

# SOLIDIFICAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 316L E CORRELAÇÃO ENTRE CONDIÇÕES DE SOLIDIFICAÇÃO E ESTRUTURA <sup>1</sup>

Augusto César de Brito Geroldo <sup>2</sup>

César Rolando Nunura <sup>3</sup>

Carlos Alexandre dos Santos <sup>4</sup>

## Resumo

O presente trabalho objetiva o estudo da relação entre parâmetros térmicos de solidificação e a estrutura formada para a solidificação unidirecional do aço inoxidável AISI 316L. Um forno tubular vertical com aquecimento resistivo para operar até 1.650°C e um sistema de resfriamento a ar para a base do molde (cadinho) foram utilizados para promover solidificação unidirecional ascendente *in situ*. O aço AISI 316L foi fundido a 1.450°C em cadinhos de quartzo e grafite sob atmosfera protetora de argônio. Os lingotes foram seccionados longitudinal e transversalmente para retirada de amostras para observação metalográfica por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, bem como ensaios de microdureza Vickers. Parâmetros de solidificação, como as taxas de resfriamento calculadas teoricamente foram correlacionados com aspectos da estrutura bruta de solidificação, espaçamentos dendríticos secundários, e microdureza.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável austenítico AISI 316L; Solidificação unidirecional ascendente; Microestrutura.

## SOLIDIFICATION OF THE AISI 316L STAINLESS STEEL AND CORRELATION BETWEEN CASTING CONDITIONS AND STRUCTURES

### Abstract

The main objective of this work is to investigate the correspondence between solidification parameters and the as-cast structures on the AISI 316L austenitic stainless steel obtained by unidirectional solidification at unsteady-state heat transfer conditions. A vertical furnace that contains a cooling system controlled by air flow which allows upwards unidirectional solidification was used for carrying out the experiments. The AISI 316L steel was melted at 1450 °C in quartz and graphite crucibles using argon as a protective atmosphere. The ingots were cut in longitudinal and transversal sections in order to analyze their macro and microstructure and then the correlation between the as casting structure and solidification parameters was done. The resulting microstructures were investigated by hardness test also. The growth rates were calculated and correlated to as-cast structure characteristics, such as secondary dendrite arm spacing, and hardness.

**Key words:** AISI 316L austenitic stainless steel; Upward unidirectional solidification; Microstructure.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 40º Seminário de Aciaria – Internacional, 24 a 27 de maio de 2009, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Eng. Mecânico, Mestrando do Nuclemat-PGETEMA-PUCRS.

<sup>3</sup> Eng. Mecânico, Mestrando do Lafun-PPGEM-UFRGS.

<sup>4</sup> Prof. Dr. do Nuclemat-PGETEMA-PUCRS

# 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 316L apresentam alta resistência à corrosão em temperatura ambiente, boa ductilidade, boa tenacidade em baixas temperaturas, biocompatibilidade, sendo considerados como super-ligas.<sup>(1-3)</sup> São constituídos basicamente por Fe como matriz, Cr entre 16-18% (em peso), Ni entre 10-14%, Molibdênio entre 2-3%, Mn abaixo de 2%, e com teor de C abaixo de 0,03%, diminuindo a formação de carbonetos. Entre as principais aplicações desse material, citam-se:

- tubulações e vasos de pressão para a indústria química e petroquímica;<sup>(4)</sup>
- implantes metálicos são comumente utilizados como implantes dentários, próteses femorais, próteses cardíacas, etc, nas condições fundidas ou conformadas;<sup>(5)</sup>
- trocadores de calor de sangue de soluções cardioplégicas;<sup>(6)</sup>
- fabricação de placas de células combustíveis de membrana polimérica, substituindo as atuais placas de grafite, material bom condutor, mas extremamente frágil, dificultando seu processamento e manuseio.<sup>(7)</sup>

Toda peça ou componente metálico fabricado apresentará propriedades dependentes de seu processamento, desde sua solidificação até as etapas subseqüentes de conformação mecânica, tratamentos térmicos, usinagem, etc. Sendo assim, a solidificação constitui-se na primeira etapa do processo de fabricação, e exercerá influencia diretas nas etapas posteriores e nas propriedades do produto final.<sup>(8)</sup>

Os diagramas de fases fornecem informações sobre as transformações de fases líquido-sólido e sólido-sólido em condições de equilíbrio termodinâmico, ajudando no estudo da solidificação. Tratando-se de uma liga com três ou mais elementos de liga tornam-se necessário o emprego dos diagramas ternários. A Figura 1 mostra os diagramas ternários do sistema Fe-Cr-Ni, destacando a composição química referente ao AISI 316L e as temperaturas de início de solidificação ( $T_L$  - Liquidus) e de final de solidificação ( $T_S$  - Solidus). A Figura 2 apresenta detalhes do diagrama pseudo-binário do sistema Fe-Cr-Ni, destacando o caminho de solidificação para condições de equilíbrio termodinâmico.

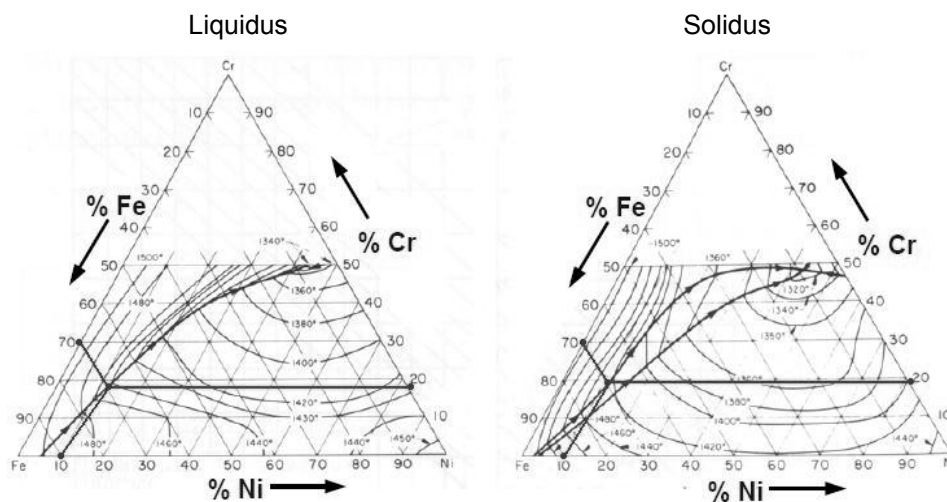
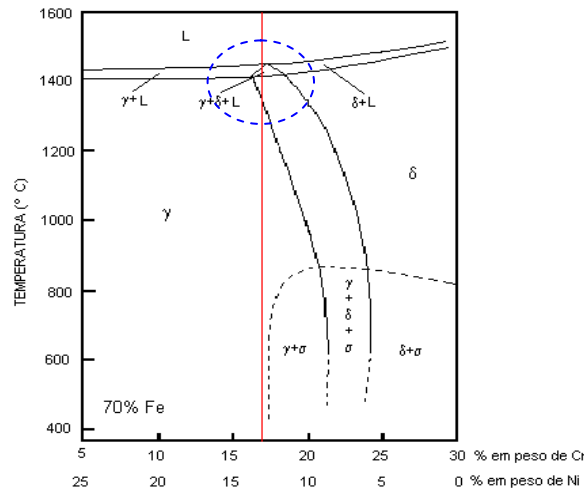
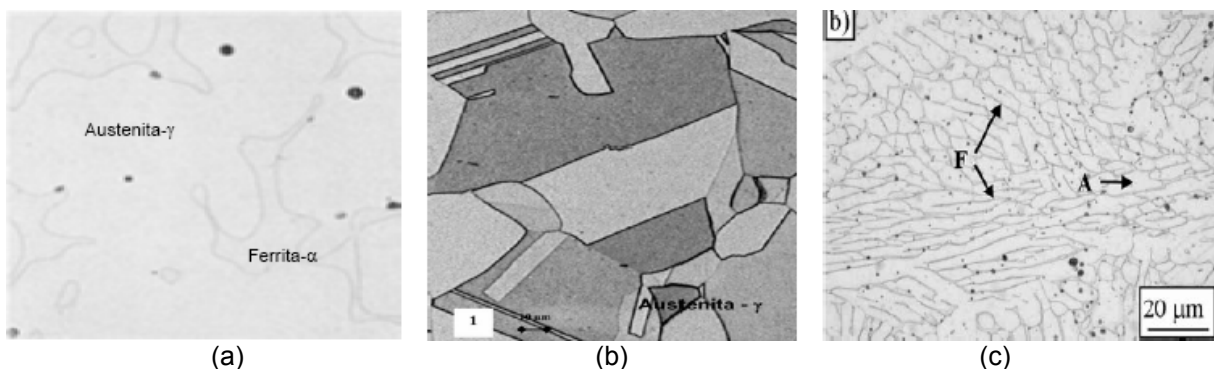


Figura 1. Diagramas de previsão das temperaturas liquidus ( $T_L$ ) e solidus ( $T_S$ ) do sistema Fe-Cr-Ni.<sup>(9)</sup>



**Figura 2.** Diagrama pseudo-binário de equilíbrio para o sistema Fe-Cr-Ni, mantendo o teor de Fe constante.<sup>(10)</sup>

Dependendo dos teores de cromo e níquel do aço, pode-se ter a fase primária oriunda do início de solidificação com estrutura completamente austenítica ou austenítica-ferrítica, conforme se observa no campo em destaque da Figura 2. Segundo Ares et al.,<sup>(10)</sup> análises térmicas feitas em amostras de aços inoxidáveis AISI 316L permitiram determinar as temperaturas liquidus e solidus, respectivamente iguais a 1.434°C e 1.387°C para taxas de resfriamento próximas a 5°C/min (0,08°C/s). O caminho da solidificação definido para esse aço a partir do líquido foi: líquido  $\Rightarrow$  (líquido +  $\gamma$  sólido)  $\Rightarrow$   $\gamma$  sólido. Dependendo do grau de segregação de solutos, a composição do líquido pode ser modificada, originando a seguinte transformação: líquido  $\Rightarrow$  (líquido +  $\gamma$  sólido)  $\Rightarrow$  (líquido +  $\gamma$  sólido +  $\delta$  sólido)  $\Rightarrow$  ( $\gamma$  sólido +  $\delta$  sólido). Nesse último caso, ocorre a formação de ferrita na região interdendrítica. A solidificação direcional à baixas velocidades de crescimento permitiu observar que a maioria dos elementos de liga, incluindo Cr, Ni, Mo, Mn, Si e P apresentam coeficiente de distribuição menor que a unidade, sendo dissolvidos em solução sólida. Quando existe a presença de carbono, mesmo em baixos teores, a segregação dos solutos possibilita a formação de carbeto de Cr e Mo com estrutura eutética, o que causa a degeneração do crescimento plano, levando ao crescimento celular, seguido pelo dendrítico. A Figura 3 mostra exemplos de microestruturas encontradas nos aços AISI 316L.



**Figura 3.** Microestruturas do aço AISI 316L: (a) bruto de solidificação, 400x,<sup>(11)</sup> (b) recozido, 400x,<sup>(12)</sup> (c) junta soldada.<sup>(13)</sup>

O objetivo do presente trabalho é o estudo da solidificação unidirecional e a realização de experimentos em condições de fluxo de calor transiente, para o aço inoxidável austenítico AISI 316L, estabelecendo-se correlações entre as condições de solidificação e a estrutura resultante.

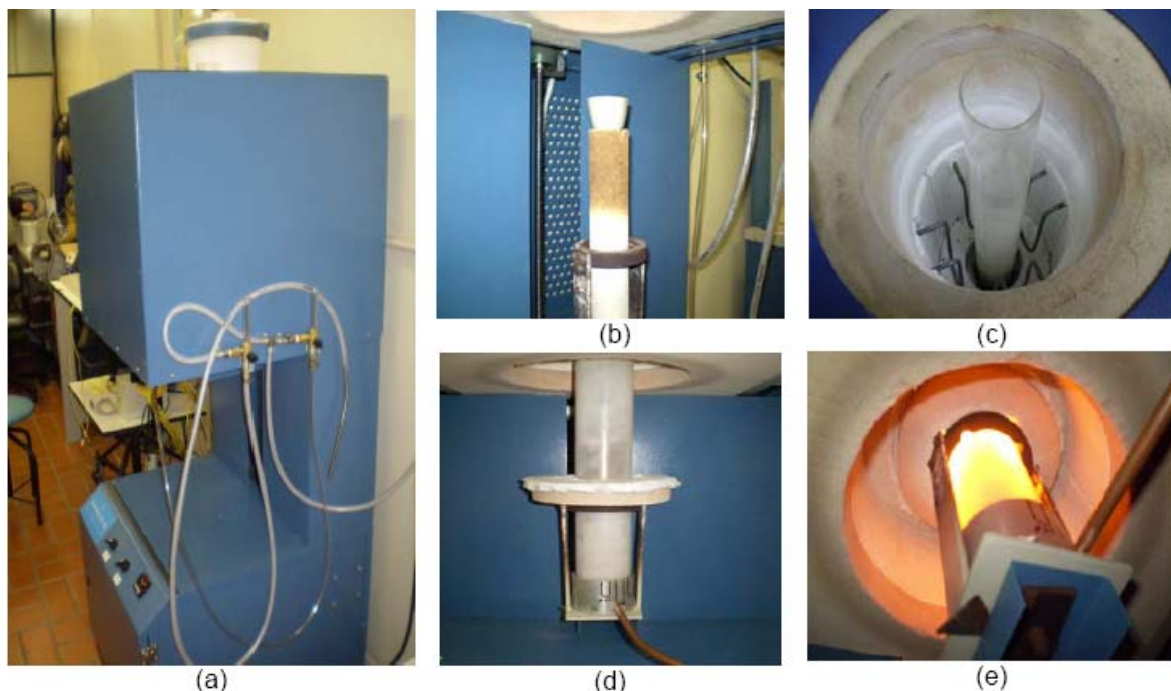
## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço inoxidável AISI 316L estudado neste trabalho apresentou a composição química certificada pelo fornecedor segundo Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química nominal do AISI 316L

Elementos	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Outros
% em peso	0,016	16,17	10,33	2,20	1,75	0,36	0,4318

Para os experimentos foi utilizado um forno vertical de fusão/solidificação, tendo como principais características: potência de 5 kW, sistema de aquecimento resistivo minimizando turbulência no banho fundido, controladores de aquecimento e rampas, sistema de resfriamento com ar na base do molde (cadinho), câmara de fusão encapsulada por tubo de quartzo de 75 mm de diâmetro e 500 mm de comprimento, sistema de instrumentação por termopares e sistema de elevação do molde carregado à câmara de fusão/solidificação. Para os experimentos foi utilizada uma vazão de 20 l/min de ar comprimido para resfriamento da base do cadinho. A Figura 4 apresenta o forno instalado no laboratório, destacando a parte abaixo da câmara quente com o sistema de elevação e câmara de quartzo.



**Figura 4.** Fotografias: (a) forno e sistema de gases, (b) refratário porta- cadinho, (c) câmara de quartzo, (d) sistema de elevação e (e) parte inferior do forno.

Após solidificação em cadinhos de quartzo e grafite (Figura 5a), amostras foram retiradas dos lingotes obtidos e submetidas à análise metalográfica por microscopia ótica (sem e com ataque: 100 mL HCl, 5 g CuCl<sub>2</sub>, 100 mL etanol

95%).<sup>(14-16)</sup> A Figura 5b mostra um esquema das regiões aonde foram realizadas as análises.

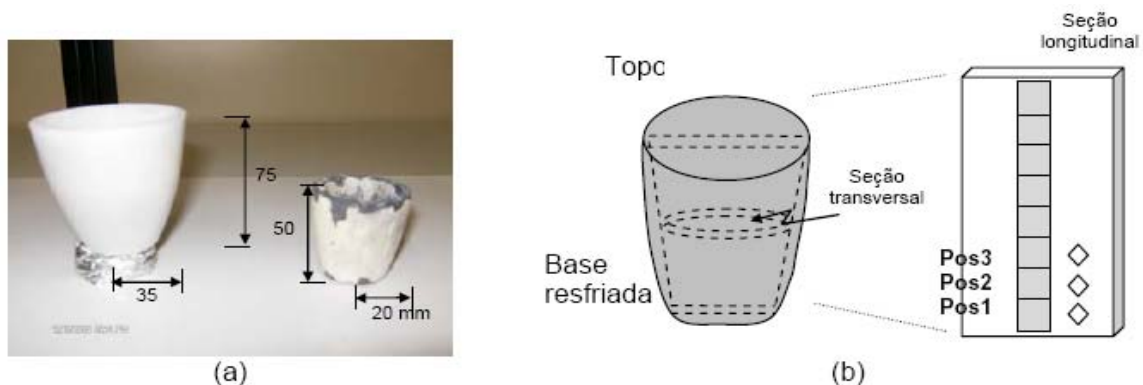


Figura 5. (a) Fotos dos cadinhos, e (b) esquema das posições analisadas nos lingotes.

Medidas dos espaçamentos dendríticos secundários foram realizadas em diferentes posições a partir da base resfriada dos lingotes, e correlacionados com as taxas teóricas de resfriamento empregando expressões da literatura.<sup>(17)</sup> Em seguida as amostras foram analisadas por medidas de microdureza Vickers.<sup>(18)</sup>

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 6 apresenta macrografias longitudinais dos lingotes obtidos em cadinho de quartzo e cadinho de grafite, enquanto que a Figura 7 mostra micrografias transversais de regiões próximas à superfície e ao centro dos lingotes. Conforme se observa, a estrutura se apresenta predominantemente dendrítica, com ramificações da matriz austenítica e uma região interdendrítica irregular.

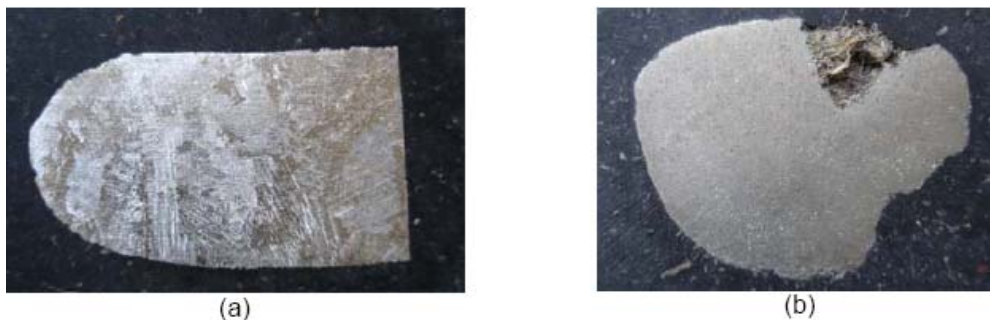


Figura 6. Macrografias longitudinais dos lingotes: (a) quartzo, (b) grafite.

Análises em microscopia eletrônica de varredura foram realizadas nas amostras, com auxílio de EDS (espectrometria por energia dispersiva de raios-x) e detetores SE (elétrons secundários) e BSE (elétrons retro espalhados). Foram realizadas análises qualitativas nas regiões interdendríticas, conforme indicação nas imagens da Figura 8a (região clara) e Figura 8b (região escura), indicando a presença de Cr, Ni e Mo, com picos de Cr maiores que os picos de Ni e os picos de Mo. Observou-se também a presença de uma fase escura e globular (Figura 8c – região cinza escuro), no interdendrítico e algumas vezes presente na matriz dendrítica, com a presença de Mo (picos maiores) e Cr (picos menores), e não sendo constatada a presença de Fe. Os espectros são apresentados à direita.

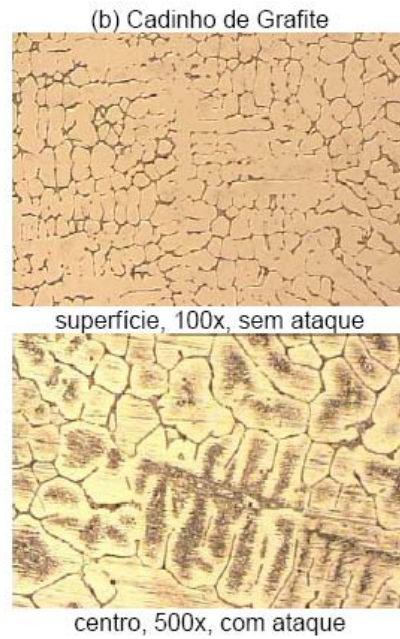
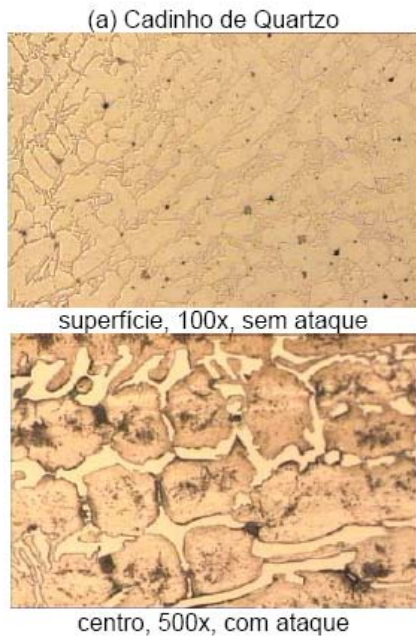
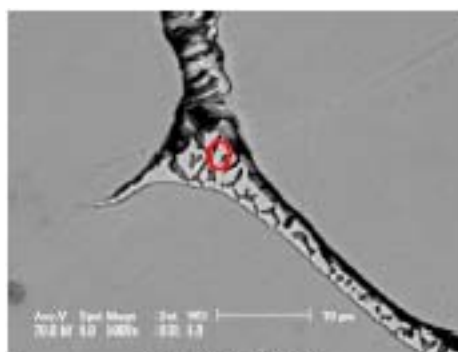


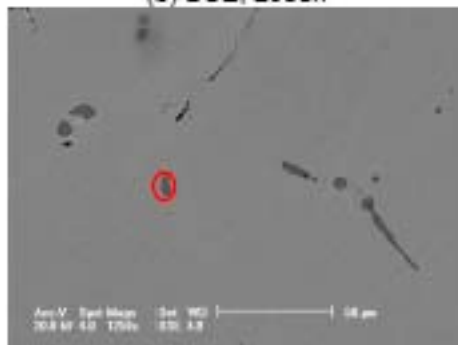
Figura 7. Micrografias transversais dos lingotes: (a) quartzo, (b) grafite.



(a) BSE, 5000x



(b) BSE, 2500x



(c) BSE, 1250x

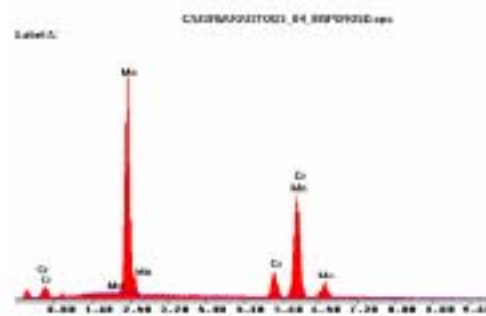
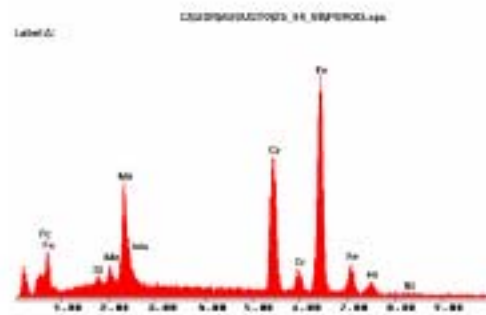
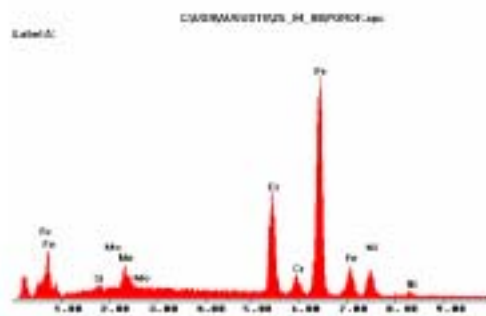


Figura 8. Micrografias em microscopia eletrônica de regiões aleatórias dos lingotes.

Micrografias da seção longitudinal foram utilizadas para as medidas dos espaçamentos dendríticos secundários para posições específicas a partir da base refrigerada do lingote (1 mm, 2 mm, 3 mm, 4 mm, 5 mm, 6 mm, 7 mm e 8 mm). Conforme pode ser visto nas imagens da Figura 9, a estrutura do lingote de quartzo apresenta-se mais direcional, com dendritas maiores e menores regiões interdendríticas. No caso da estrutura do cadinho de grafite, esta se apresenta com menor direcionalidade e maior equiaxialidade, evidenciando a extração de calor nas laterais próximas a base.

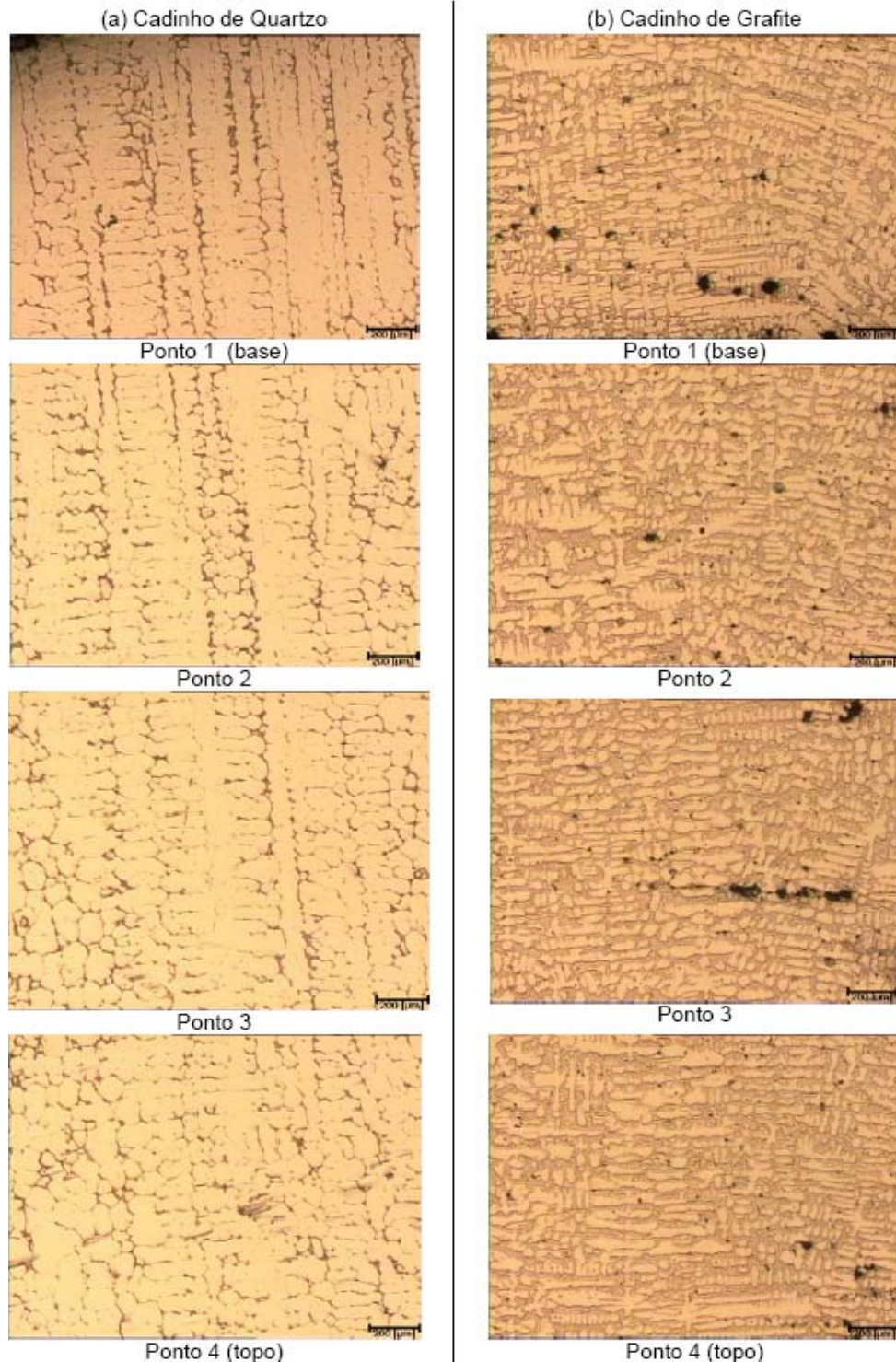
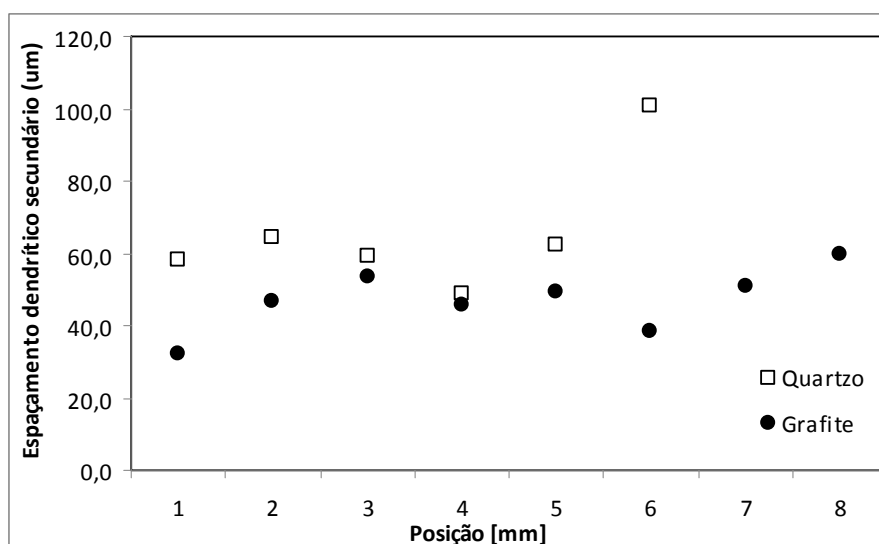


Figura 9. Micrografias das estruturas dendríticas em diferentes posições dos lingotes: (a) cadinho de quartzo, (b) cadinho de grafite. (quadro 1266µm).

A Tabela 1 apresenta os valores medidos para os espaçamentos dendríticos secundários, destacando o valor mínimo encontrado, o valor máximo e a médias de dez medidas por posição (região medida compreendida em um quadro de 1266  $\mu\text{m}$  x 1266  $\mu\text{m}$ ). A Figura 10 mostra na forma gráfica o comportamento dos espaçamentos dendríticos secundários ao longo da altura dos lingotes.

**Tabela 1.** Valores dos espaçamentos dendríticos secundários

	Cadinho de Quartzo			Cadinho de Grafite		
	Mínimo	Máximo	Média	Mínimo	Máximo	Média
Ponto 1	51,7	64,5	58,14	27,1	39,6	32,26
Ponto 2	50,8	81,1	64,36	31,8	62,6	47,01
Ponto 3	50,4	68,4	59,38	47,3	67,4	53,43
Ponto 4	39,3	58,3	48,70	33,4	67,0	45,65
Ponto 5	58,0	66,3	62,36	30,5	71,2	49,59
Ponto 6	92,1	105,9	100,72	28,7	50,5	38,42
Ponto 7	-	-	-	32,8	70,4	50,66
Ponto 8	-	-	-	45,1	69,8	59,7

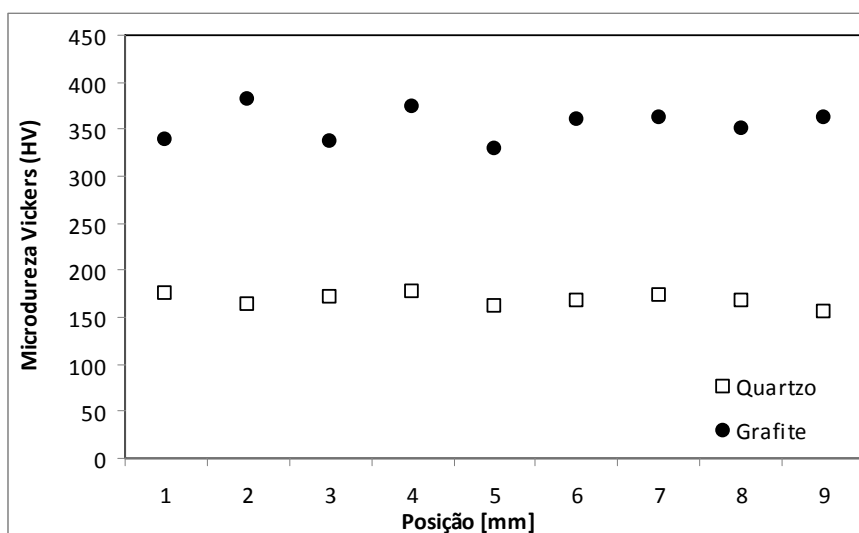


**Figura 10.** Variação do espaçamento dendrítico secundário em função da distância a partir da base dos lingotes.

A Figura 11 apresenta os valores medidos para microdureza. Como se observa, a estrutura mais grosseira obtida no cadinho de quartzo reflete em menores valores de dureza (aproximadamente a metade dos valores observados para o cadinho de grafite). Nota-se também uma maior variação nos valores para o caso do grafite em função da maior quantidade de porosidade observada visualmente.

A Tabela 3 apresenta os valores médios para  $\lambda_2$  e os valores das taxas de resfriamento calculadas a partir da Equação (1), recomendada para aços inoxidáveis segundo Loser, Thiem e Jurish.<sup>(17)</sup>





**Figura 11.** Variação da microdureza Vickers em função da distância a partir da base dos lingotes (carga 1000 g).

**Tabela 3.** Média dos valores de  $\lambda_2$  e das taxas de resfriamento calculadas

$\lambda_2 = 68 \cdot T_0^{-0,45} \quad (1)$	$\lambda_2$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\frac{\Delta T}{\Delta t}$ [K/s]
	24	10
	33	5
	50	2
	68	1

## 4 CONCLUSÕES

A solidificação em cadinho de quartzo gerou uma estrutura mais colunar, direcional e também mais grosseira, enquanto que o lingote obtido em cadinho de grafite foi completamente equiaxial e com espaçamento dendríticos secundários menores. Entre os fatores que contribuíram para tal comportamento citam-se as propriedades termofísicas dos diferentes materiais, as dimensões dos cadinhos e o volume dos lingotes.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), a FAPERGS (Fundação de Amparo a Pesquisa do Rio Grande do Sul) e a PUCRS (Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul).

## REFERÊNCIAS

- 1 ASM INTERNATIONAL. *Metallography and microstructures*. Metals Park, Oh; 1985. (ASM handbook, 9).
- 2 DAVIS, J.R. (ed.) *Heat resistance materials*. Metals Park, Oh: ASM International, 1997. (ASM specialty handbook).
- 3 CHIAVERINI, V. *Aços e ferros fundidos*. 7. ed. São Paulo: ABM, 2002.
- 4 SILVA, C.C.; RAMOS JÚNIOR, J.M.B.; MACHADO, J.P.S.E.; SANT'ANA, H.B.E.; FARIAS, J.P. Estudo da corrosão na ZAC do aço inoxidável austenítico AISI 316L causada por petróleo pesado da Bacia de Campos. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE P&D EM PETRÓLEO E GÁS, 3., 2005, Salvador. [S.n.t.].
- 5 FONSECA, K.B.; PEREIRA, H.H.; SILVA, S.N. Avaliação de falhas em implantes

- metálicos coxo-femoral e joelho retirados de pacientes. *Matéria*, v. 10, n. 3, p. 472-80, 2005.
- 6 DRUMMOND, M.; NOVELLO, W. P.; ARRUDA, A. C. F. E BRAILE, D. M. *Avaliação de um trocador de calor tipo fole usado em sistema de cardioplegia sangüínea*. São José do Rio Preto: Braile Biomédica, 2006.
  - 7 SILVA JÚNIOR, F.R.; SOARES, G.F.W.; FURTADO, J.G.M.; SERRA, E.T.; MIRANDA, P.E.V. Placas bipolares metálicas para células a combustível de membrana polimérica. *Metalurgia e Materiais*, v. 64, n. 594, p. 572-4, 2008.
  - 8 GARCIA, A. Solidificação dos metais: princípios e aplicações. Campinas: Editora da Unicamp, 2001.
  - 9 KRAUSS, G. **Steels**: processing, structure and performance. Metals Park, Oh: ASM International, 2005.
  - 10 ARES, A.E.; CARAM, R.; JAIME, M.A.; FERRANDINI, P.; DUTRA, A.T.; GUEIJMAN, S.F.; SCHVEZOV, C.E. Solidificación y microestructura de un acero inoxidable austenítico. *Anales AFA*, v 17, p. 240-9, 2005.
  - 11 . *Properties and selection: iron steels and high performance alloys*. Metals Park, Oh, 1990. (ASM Handbook, 1).
  - 12 SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. *REM: Revista da Escola de Minas*, v. 60, n. 1, p. 175-81, 2007.
  - 13 KOZUH, S.; GOJIĆ, M.; KOSEC, L. The effect of annealing on properties of AISI 316L base and weld metals. *RMZ – Materials and Geoenvironment*, v. 54, n.3, p. 331-44, 2007.
  - 14 ASM INTERNATIONAL. *ASTM E 3: practice for preparation of metallographic specimens*. Metals Park, Oh, 1980.
  - 15 ASM INTERNATIONAL. *ASTM E 381: method of macroetching testing steel bars, billets, blooms and forgings*. Metals Park, Oh, 1985.
  - 16 ASM INTERNATIONAL. *ASTM E 112: standard test methods for determining average grain size*. Metals Park, Oh, 1996.
  - 17 LOSER, W.; THIEM, S.; JURISH, M. Solidification modeling of microstructures in near-net-shape casting of steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 173, p. 323-6, 1993.
  - 18 ASM INTERNATIONAL. *ASTM E 92: standard test methods for vickers hardness of metallic materials*. Metals Park, Oh, 1997.