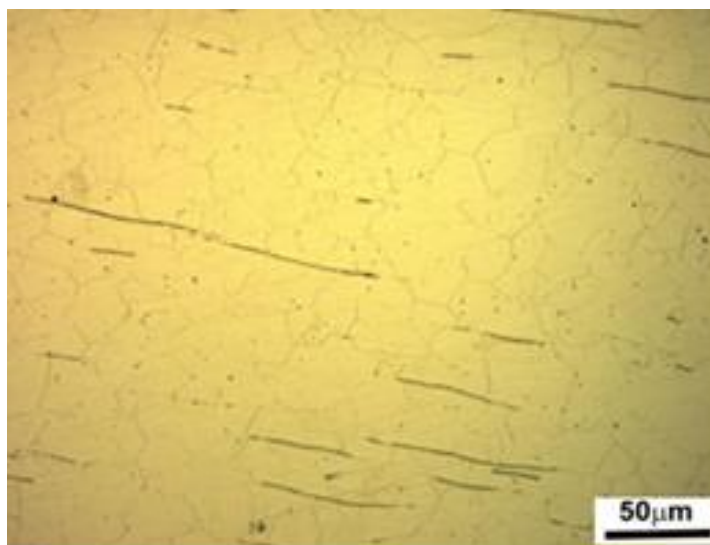
$$X = \frac{\sum \text{pontos}}{100} \cdot 100\% \quad (1)$$

onde X é o percentual (fração volumétrica) de fases quantificadas.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A **Figura 2** apresenta a fotomicrografia do aço inoxidável AISI 304L, na condição inicial, sem tratamento térmico, onde é possível observar que o aço apresenta uma microestrutura de grãos austeníticos e precipitados de fase ferrita δ , o que é esperado nesse material.

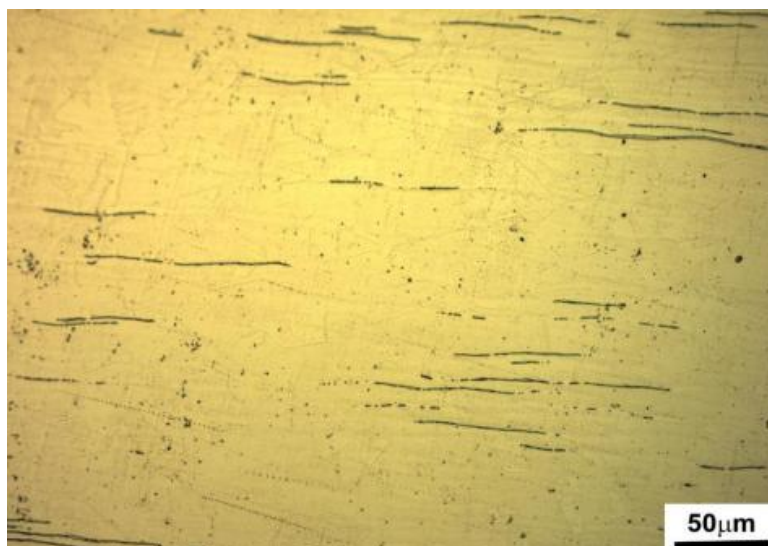
Figura 2. Micrografia AIA 304L da amostra como recebida, com aumento de 200x e ataque com ácido oxálico a 10%



Fonte: Autoria própria.

A fração de ferrita δ observada na amostra 1 (aço sem tratamento térmico) foi de 4%. A **Figura 3** apresenta uma fotomicrografia do aço AISI 304L tratado termicamente a temperatura de 600°C por 30min.

Figura 3 - Micrografia da amostra tratada a 600°C durante 30 minutos, com aumento de 200x e ataque com ácido oxálico a 10%

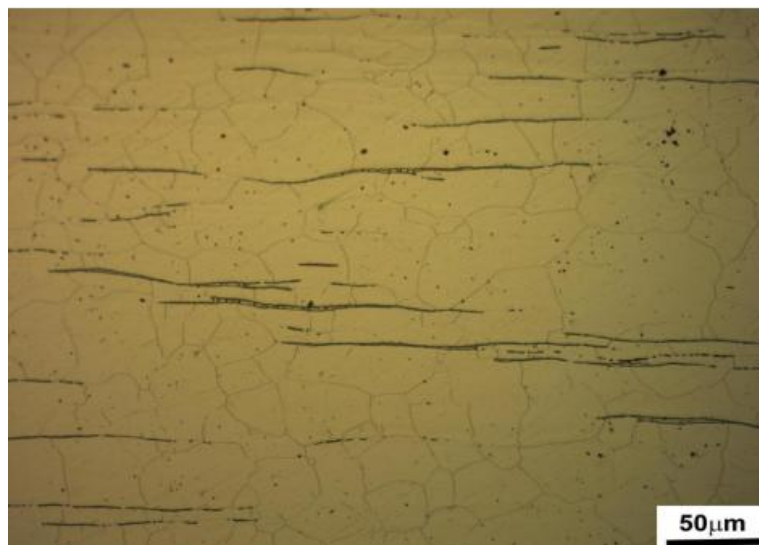


Fonte: Autoria própria.

Na **Figura 3** é possível observar que na amostra há um aumento na fração volumétrica de ferrita delta, quando comparada com imagem apresentada na **Figura 2**. Tal fato foi comprovado pela análise de quantidade de fases em que o valor obtido para a amostra tratada a 600° foi de 8% de ferrita delta. Embora tenha ocorrido um aumento de ferrita delta, não foi observado precipitação no contorno de grão.

A **Figura 4** apresenta a microestrutura da amostra tratada termicamente a temperatura de 700°C.

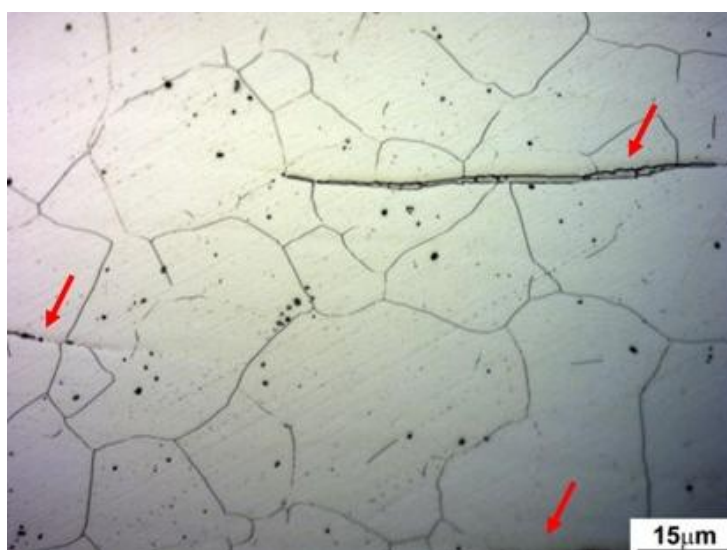
Figura 4 - Micrografia da amostra tratada a 700 °C durante 30 minutos, com aumento de 200x e ataque com ácido oxálico a 10%



Fonte: Autoria própria.

A análise metalográfica quantitativa para a amostra tratada a 700 °C mostrou que o percentual de ferrita delta é de aproximadamente 11%, ou seja, é 37,5% maior que a observada na amostra tratada a 600 °C. Foi observada a formação de precipitados nos contornos de grãos. A **Figura 5** apresenta a microscopia da amostra tratada a 700 °C com ampliação de 500x, onde é possível observar a formação de precipitados nos contornos de grãos, possivelmente carboneto de cromo M23C6.

Figura 5 - Micrografia da amostra tratada a 700 °C durante 30 minutos, com aumento de 500x e ataque com ácido oxálico a 10%

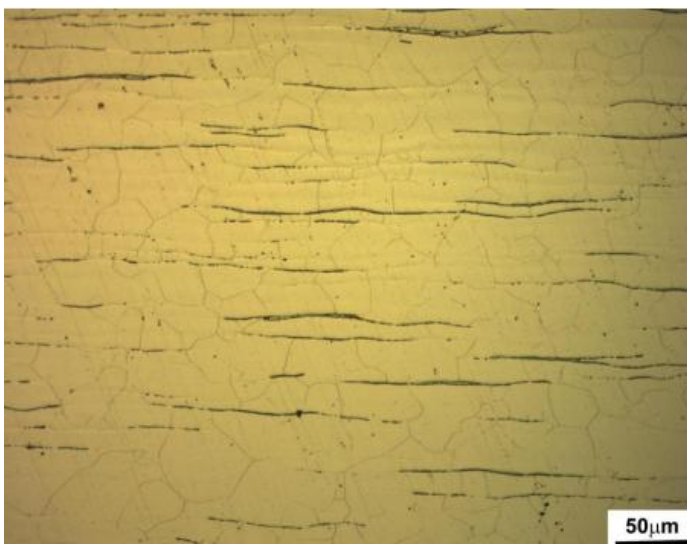


Fonte: Autoria própria.

Ao analisar a **Figura 5** é possível observar que nos contornos da ferrita delta (seta vermelha) há precipitados finos, possivelmente carbonetos, o que pode ser

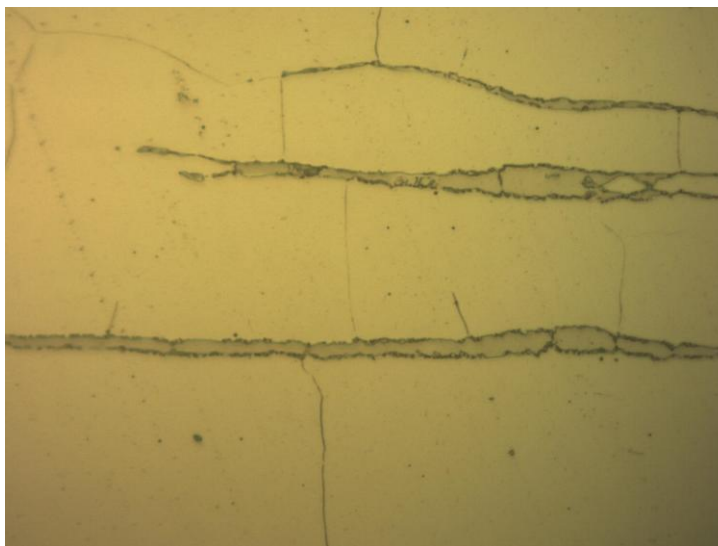
atribuído à formação de fase sigma, ou seja, houve o início da sensitização. A **Figura 6** mostra a micrografia da amostra tratada a 800 °C durante 30 minutos. Na **Figura 7** tem um detalhamento dessa microestrutura.

Figura 6 - Micrografia da amostra tratada a 800°C durante 30 minutos, com aumento de 200x e ataque com ácido oxálico a 10%



Fonte: Autoria própria.

Figura 7 - Micrografia da amostra tratada a 800 °C durante 30 minutos, com aumento de 1000x e ataque com ácido oxálico a 10%

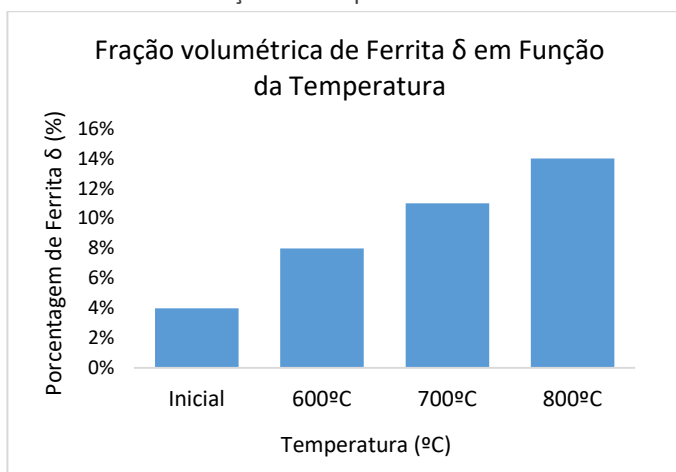


Fonte: Autoria própria.

A análise metalográfica quantitativa para a amostra tratada à 800 °C mostrou uma quantidade de ferrita delta de cerca de 14%. Isso representa um aumento de 250% em relação à condição inicial. Desta forma é possível dizer que quanto maior for a temperatura de tratamento maior foi a quantidade de ferrita delta obtida.

A **Figura 8** mostra o gráfico de barra da relação entre a fração volumétrica de ferrita δ em função da temperatura.

Figura 8 - Gráfico de barra da relação entre a fração volumétrica de ferrita δ em função da temperatura



Fonte: Autoria própria.

As análises realizadas mostraram o aumento da fração volumétrica de ferrita delta a cada temperatura estudada. A formação de ferrita delta pode trazer a um melhor comportamento mecânico a altas temperaturas uma vez que aumenta a tenacidade do aço desta forma possibilitando uma maior acomodação de tensões térmicas e de contração. Contudo também é sabido que a ferrita delta pode se decompor em fase sigma, o que pode acarretar na fragilização do material uma vez que a fase sigma é dura e frágil.

Para os aços austeníticos de acordo com a literatura a fase sigma tem sua precipitação favorecida pela permanência do aço em temperaturas entre 600 °C e 900 °C, portanto quanto maior for o tempo de permanência nestas temperaturas maior a probabilidade de ser observada a fase sigma. Ressalta-se que a formação de fase sigma é extremamente maléfica para a resistência à corrosão do aço 304L uma vez que, para sua formação é consumido o cromo da solução sólida e este empobrecimento em cromo leva a uma queda da resistência a corrosão principalmente associada aos contornos de grão. Contudo no presente estudo não foi observado pela microscopia óptica a possível presença de fase sigma o que pode estar associado a duas possibilidades. A primeira a quantidade formada é pequena e muito fina o que torna difícil sua identificação. A segunda é devido ao aço 304L apresentar um teor de carbono menor e adições de nióbio (Nb) e titânio (Ti) ambos os elementos com energia para formação de carbonetos inferior a formação de carbonetos de cromo (fase sigma), fazendo com que a 600°C não haja condições favoráveis à formação de fase sigma, somente sendo observado o aumento de ferrita delta. Para as temperaturas maiores pode estar ocorrendo um esgotamento do cromo através da formação dos carbonetos de nióbio e titânio desta forma levando a possível formação de fase sigma atribuído às precipitações nos contornos de grão e da ferrita delta.

CONCLUSÕES

Neste trabalho foram realizados diversos tratamentos em três diferentes temperaturas com o intuito de avaliar as transformações de fase e possíveis formações de fases deletérias em aços inoxidáveis austeníticos 304L.

Nas amostras do aço inoxidável austenítico 304L, houve variações na fração volumétrica de ferrita delta de acordo com a temperatura de tratamento submetido. Na amostra tratada a 800 °C é provável que a fase sigma tenha se precipitado dentro da ferrita delta. Porém é necessário melhor avaliação para confirmar essa hipótese.

Micrographic evaluation of deleterious phase precipitation in heat-treated 304 stainless steel

ABSTRACT

Stainless steels can have their electrochemical properties impaired when exposed to certain temperature ranges. This occurs due to the precipitation of deleterious phases (carbides, nitrides, carbonitrides, and others). The present study aims to evaluate the effect of heat treatment temperature on the microstructure of 304 stainless steel and to verify the formation of intermetallic phases. Three samples were heat-treated in a vacuum furnace for 30 minutes at temperatures of 600°C, 700°C, and 800°C. After the treatments, the samples were characterized using optical microscopy, followed by the grid method (ASTM E112) to determine the volumetric fraction of the observed phases. The results obtained show a higher precipitation of probable Chromium nitrides and Sigma phases at the temperature of 800°C.

KEYWORDS: stainless steel; heat treatment; duplex stainless steel.

Evaluación micrográfica de la precipitación de fases nocivas en el acero inoxidable 304 tratado térmicamente

RESUMEN

Los aceros inoxidables pueden ver perjudicadas sus propiedades electroquímicas cuando se exponen a ciertos rangos de temperatura, esto ocurre debido a la precipitación de fases nocivas (carburos, nitruros, carbonitruros y otros). El presente trabajo tiene como objetivo evaluar el efecto de la temperatura de tratamiento térmico en la microestructura del acero inoxidable 304 y verificar la formación de fases intermetálicas. Tres muestras fueron tratadas térmicamente en un horno al vacío durante 30 minutos, a temperaturas de 600 °C, 700 °C y 800 °C. Después de los tratamientos, las muestras fueron caracterizadas mediante microscopía óptica y posteriormente se empleó el método de la rejilla (ASTM E112) para determinar la fracción volumétrica de las fases observadas. Los resultados obtenidos muestran una mayor precipitación de probables nitruros de cromo y fases sigma a una temperatura de 800 °C.

PALABRAS CLAVE: acero inoxidable; tratamiento térmico; acero 304.

REFERÊNCIAS

COSTA, R.C. S. **Avaliação da sensitização do aço inoxidável AISI 304L através de imagens micrográficas.** 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás. Salvador Brasil, 2005.

GUILHERME, L. H. ; BENEDETTI, A. V. ; FUGIVARA, C. S. ; MAGNABOSCO, R. ; OLIVEIRA, M. F. **Effect of MAG welding transfer mode on sigma phase precipitation and corrosion performance of 316L stainless steel multi-pass welds.** Journal of Materials Research and Technology-JMR&T, v. 9, p. 10537-10549, 2020.

LOUZADA, MAURO ZAMPIERI. **Viabilidade do uso do ensaio não destrutivo de correntes parasitas para caracterização da sensitização de aços inoxidáveis AISI 304.** Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2022

SANTOS, THIAGO AGUIAR ; SANTOS, RENATO CONDE DOS ; MARTINS, WALDEMIR DOS PASSOS ; NASCIMENTO, CARMEM CÉLIA FRANCISCO DO. **Avaliação da susceptibilidade à corrosão de um aço inoxidável AISI 316L submetido à simulação térmica com o uso da Gleeble.** Matéria, (Rio J.) 24 (3), 2019.

VIOTO, RODRIGO PIVETTA; ANTUNES, RENATO ALTOBELLI. **Estudo do fenômeno de sensitização do aço inoxidável austenítico estabilizado AISI 347.** 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil

Recebido: 15 de agosto de 2024.

Aprovado: 09 de outubro de 2024.

DOI:

Como citar: MORAIS, D; DA SILVA, M H; MAIA, R R, Avaliação micrográfica da precipitação de fases deletérias no aço inoxidável 304 tratado termicamente, **Revista Brasileira de Física Tecnológica Aplicada**, Ponta Grossa, v. 11, n. 1, p. 40-51, jun. 2024.

Contato: Douglas Morais: douglasmorais@yahoo.com.br

Direito autoral: Este artigo está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.

