

# TRANSFORMAÇÕES MICROESTRUTURAIS EM UM AÇO AISI 310S ENVELHECIDO NA FAIXA DE 600°C A 800°C<sup>1</sup>

Sérgio Souto Maior Tavares<sup>2</sup>  
Elineudo Pinho de Moura<sup>3</sup>  
Juan Manuel Parda<sup>4</sup>  
Paulo Garcia Normando<sup>5</sup>  
Vitor da Costa<sup>5</sup>

## Resumo

O aço inoxidável AISI 310S é do tipo austenítico estável. Devido aos altos teores de Cr e Ni, esta classe de material pode ser utilizado tanto em alta, como em baixas e altas temperaturas. Neste trabalho, os efeitos da exposição prolongada a 600°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C na resistência a corrosão intergranular, tenacidade e dureza foram avaliados. A microestrutura nas diversas condições de envelhecimento foi investigada por microscopias óptica e eletrônica de varredura. A precipitação de fases que provoca a queda da tenacidade foi também investigada por ensaio não destrutivo de ultrassom e análise dos sinais coletados de modo a se avaliar a possibilidade de utilização desta técnica na detecção da precipitação em serviço.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável AISI 310S; Precipitação de fase sigma; Ensaio não destrutivos.

## MICROSTRUCTURAL TRANSFORMATIONS IN A AISI 310S STAINLESS STEEL AGED IN THE 600 – 800°C

### Abstract

The AISI 310S is a stable austenitic stainless steel. Due to the high Cr and Ni contents, this class of material can be used at high and low temperatures. In this work, the effects of long thermal exposition at 600 °C, 650 °C, 700 °C, 750 °C and 800 °C on sensitization, toughness and hardness were evaluated. The microstructure features was investigated by optical and scanning electron microscopy. The phase precipitation, which provokes embrittlement, was also analyzed by non destructive ultrasonic test. The analysis of signs collected shows that this technique can be used to detect the phase precipitation during service.

**Key words:** Austenitic stainless steel AISI 310; Sigma phase precipitation; Non destructive testing.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 64° Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Professor Associado do Departamento de Engenharia Mecânica da UFF.

<sup>3</sup> Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFC.

<sup>4</sup> Doutorando do Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica UFF.

<sup>5</sup> Aluno de Graduação em Engenharia Elétrica da UFC.

# 1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável austenítico AISI 310 possui elevados teores de Cr e Ni, que fazem com que seja um material indicado tanto para altas como para baixas temperaturas. No caso da utilização em altas temperaturas, acima de 600°C, aços desta classe podem experimentar a formação de carbonetos de cromo e/ou fase sigma ( $\sigma$ ). Os carbonetos de cromo, do tipo  $Cr_{23}C_6$ , precipitam-se nos contornos de grão dos aços inox austeníticos aquecidos na faixa de 450°C a 850°C, deixando regiões pobres em cromo no entorno dos contornos.<sup>(1)</sup> Nessa condição o aço é dito sensitizado e encontra-se susceptível à corrosão intergranular.

Aços de alto teor de cromo são também susceptíveis à formação de fase  $\sigma$ , composto intermetálico que fragiliza e endurece o material. Alguns trabalhos mostraram o efeito deletério da precipitação de fase  $\sigma$  na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex<sup>(2,3)</sup> e austeníticos.<sup>(3-5)</sup>

Neste trabalho, foram investigadas as modificações microestruturais e efeitos na tenacidade e dureza causados pela exposição de um aço inoxidável austenítico AISI 310 a temperaturas no intervalo de 600°C a 800°C por períodos de até 210 horas. Inspeções não destrutivas por ultrassom foram realizadas para avaliar a influência da precipitação de fases na velocidade da onda ultrassônica. Através do processamento dos sinais retroespalhados foi também possível identificar as condições onde houve modificação significativa da microestrutura do material.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho, foi estudado um aço inoxidável AISI 310S com a composição química mostrada na Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química do aço AISI 310S

C	Mn	V	Si	Ni	Cr	N	Ti	S	P
0.0542	1.766	0.181	0.605	19.41	24.65	0.0028	0.01	0.0015	0.016

Amostras de 20 mm de espessura, largura e comprimento aproximadamente iguais a 50 mm foram cortadas para realização dos tratamentos térmicos e ensaios de caracterização. Todas as amostras foram inicialmente solubilizadas a 1.100°C e depois envelhecidas nas temperaturas indicadas na Tabela 2. Amostras de dimensões 60 x 12 x 8 (mm) foram tratadas nas mesmas condições da Tabela 2, e depois usinadas no formato de corpos de prova Charpy de tamanho reduzido (7,5 mm), conforme a norma ASTM E23.<sup>(6)</sup> Os corpos de prova foram ensaiados na temperatura ambiente em um pêndulo universal com capacidade para 300 J, para determinação da tenacidade ao impacto.

Os ensaios de caracterização não destrutiva consistiram de análise por ultrassom. Foram realizadas medidas com diferentes freqüências de excitação. Freqüências mais elevadas podem ser mais sensíveis às variações microestruturais. Para a determinação da velocidade de propagação da onda foram realizadas três medidas a partir da captura de sinais pela técnica pulso-eco, por amostra, por freqüência, apresentando-se a média dos resultados. Adicionalmente, foram capturados quarenta sinais retro espalhados em pontos aleatórios de cada amostra. Estes foram processados pela técnica DFA (*dentreded fluctuation analysis*), uma ferramenta matemática desenvolvida para estudo das propriedades fractais. Tal técnica consiste em calcular as flutuações médias de uma série após a retirada da

tendência obtida por ajuste linear, em função do tamanho dos intervalos em que a série é dividida. Em seguida foi realizada a análise das componentes principais (PCA) sobre o resultado do processamento DFA, de modo a agrupá-los de acordo com o nível de modificação microestrutural da amostra.

**Tabela 2:** Identificação das amostras produzidas e condições de tratamento térmico

Temperatura de tratamento	100 h	200 h
600	600C-100H	600C-200H
650	650C-100H	650C-200H
700	700C-100H	700C-200H
750	750C-100H	750C-200H
800	800C-100H	800C-200h

As microestruturas das amostras, em cada condição, foram estudadas por microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). Três diferentes ataques metalográficos foram utilizados: (a) ataque eletrolítico com solução 10% ácido oxálico, indicado para revelar os carbonetos intergranulares; (b) ataque eletrolítico com solução 10%KOH, indicado para revelar tão somente a fase sigma; (c) reativo de Vilela (1 g de ácido pícrico, 10 mL de HCl e 100 mL de etanol), indicado para revelar tanto carbonetos como a fase sigma.

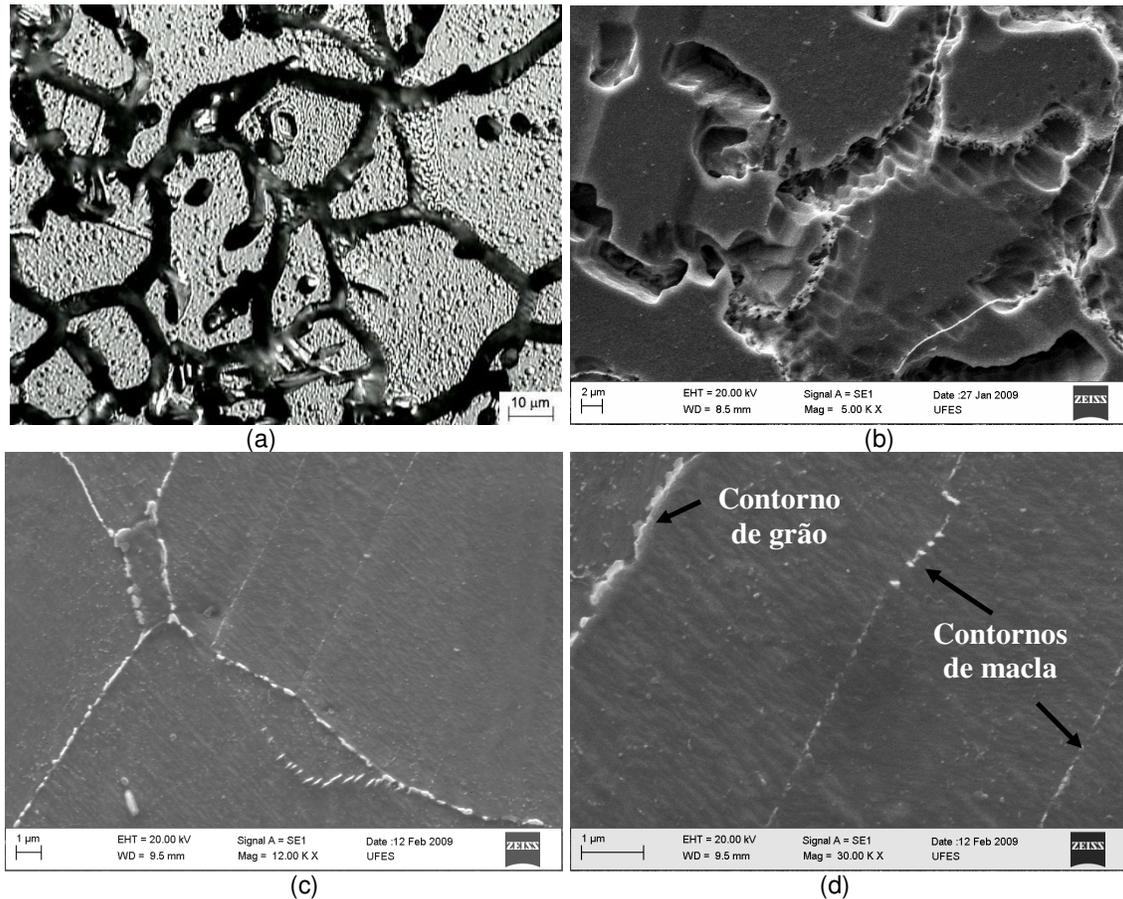
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 1(a-d) apresentam microestruturas típicas do material tratado a 600°C por 200 horas (condição 600C-200H). A microestrutura revelada pelo ataque eletrolítico em solução 10% de ácido oxálico e observada em microscópio ótico (Figura 1a) revela extensa faixa preta nos contornos de grão, típica do material sensibilizado pela formação de carbonetos de cromo. A observação desta mesma amostra em microscópio eletrônico de varredura mostra valas nos contornos de grão, pois o ataque utilizado provoca o arrancamento dos carbonetos de cromo. Por outro lado, o ataque com reativo de Vilela revela os carbonetos intergranulares, sem remove-los. A imagem com maior aumento (Figura 1d) mostra que a precipitação, embora concentrada nos contornos de grão, pode ocorrer também nas maclas da austenita.

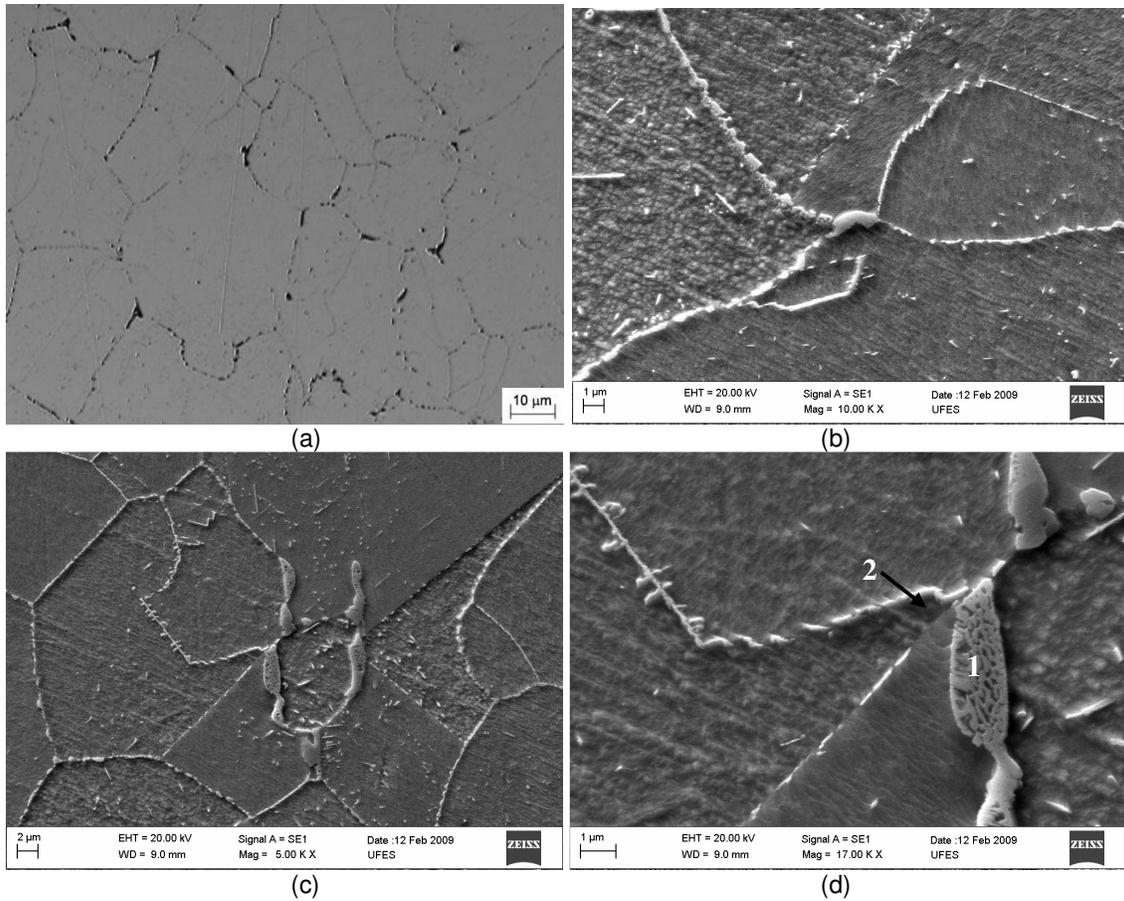
As Figuras 2(a-d) mostram as imagens da amostra tratada a 700°C por 200 horas (condição 700C-200H). A imagem de microscópio ótico revelada com ataque eletrolítico com solução 10%KOH mostra partículas intergranulares de fase sigma, visto que este ataque é específico para revelar tal fase. A análise detalhada em microscópio eletrônico de varredura da amostra atacada com ataque de Vilela é apresentada nas Figuras 2(b-d). Neste caso, a distinção entre a fase sigma e o carboneto de cromo é conseguida com o auxílio das análises por EDS, mostradas nas Figuras 3(a-b). A Figura 3(a) apresenta o espectro obtido na partícula da região 1, e corresponde à fase sigma, pois contém teor de Cr bem mais elevado do que a média da liga.. A partícula identificada com uma seta pelo número 2 corresponde ao carboneto de Cr intergranular.

As Figuras 4(a-b) mostram imagens da amostra 800C-200H. A Figura 4(a) corresponde ao material atacado com reativo de Vilela e a Figura 4(b) corresponde ao material atacado eletroliticamente com solução 10%KOH. Nesta condição são observadas somente partículas de fase  $\sigma$ . A Figura 5(a) mostra o espectro de EDS da partícula de fase  $\sigma$  identificada por 1 na Figura 4(a), contendo mais alto teor de cromo, muito similar ao da Figura 3(a). Os espectros de EDS de partículas menores,

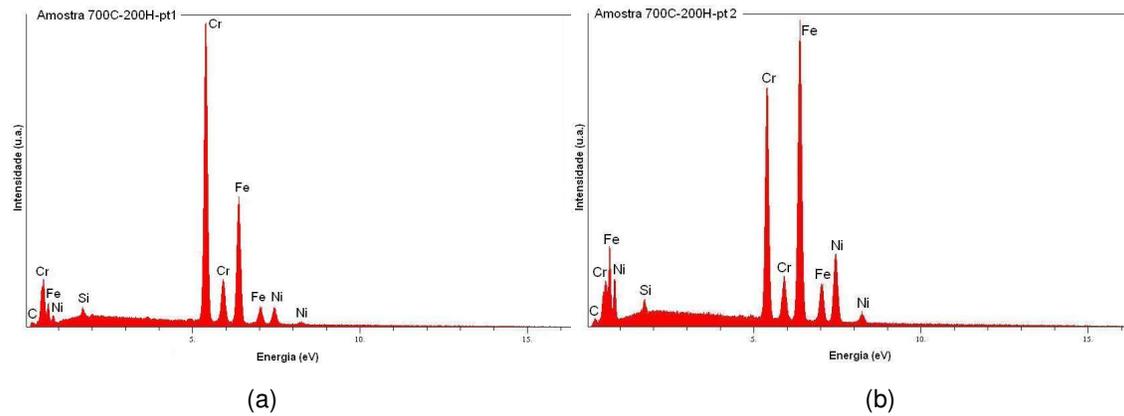
tais como aquela identificada como 2 na Figura 4(a) apresentaram resultados similares (não mostrado), ou seja, nesta condição se observa tão somente a fase  $\sigma$  com tamanhos e morfologias diversas. Por outro lado, quando a amostra é atacada com solução 10%KOH os elementos desta solução parecem se aderir às partículas de fase sigma, de modo que as análises por EDS das partículas de fase sigma reveladas com este reativo apresentam grandes picos de potássio e oxigênio, conforme mostrado na Figura 5(b).



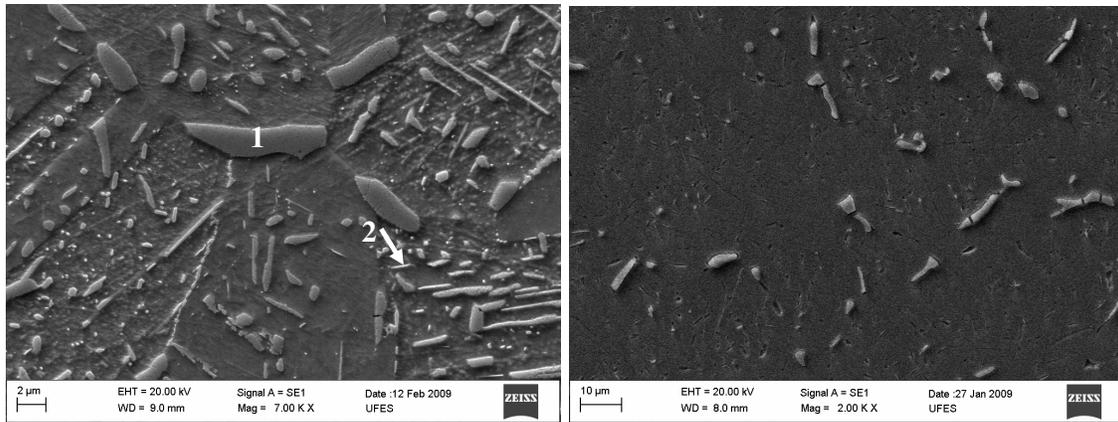
**Figura 1:** (a) MO, ataque eletrolítico; (b) MEV com solução 10% de ácido oxálico (8V, 60s); (c-d) MEV, ataque de Vilela.



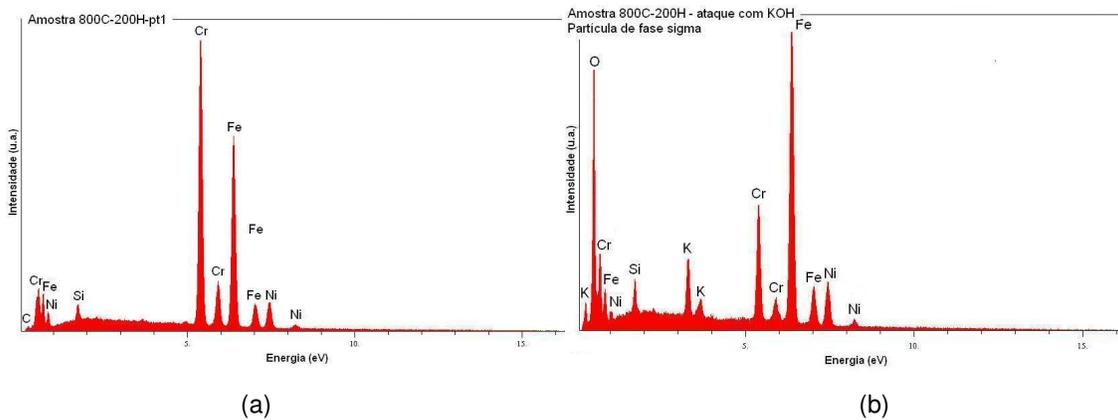
**Figura 2:** (a) MO, ataque eletrolítico com solução 10%KOH (3V, 15s); (b-d) MEV, ataque de Vilela.



**Figura 3:** Espectros de EDS dos pontos da figura 2(d): (a) ponto 1; (b) ponto 2.



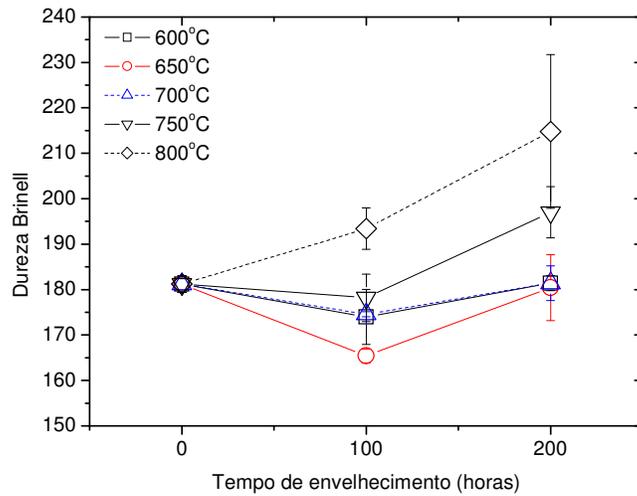
(a) (b)  
**Figura 4:** Microestruturas do material na condição 800C-200H: (a) Ataque de Vilela; (b) ataque eletrolítico em solução 10% KOH.



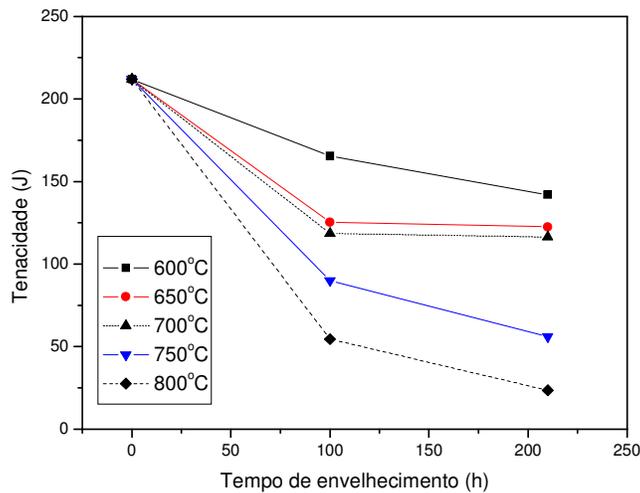
(a) (b)  
**Figura 5:** Espectros de EDS do material na condição 800C-210H: (a) ponto 1 da figura 4(a); (b) partícula de fase  $\sigma$  em amostra atacada eletroliticamente com solução 10%KOH.

O aumento da temperatura de envelhecimento promove a substituição dos precipitados de carbonetos de cromo pela fase  $\sigma$ . As imagens de MEV da amostra tratada a 700 °C por 200 horas, onde se observa as duas fases ( $Cr_{23}C_6$  e  $\sigma$ ) sugere um mecanismo de precipitação do tipo  $\gamma \rightarrow Cr_{23}C_6 \rightarrow \sigma$ .

As Figuras 6 e 7 mostram como variam a dureza e a tenacidade com o tempo e temperatura de envelhecimento, respectivamente. Nota-se que o material experimenta algum endurecimento nas temperaturas de envelhecimento de 750°C e 800°C, onde ocorre a precipitação mais intensa da fase  $\sigma$ . A Figura 7 mostra que o envelhecimento em todas as temperaturas provoca fragilização do material, sendo esta fragilização mais intensa nas temperaturas mais elevadas de exposição. Embora o efeito de fragilização da fase  $\sigma$  seja mais intenso, os carbonetos intergranulares que predominam nas temperaturas de 600°C e 650°C também provocam considerável queda da tenacidade do material.



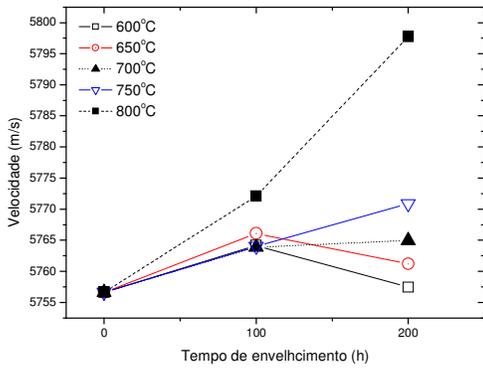
**Figura 6:** Variação da dureza com o tempo de envelhecimento.



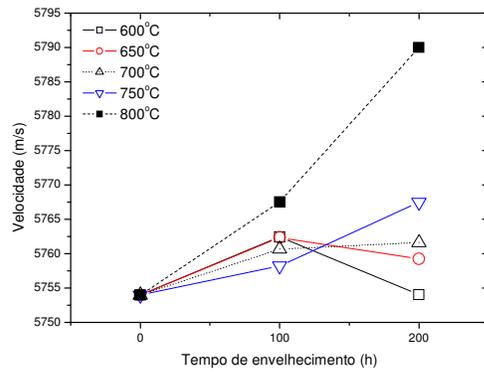
**Figura 7:** Variação da tenacidade com o tempo de envelhecimento.

As Figuras 8(a-d) mostram como a velocidade da onda ultrassônica varia com a temperatura e o tempo de envelhecimento para testes com as frequências de 4 MHz, 5 MHz, 10 MHz e 20 MHz, respectivamente. Nota-se que a velocidade aumenta significativamente nos envelhecimentos a 800°C, mas pouco varia nas outras temperaturas de envelhecimento, ou seja. Assim a utilização de medidas da velocidade de envelhecimento detecta apenas a intensa formação de fase  $\sigma$ , não sendo sensível à formação de carbonetos de cromo e a formação de proporções pequenas de fase  $\sigma$ , que ocorre a 750°C e 700°C.

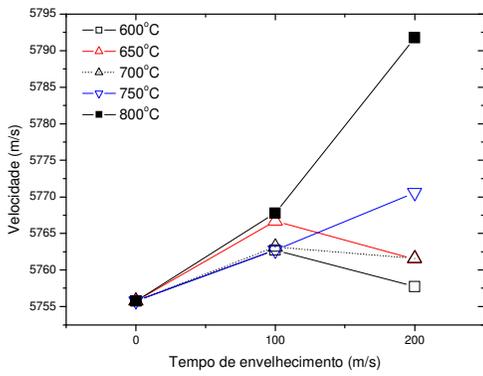
Por outro lado, através da análise das componentes principais do sinal retroespalhado, é possível distinguir o material envelhecido em todas as temperaturas investigadas do material solubilizado, como mostram as figuras 9(a-e). Desta forma, este método de análise dos sinais coletados por ultrassom é sensível também à formação dos carbonetos intergranulares.



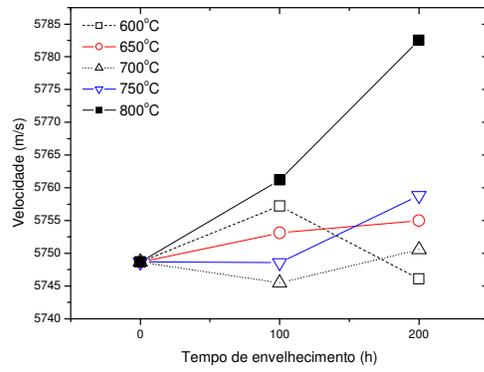
(a)



(b)

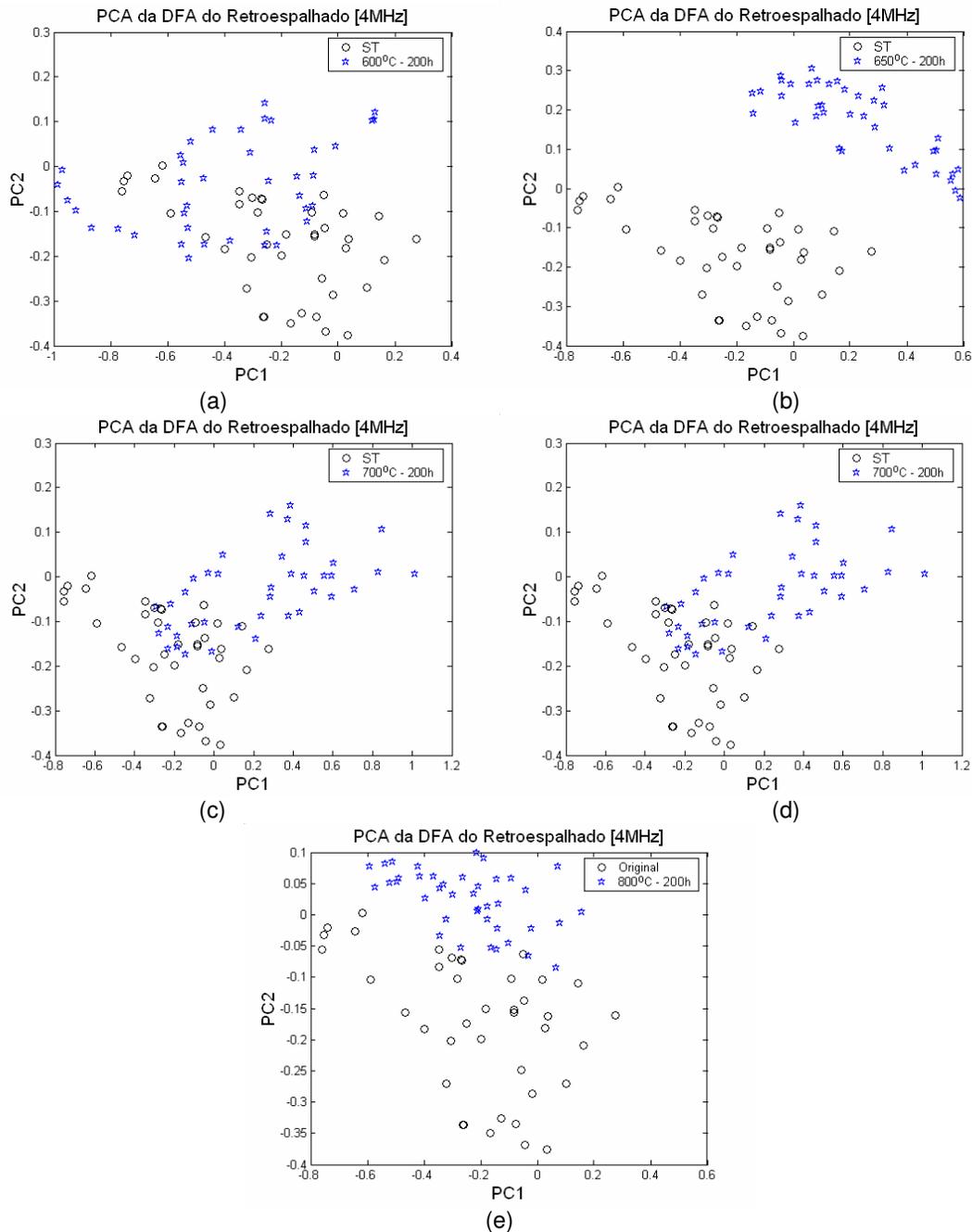


(c)



(d)

**Figura 8:** Variação da velocidade da onda ultrassônica com o tempo de envelhecimento, utilizando diferentes frequências de medição: (a) 4 MHz; (b) 5 MHz; (c) 10 MHz; (d) 20 MHz.



**Figura 9:** Gráfico de análise das componentes principais – comparação: (a) 600C-200H x ST; (b) 650C-200H x ST; (c) 700C-200H x ST; (d) 750C-200H x ST; (e) 800C-200H x ST.

#### 4 CONCLUSÕES

O envelhecimento prolongado do aço inoxidável AISI 310 nas temperaturas 600°C-700°C provoca predominantemente a formação de carbonetos intergranulares. Na faixa de 700°C-800°C predomina a precipitação de fase  $\sigma$ . A amostra tratada a 700°C por 200 horas apresenta os dois tipos de precipitados: carbonetos intergranulares e a fase  $\sigma$ , que também surge inicialmente nos contornos de grão, mas logo se espalha por todo o material.

A fase  $\sigma$  é caracterizada por um mais alto teor de cromo, quando comparado aos carbonetos de cromo. Curiosamente, quando a fase  $\sigma$  é revelada pelo ataque eletrolítico com solução de KOH, a microanálise por EDS destas partículas apresenta um alto teor de K e O, como se estes elementos formassem um filme sobre tais partículas.

A precipitação de fase  $\sigma$  provoca endurecimento e severa fragilização do material, ao passo que os carbonetos de cromo não endurecem mas têm também um efeito fragilizante.

Através de ensaios não destrutivos, pela medição da velocidade da onda, foi possível detectar a formação da fase  $\sigma$  nos envelhecimentos a 800°C. Entretanto, a velocidade da onda não é sensível à formação de carbonetos de cromo.

Por outro lado, através da análise das componentes principais foi possível distinguir as amostras envelhecidas em todas as temperaturas experimentadas, da amostra na condição inicial.

### **Agradecimentos**

Ao CNPq e à FAPERJ pelo apoio financeiro.

### **REFERÊNCIAS**

- 1 A.F. Padilha, L. C. Guedes, "Aços inoxidáveis austeníticos – microestruturas e propriedades, Editora Hemus, 1994.
- 2 N. Lopez, M. Cid, M. Puiggali, I. Azkarate I, A. Pelayo, Application of double loop electrochemical potentiodynamic reactivation test to austenitic and duplex stainless steels, Mat. Science and Eng. A 1997; 229: 123-128.
- 3 N. Lopez, M. Cid, M. Puiggali, Influence of  $\sigma$ -phase on mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steel, Corrosion Science 1999; 41: 1615-1631.
- 4 A.Y. Kina, S.S.M.Tavares, J.M. Pardal, J.A. de Souza, Microstructure and intergranular corrosion resistance evaluation of AISI 304 steel for high temperature service. Materials Characterization 2008; 59:651-55.
- 5 S.S.M.Tavares, J.M.Pardal, V.C. da Costa, M.L.R. Ferreira, artigo aceito para publicação no periódico Materials Characterization
- 6 Norma ASTM E23-07 – Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials,