

## Identificação das Condições de Sensitização em um Aço Inoxidável Austenítico AISI 304 Através da Análise Microestrutural

### Identification of the conditions of sensitization in a steel stainless austenitic AISI 304 through the microstructural analysis

Any Caroline Lacerda de Rezende, [acrezende@hotmail.com](mailto:acrezende@hotmail.com)  
Gabriel de Castro Marques, Diego Felipe Mesquita Lima Verde  
Prof. Me. Ramaiany Carneiro Mesquita  
Universidade Ceuma, São Luís, Maranhão

Submetido em 31/07/2015

Revisado em 04/09/2015

Aprovado em 23/11/2015

**Resumo:** O presente trabalho tem como objetivo principal detectar a presença da sensitização em um aço inoxidável austenítico AISI 304, através da análise da microestrutura. O comportamento do grau de sensitização, com a temperatura de sensitização, revela que a precipitação de  $M_{23}C_6$ /sensitização alcança uma intensidade máxima a 600 °C. Os resultados encontrados confirmam o grande potencial que tem o estudo dessa propriedade, visando o monitoramento do fenômeno da sensitização em um aço do tipo AISI 304.

**Palavras chave:** Aço Inoxidável Austenítico AISI 304. Sensitização. Corrosão intergranular

**Abstract:** This present paper aims at detecting the presence of sensitization in an stainless steel AISI 304, through the analysis of its microstructure. The behavior of the level of sensitization, sensitization with temperature, reveals that the precipitation of  $M_{23}C_6$  / sensitization reaches a maximum intensity at 600 °C. The results gotten in that experience confirm the great potential while the study of this property possesses, just because one aims at the monitoring of the phenomenon of the sensitization in a steel of the type AISI 304.

**Keywords:** Austenitic Stainless Steel AISI 304. Sensitization. Intragranular Corrosion.

## Introdução

O processo de corrosão interna em dutos constitui um tema de grande interesse da indústria petroquímica. Esse processo ocorre geralmente na parte inferior dos dutos, onde existe o contato entre água e metal, e pode ser afetado por diversos fatores. Os aços inoxidáveis austeníticos são bem conhecidos por sua elevada resistência à corrosão, em diversos meios agressivos, e por apresentarem boas propriedades mecânicas em altas temperaturas. Devido a essas características, eles são largamente utilizados na indústria petroquímica (LIMA, 2002). Embora esses aços possuam uma excelente combinação de propriedades física, química e mecânica, eles estão sujeitos à corrosão intergranular, originadas na precipitação de carbonetos, ricos em cromo, nos contornos de grão (sensitização).

A sensitização de aços inoxidáveis austeníticos pode ocorrer, por exemplo, durante um resfriamento lento, após exposição do material à solubilização, ou após um processo de soldagem. Em situações de uso, a sensitização pode acontecer em virtude de falhas operacionais, mesmo que por curtos períodos de tempo, expondo o material a temperaturas elevadas, na faixa de sensitização, acima daquelas projetadas para a sua utilização. O grau de sensitização depende do tempo de exposição em uma determinada temperatura, da taxa de resfriamento, da composição do aço e, principalmente, do teor de carbono. A sensitização pode ser evitada através difusão do cromo para regiões do aço carentes desse elemento, por meio de tratamento térmico solubilização, em temperaturas maiores que 900 °C, seguido de resfriamento brusco (CHOI, 2005).

O problema de corrosão em dutos de transporte e tanques de armazenamento de petróleo, nas indústrias do setor petroquímico, produz a necessidade de se investigar em que condições ocorre a sensitização e diferentes formas de identificação da ocorrência desse fenômeno em aços inoxidáveis austeníticos, e assim, poder fornecer informações técnicas que otimize o gerenciamento de manutenção e substituição de componentes, antes que ocorram acidentes na planta industrial (DUTRA, 2002). Dessa forma, a

aplicação de técnicas, entre elas, a da análise microestrutural é de crucial importância para evitar situações de grande risco (GENTIL, 1999).

### Material e Métodos

Neste presente trabalho foram utilizadas amostras de aços inoxidáveis austeníticos AISI 304. Os requisitos de composição química desse material encontram-se na Tabela.

**Tabela 1:** Composição química dos aços (% em peso).

Aço	C(%)	Mn(%)	Si(%)	Ni(%)	Nb(%)	Ti(%)	Cr(%)
AISI 304	0,08	2,00	1,00	8,00-10,5	-	-	18,00-20,00

As amostras tinham as seguintes dimensões: largura (d) de 20 mm, comprimento (a) de 30 mm e espessura (w) de 5 mm.

### Tratamento térmico de sensitização

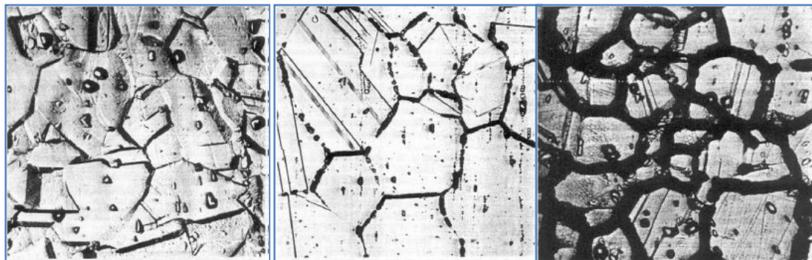
Com o objetivo submeter as amostras desse material a temperaturas e intervalos de tempo, possíveis de precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grão, em diferentes níveis, e assim, simular situações reais, onde esses materiais podem sensibilizar devido, por exemplo, ao processo de soldagem, ou durante seu uso, devido a falhas em equipamentos. As amostras como recebidas foram aquecidas em forno mufla estabilizado nas temperaturas de 600°C, 800°C e 900 °C, por períodos de 1, 6 e 12 h, respectivamente, e, em seguida, resfriadas bruscamente em água.

## Metalografia

As superfícies de observação das amostras foram lixadas com lixas de 100, 220, 320, 400, 600, 1200 meshe, posteriormente, polidas com alumina de granulometria de 1 $\mu$ m.

### Avaliação qualitativa do grau de sensitização

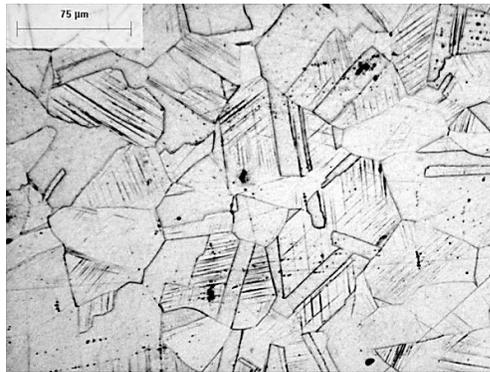
As amostras como recebida, solubilizada e sensitizadas, depois de polidas, foram quase totalmente cobertas por uma camada de esmalte incolor, deixando a mostra uma área de 1 cm<sup>2</sup>. Posteriormente essas áreas foram atacadas eletroliticamente com solução de ácido oxálico, a 10 % em peso, com uma intensidade de corrente de 1A/cm<sup>2</sup>, durante 1,5 minutos, conforme a norma ASTM A262, prática A (ASTM, 2010). Para obtenção das imagens das microestruturas resultantes, foi utilizado um sistema de análise de imagens constituído de uma câmera digital OLYMPUS PM C35DX, adaptada a um microscópio óptico OLYMPUS BX51 TRF, e de um programa de imagens *“image-pro plus versão 4.5 for windows”*. Segundo a norma ASTM A262, prática A, as microestruturas observadas foram classificadas como sendo “step” (limite de contornos de grãos não envolvidos por carboneto de cromo), Fig. 1. a, “dual” (alguns contornos com “ditches”, somado a “steps”, mas sem nenhum grão completamente contornado por “ditches”), Fig. 1. b, ou “ditch” (um ou mais grãos completamente envolvidos por carboneto de cromo), Fig. 1. c.



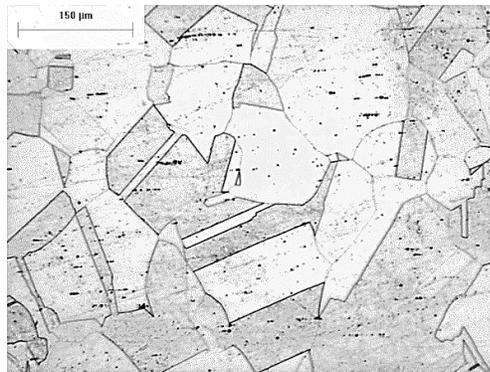
**Figura 1** - (a) Estrutura “step” 500X. (b) Estrutura “dual” 250X. (c) Estrutura “ditches” 500X.

## Resultados e Discussão

Após o ataque eletrolítico, as microestruturas das amostras foram classificadas de acordo com a norma ASTM A 262, prática A. As Figuras 2 e 3 mostram microestruturas das amostras do aço no estado como recebido (CR) e solubilizado (S), respectivamente. Observa-se que as mesmas apresentam microestruturas tipicamente austenítica, com a presença marcante de maclas de deformação, sendo classificadas como “step”.



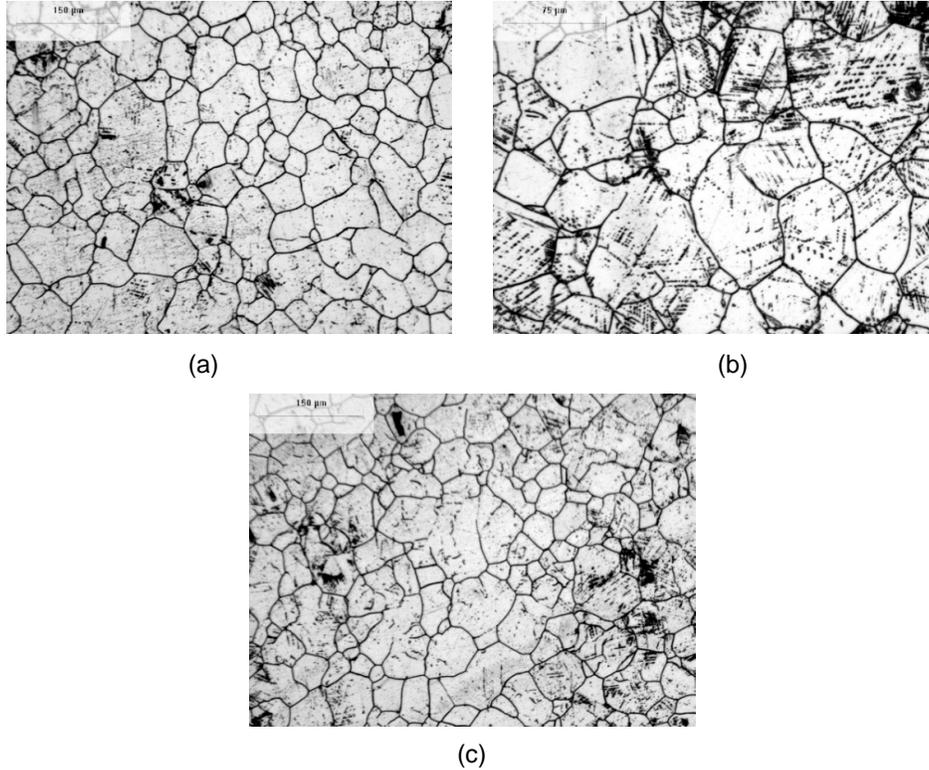
**Figura 2** - Microestrutura da amostra como recebida (CR).



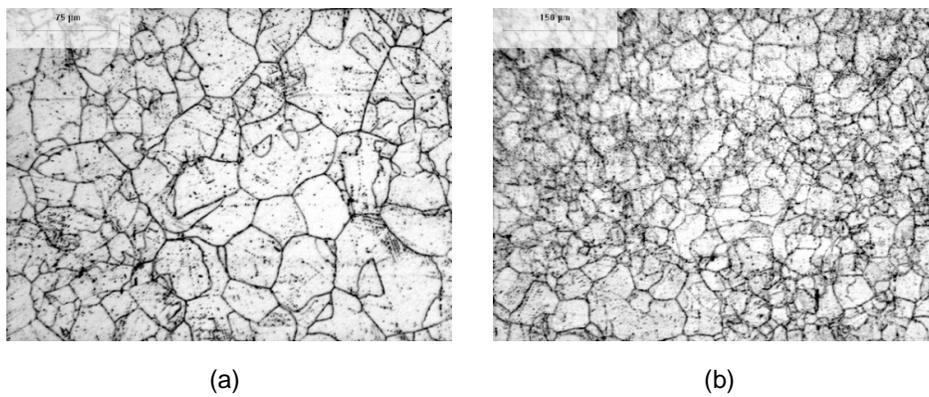
**Figura 3** - Microestrutura da amostra solubilizada a 1200 °C por 1 hora (S).

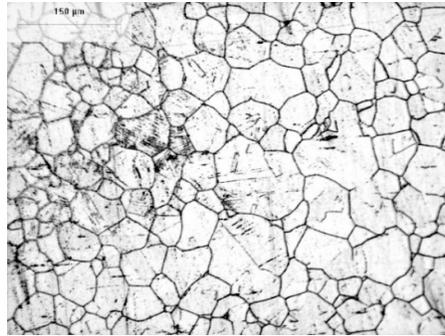
As Figuras 4 a 6 mostram microestruturas das amostras sensibilizadas a 600, 800 e 900 °C, para 1, 6 e 12 h, respectivamente. Observa-se nessas Figuras, que em geral, as amostras revelam-se bastante sensibilizadas e, com exceção da condição de 900 °C 1h, 6h e 12 h, a maioria dos grãos encontra-se

completamente envolvidos por carbonetos. O material nessas condições pode apresentar uma perda significativa da resistência à corrosão intergranular.



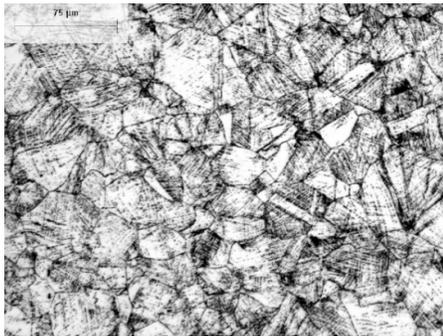
**Figura 4** - Microestruturas das amostras sensibilizadas a 600 °C para (a) 1, (b) 6 e (c) 12 h.





(c)

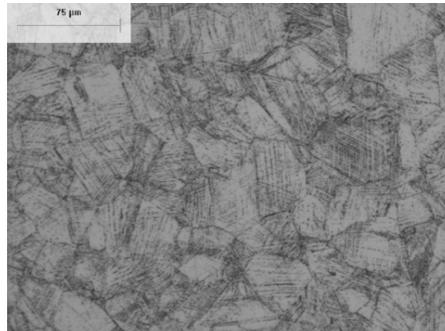
**Figura 5** - Microestruturas das amostras sensibilizadas a 800 °C para (a) 1, (b) 6 e (c) 12 h.



(a)



(b)



(c)

**Figura 6** - Microestruturas das amostras sensibilizadas a 900 °C para (a) 1, (b) 6 e (c) 12 h.

## Conclusão

As microestruturas das amostras CR e S foram classificadas como step. Com exceção das amostras sensibilizadas a 900 °C, por 1h, 6h e 12h, consideradas como dual, o restante observado foi classificado como ditch. O

comportamento do GS com a temperatura de sensitização revela que a precipitação de  $M_{23}C_6$ /sensitização alcança uma intensidade máxima a 600°C. Este trabalho mostra que é possível classificar automaticamente amostras com diferentes graus de sensitização através da análise das microestruturas de amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304. Essas informações podem ser utilizadas a fim de tomar medidas preventivas para evitar possíveis danos como a corrosão em dutos.

### Referências

- LIMA, A. S. **Análise da suscetibilidade à corrosão intergranular nos aços inoxidáveis austeníticos usados em refinarias: AISI 304L, AISI 316L, AISI 321 e AISI 347**, Dissertação (Mestrado), Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Mecânica e Produção, 2002.
- CHOI, K. Y., KIM, S. S., **Morphological analysis and classification of types of surface corrosion damage by digital image processing**. Corrosion Science, v. 47, n. 1, p. 1-15, 2005.
- DUTRA, F. S., Gálvez-Durand, F., Alves, V. C., **System on a Chip for Petroleum Pipeline Inspection**. In: **Proceedings of the 15 th Symposium on Integrated Circuits and Systems Design**, p. 331--336, Washington, EUA: IEEE Computer Society, set, 2002.
- GENTIL, V., **Corrosão**, 2a edição, Editora Guanabara, Rio de Janeiro, Brasil, 1999.
- A 262-10: **“Standard practices for detecting susceptibility to intergranular attack in austenitic stainless steel.”** ASTM, Philadelphia, PA, USA, 2010.