

AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 310 APÓS AQUECIMENTO A DIFERENTES TEMPERATURAS*

Bismarck da Silva Santos¹
Marcello Ferreira Machado¹
Fábio de Oliveira Braga^{2,3}
Lídia Agata de Sena⁴

Resumo

Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 310 são comumente empregados em serviços contínuos ou intermitentes em altas temperaturas e em atmosfera oxidante. A utilidade desta liga em temperaturas elevadas deve-se a alta resistência à corrosão, alta resistência mecânica, alta resistência à fluência e fadiga térmica, bem como alta tenacidade à fratura. No entanto, a literatura aponta a probabilidade de aparição de fases deletérias como fase sigma (σ) e carbonetos de cromo (Cr_xC_y), que propiciam sensibilização séria, devido a nucleação destas fases nos contornos de grão, fato que se intensifica com o prolongamento de tempo e temperatura de tratamento. Este trabalho teve por finalidade investigar as alterações microestruturais que podem ocorrer no aço inoxidável AISI 310 quando tratado termicamente em atmosfera ambiente por 1 hora, em temperaturas no intervalo de 500 a 900 °C. As amostras foram analisadas por microscopia óptica e difração de raio X, para avaliação das fases e microestruturas formadas, principalmente àquelas que tenham potencial de causar as falhas de equipamentos que utilizam este aço como material de base.

Palavras-chave: Aço inoxidável; AISI 310; Tratamento térmico; Microestrutura; Fases deletérias; Sensibilização.

MICROSTRUCTURAL EVALUATION OF THE AISI 310 STAINLESS STEEL AFTER HEATING TO DIFFERENT TEMPERATURES

Abstract

The AISI 310 austenitic stainless steels are commonly used in continuous or intermittent services in high temperature and oxidizing atmospheres. The usefulness of this alloy at high temperatures is due to its high corrosion resistance, high mechanical strength, resistance to creep and thermal fatigue, as well as high fracture toughness. However, the literature indicates the probability of occurrence of deleterious phases such as sigma phase (σ) and chromium carbides (Cr_xC_y). They may cause serious sensitization, due to nucleation of these phases in the grain boundaries, which is intensified for longer times and higher temperatures. This work aims to investigate the microstructural changes that may occur in the AISI 310 stainless steel when heat treated in ambient atmosphere for 1 hour at temperatures in the range of 500 to 900 °C. The samples were analyzed by optical microscopy and X-ray diffraction, for the evaluation of the phases and microstructures, especially those that have the potential to cause failure to equipment using this stainless steel as base material.

Keywords: Stainless steel; AISI 310; Heat treating; Microstructure; Deleterious phases; Sensitization

¹ *Tecnólogo, Graduação Tecnológica em Processos Metalúrgicos, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.*

² *Engenheiro Metalurgista, D.Sc., Docente, Graduação Tecnológica em Processos Metalúrgicos, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

³ *Engenheiro Metalurgista, D.Sc., Docente, Departamento de Engenharia Civil, Universidade Federal Fluminense, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

⁴ *Química, D.Sc., Docente, Graduação Tecnológica em Processos Metalúrgicos, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável austenítico AISI 310 é um material bastante demandado pelas indústrias de fabricação de caldeiras de vapor, de turbinas a gás, de motores turbojatos, de fundições, refinarias de petróleo e usinas fabricação de papel, entre outras. Isto se deve à notável resistência à oxidação e à corrosão, alta tenacidade, resistência ao amolecimento e à deformação à quente, assim como sua viabilidade para atuar em temperaturas elevadas. Estes aços podem ser aplicados em temperaturas acima de 1100°C em ambientes oxidantes e redutores, 1000°C em meios levemente sulfurosos e 900°C em presença de produtos sulfurosos [1]. Entretanto, o aquecimento destes aços a temperaturas menores, na faixa de 450 a 850 °C, costuma acarretar excessiva precipitação de carbonetos de cromo (Cr_xC_y) nos contornos de grão [2-3]. Nesta faixa de temperaturas, o aço pode tornar-se sensibilizado e suscetível a ataques de corrosão intergranular, devido à redução do teor de cromo em solução sólida perto dos contornos de grão [4].

O aço AISI 310 é uma liga austenítica, sendo passível de precipitação da fase sigma, em função do elevado teor de cromo, em torno de 24 a 25%. Os carbonetos de cromo também podem estar presentes, na forma de precipitados intergranulares. Seu efeito é melhorar a resistência à fluência [5], apesar de reduzirem a ductilidade, a tenacidade a baixas temperaturas e a resistência à corrosão. A fase Sigma (σ), por sua vez, além dos efeitos mencionados para os carbonetos, pode elevar a dureza [6-7]. A literatura [8-9] mostra que a precipitação da fase sigma é uma das principais causas da falha de aços inoxidáveis austeníticos usados em altas temperaturas. Em razão disto, é essencial e se faz necessário estudar a evolução da microestrutura destes aços quando são submetidos à faixa de temperaturas de 450 a 900°, para prever os possíveis danos estruturais nos equipamentos compostos por estes materiais.

Deste modo, o objetivo principal deste trabalho é investigar a evolução da microestrutura do aço inoxidável AISI 310 após tratamentos isotérmicos, a temperaturas que variam de 500 à 900°C, para estudar as fases deletérias formadas. Será realizado, especificamente, o tratamento térmico no aço inoxidável AISI 310 nas temperaturas de 500, 600, 700, 800 e 900°C, a fim de identificar e quantificar as fases presentes e correlacionar as microestruturas observadas na liga com as transformações ocorridas nos tratamentos térmicos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material

Nesta pesquisa foi utilizado o aço inox AISI 310, fornecido pela empresa Elinox Comercial e Distribuidora de Aço Inox LTDA, na forma de barras redondas de 3/8", laminadas conforme a norma ASTM A276. Para confirmar a composição química da liga, foi realizada análise por espectroscopia de emissão ótica em três pontos na mesma amostra (Figura 1a), utilizando o equipamento de modelo Foundry-Master Pro, da Oxford Instruments (Figura 1b).



Figura 1 - Análise da composição química da liga: (a) amostra utilizada; (b) equipamento utilizado para realização da espectrometria de emissão ótica

Para realização do tratamento térmico, foram preparadas 10 amostras de 2 cm de comprimento, conforme mostrado na Figura 2.

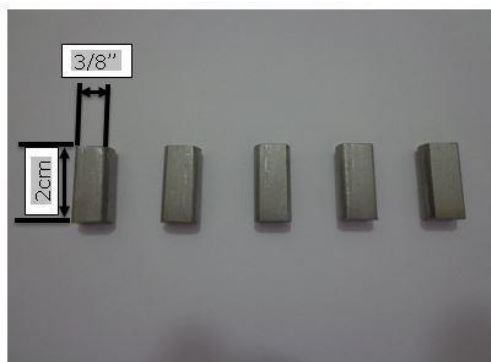


Figura 2 - Amostras preparadas para tratamento térmico

2.2 Métodos

2.2.1 Tratamento térmico

O tratamento térmico foi realizado em um forno de indução programável do fabricante Jung, equipamento disponível no Laboratório de Tecnologia Mineral (LTM) do DMM/PEMM/COPPE da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), conforme pode ser observado nas Figuras 3a e 3b. Foram tratadas duas amostras para cada temperatura.



Figura 3 - Forno de indução programável: (a) vista externa; (b) vista interna com amostras.

Considerando a inércia de aquecimento, foram estabelecidos diferentes tempos para o forno a partir da temperatura ambiente de 30°C, até a temperatura de tratamento térmico: 30 minutos para as amostras aquecidas até as temperaturas de 500, 600 e 700°C; 40 minutos para a temperatura de 800°C e 45 minutos para 900°C. Ao atingir cada uma destas temperaturas, as amostras permaneceram por período de 1h seguido de posterior resfriamento dentro do forno, de forma lenta e em patamar dividido em 5 etapas de temperaturas de resfriamento, conforme é descrito na Tabela 1.

Tabela 1 – Parâmetros para o tratamento térmico

| Amostras (Duplicatas) | Tempo para atingir a temperatura de tratamento (minutos) | Temperatura de tratamento (°C) | Tempo de permanência do tratamento (minutos) | Patamares de resfriamento sem controle de tempo (°C) |
|-----------------------|--|--------------------------------|--|--|
| A | 30 | 500 | 60 | 500 – 375 – 250 – 125 – 30 |
| B | 30 | 600 | 60 | 600 – 450 – 300 – 150 – 30 |
| C | 30 | 700 | 60 | 700 – 525 – 350 – 175 – 30 |
| D | 40 | 800 | 60 | 800 – 600 – 400 – 200 – 30 |
| E | 45 | 900 | 60 | 900 – 675 – 450 – 225 – 30 |

2.2.2 Difração de raio X

A análise da difração de raios X das amostras foi realizada no equipamento de modelo X' Pert Pro, da Panalytical (Figura 4), disponível no Laboratório de Cristalografia e de Difração de Raios X do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). As análises foram realizadas utilizando a radiação Cu-K α , com tensão de 40kV e corrente de 40 mA, no intervalo de varredura de 2 θ de 10° a 100°. O tempo de análise das amostras variou em torno de 50 a 60 minutos.



Figura 4 – Difratorômetro de raios X: (a) vista externa; (b) vista interna com as amostras.

2.2.3 Preparação Metalográfica

A preparação das amostras para o ensaio metalográfico foi realizada no laboratório do Instituto Senai de Tecnologia Solda (IST Solda), consistindo das etapas tradicionais de corte, embutimento a quente (em baquelite), lixamento, polimento e ataque eletrolítico.

O lixamento foi realizado em uma politriz semiautomática de modelo AutoMet 300, da Buehler, utilizando lixas de granulometria 120, 240, 320, 600, 800 e 1000 mesh. O polimento, por sua vez, foi realizado utilizando uma suspensão de diamante de 3 μm e de sílica coloidal, para acabamento. O tempo de polimento foi de 2 minutos com força de 24 libras e lubrificação com água destilada.

O ataque eletrolítico teve por objetivo revelar os contornos de grão e outras características microestruturais do material. Nesta técnica, um eletrólito fica em contato com a superfície da peça, enquanto é aplicado um determinado potencial anódico. A Figura 5 mostra o procedimento sendo aplicado. Foi empregada solução aquosa de ácido oxálico ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) a 10% como eletrólito. No potencial de ataque foram mantidas diferentes correntes anódicas no intervalo entre 2,30 e 2,37 A, com uma tensão de 8V durante um intervalo de tempo entre 40 e 60s. Durante o processo a superfície foi monitorada por microscopia óptica, de modo a evitar que o ataque excessivo.

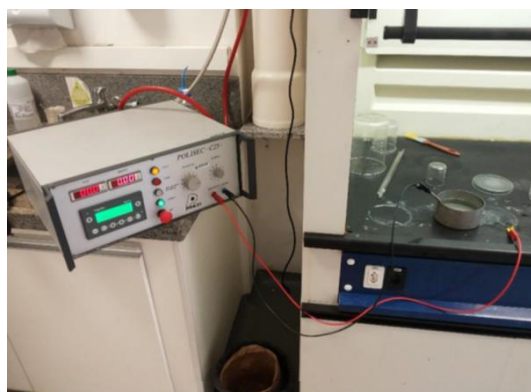


Figura 5 - Ataque eletrolítico

2.2.4 Microscopia óptica

As imagens metalográficas foram adquiridas com o equipamento da Olympus modelo GX51 (Figura 6), disponível no IST Solda, na magnificação de 1.000x.



Figura 6 - Microscópio óptico

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Análise da composição química

O resultado da análise da composição química é apresentado na Tabela 2. Os valores obtidos mostram que o material está de acordo com composição química da norma ASTM A 276, conforme a média apresentada na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição elementar do material (Aço inox AISI 310)

| Composição (%) | | | | | | |
|----------------|------|--------|--------|-------|------|------|
| C | Mn | P | S | Si | Cr | Ni |
| 0,0889 | 1,28 | 0,0369 | 0,0034 | 0,707 | 24,5 | 19,5 |

Fonte: Autores, 2018

3.2 Tratamento térmico

Observou-se que as amostras após tratamento térmico apresentavam colorações diferentes em função da temperatura de tratamento, conforme mostrado na Figura 7. Isto se deve à formação de camadas de filmes óxidos nas superfícies, fenômeno já observado por outros pesquisadores [10-11]. Os filmes formados na superfície dos aços inoxidáveis são normalmente compostos por Cr, Fe, Ni e O. A reação exotérmica de oxidação dos metais é favorecida em altas temperaturas devido à menor energia livre de Gibbs [12]. As colorações encontradas foram atribuídas às diferentes espessuras que se formaram na superfície do aço inox e são percebidas devido à interferência da luz refletida nas interfaces óxido/ar e metal/óxido. As cores encontradas são de acordo com as colorações citadas por [10-11], quais sejam: dourada (500°C), azul (600°C), bronze (700°C), marrom (800°C) e preto (900°C).



Figura 7 – Formação de óxidos na superfície das amostras tratadas termicamente

3.3 Difração de Raio X

Na Figura 8 são apresentados os difratogramas obtidos para a amostra padrão (sem tratamento, identificada como “Aço Natura”) e para as amostras tratadas termicamente, para as diferentes temperaturas de tratamento (identificadas por “Aço 500”, “Aço 600”, etc.). Qualitativamente, é possível perceber que a amostra padrão apresenta 100% de austenita, e que os tratamentos térmicos promoveram pequenas alterações nas fases presentes nas amostras, que serão descritas a seguir.

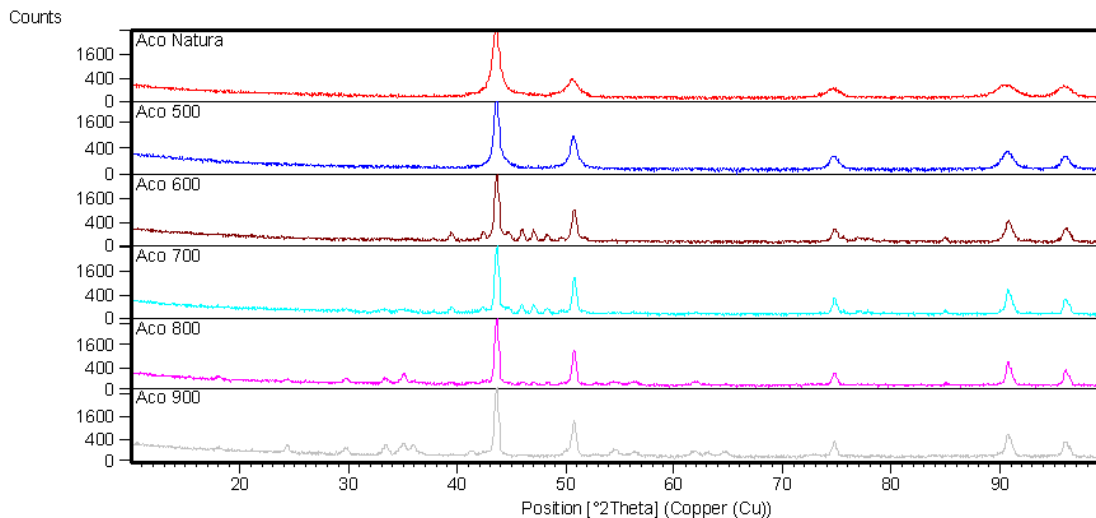


Figura 8 - Difratograma geral com ajuste pelo método de Rietveld

A Figura 9 apresenta o resultado do ajuste quantitativo obtido pelo método de Rietveld para a amostra padrão (como recebida). O eixo x (abscissas) é relativo ao ângulo de difração 2θ , enquanto o eixo y (ordenadas) é relativo à contagem de fótons de raios X, em unidades arbitrárias. São observadas 3 linhas. A linha azul representa o resultado experimental, a vermelha é a linha de referência ajustada pelo programa Topas para a austenita (γ), e a linha cinza é a diferença entre as linhas vermelha e azul. A análise confirmou que a amostra padrão (A) é composta de 100% de austenita.

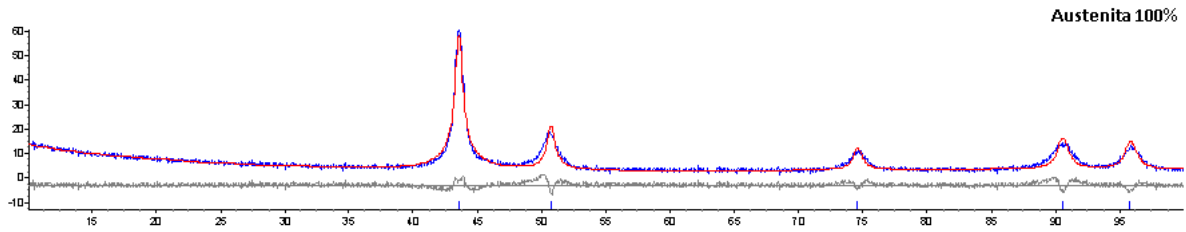


Figura 9 – Difratoograma com ajuste pelo método de Rietveld para a amostra padrão (A)

No ajuste do difratograma da amostra tratada a 500°C (amostra A), Figura 10, foi evidenciado que não ocorreu nenhum pico incomum ao aço inoxidável austenítico padrão, ou seja, este tratamento não provocou alteração nas fases do material.

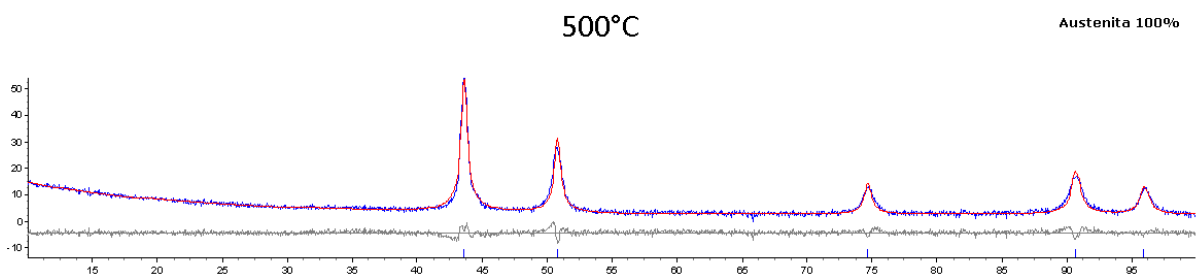


Figura 10 - Difratoograma com ajuste pelo método de Rietveld para a amostra tratada termicamente a 500°C (A)

No ajuste do difratograma da amostra tratada a 600°C, Figura 11, observa-se a presença da fase sigma (σ) no material que é composta por FeCr. O ajuste indica que o material apresenta 17,93% de fase sigma e 82,07% de austenita.

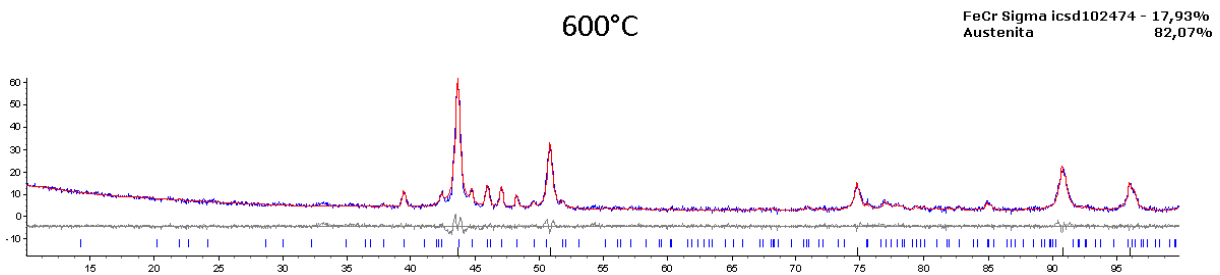


Figura 11 - Difratoograma com ajuste pelo método de Rietveld para a amostra tratada termicamente a 600°C (B)

No ajuste do difratograma da amostra tratada a 700°C, Figura 12, percebe-se que as fases se mantiveram conforme o difratograma da amostra de 600°C (Figura 11). Apesar disto, ocorreu uma leve alteração nos percentuais das fases obtidos, com 11,65% para a fase σ e 88,35% para a austenita.

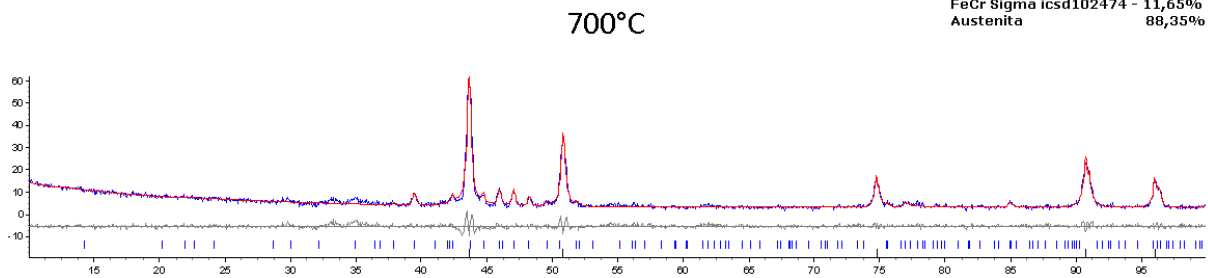


Figura 12 - Difratoograma com ajuste pelo método de Rietveld para a amostra tratada termicamente a 700°C (C)

Pelo ajuste do difratograma da amostra tratada a 800°C, Figura 13, identificou-se a presença da fase cromita de ferro (FeCr_2O_4), em um quantitativo de 16,22%. Já as fases σ e austenita apresentaram 2,57% e 81,21%, respectivamente.

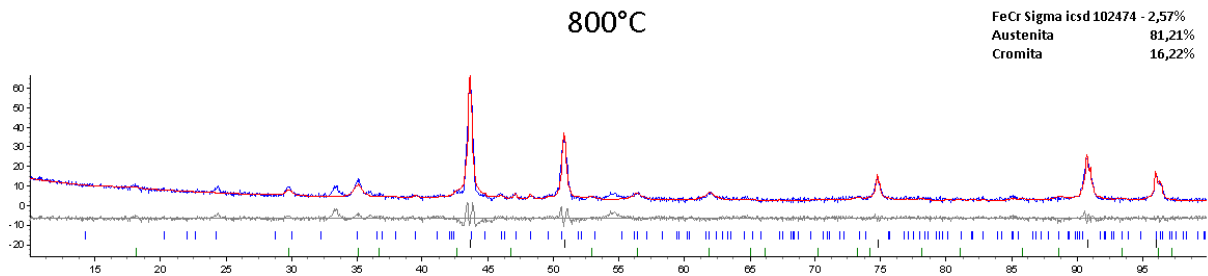


Figura 13 - Difratoograma com ajuste pelo método de Rietveld para a amostra tratada termicamente a 800°C (D)

No ajuste do difratograma da amostra tratada a 900°C, Figura 14, foi constatada a ausência da fase σ e o aparecimento da fase cromato de níquel (NiCrO_4), além das fases cromita e austenita já identificadas na microestrutura. Quantitativamente, as fases passaram a ter porcentagens de 67,24% para a austenita, 18,83% para a cromita, e 13,93% para o cromato de níquel (NiCrO_4).

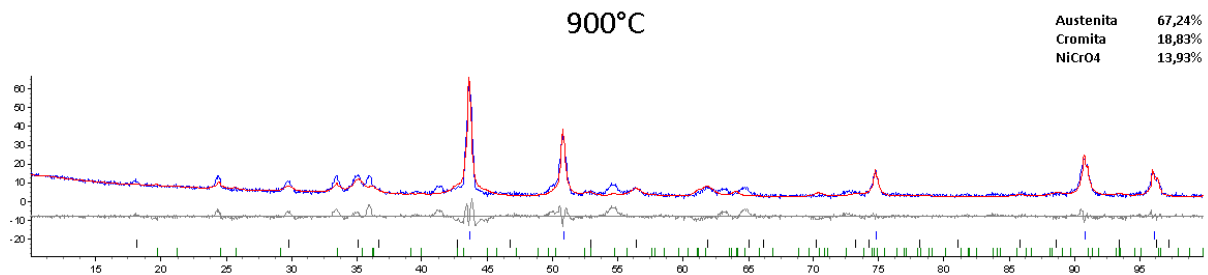


Figura 14 - Difratoograma com ajuste pelo método de Rietveld para a amostra 900°C

3.4 Microscopia Óptica

A Figura 15 apresenta as micrografias das amostras termicamente tratadas (Figuras 15b, 15c, 15d, 15e e 15f), que foram comparadas à amostra padrão sem tratamento térmico, Figura 15a.

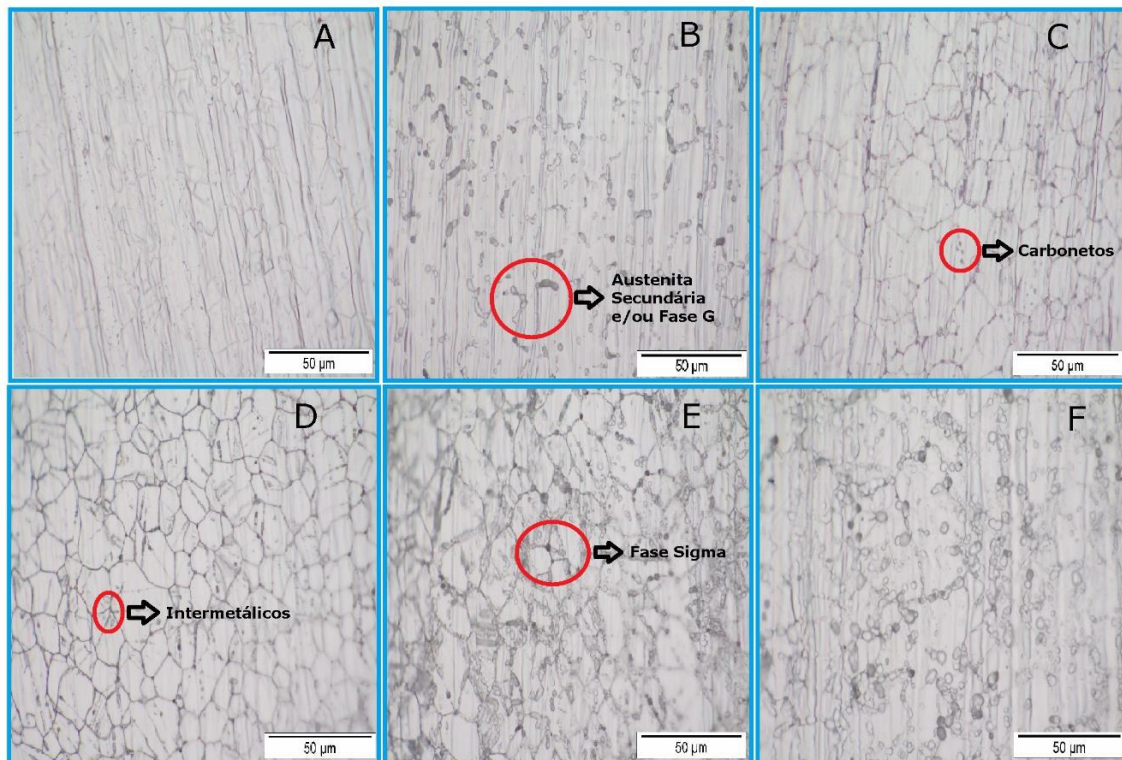


Figura 15 - Micrografias das amostras: (a) amostra padrão e amostras tratadas a (b) 500°C; (c) 600°C; (d) 700°C, (e) 800°C, (f) 900°C

A amostra padrão (Figura 15a) apresenta microestrutura típica da austenita de forma uniforme. É possível também perceber linhas de deformação causadas pelo processo de laminação durante a fabricação da peça.

A micrografia da amostra tratada termicamente a 500°C (Figura 15b) mostra que o material manteve sua microestrutura austenítica, porém, é possível observar, aparentemente, precipitados nos contornos de grão. Esses precipitados, conforme descrito em alguns trabalhos [13-14], podem ser oriundos de uma austenita secundária, também conhecida como fase G.

A micrografia da amostra após tratamento térmico a 600°C (Figura 15c), apresenta pequena quantidade de precipitados de tamanho pequeno nos contornos de grão. Este é, de fato, o local preferencial da precipitados (carbonetos, fase σ , nitretos, entre outros) [15-16].

Na micrografia da amostra após tratamento térmico a 700°C (Figura 15d), pode-se perceber um pequeno aumento na quantidade de precipitados, e o aparecimento de fases intermetálicas dentro do grão do material.

Na micrografia da amostra após tratamento térmico a 800°C (Figura 15e), foi identificado um aumento considerável da quantidade de precipitados nos contornos de grão. Em sua maioria, os precipitados se apresentam enfileirados (orientados), mas há outros presentes de forma agrupada. Ao analisar o comportamento geral dos precipitados, foi identificado que, aparentemente, estes têm preferência de se segregar no ponto tríplice dos grãos [15]. Comparativamente, com a amostra tratada a 700°C (Figura 15d), o nível de intermetálicos aumentou em quantidade e tamanho.

Na micrografia da amostra após tratamento térmico a 900°C (Figura 15f), é possível observar um crescimento significativo do tamanho dos precipitados dos contornos de grão e dentro do grão (intermetálicos), sendo importante destacar que a quantidade

de precipitados foi muito maior que no caso anterior, obtendo um contorno de grão praticamente tomado por estas fases.

3 CONCLUSÃO

No presente trabalho, foi realizada a avaliação microestrutural do aço inox AISI 310 após tratamento térmico em diferentes patamares de temperatura. Abaixo seguem as principais conclusões do trabalho:

1. A realização de tratamentos térmicos no aço inoxidável 310 possibilita a geração de óxidos superficiais, cuja formação é atribuída à oxidação do cromo, níquel e ferro presentes na liga. Quanto maior o tempo e a temperatura de tratamento térmico, mais propício é a formação de óxidos, de tonalidades cada vez mais escuras, pois maior se torna a sua espessura na superfície da liga.
2. Não ocorre mudança nas fases presentes mediante o aquecimento até a temperatura de 500°C, sendo esta liga formada por 100% de austenita. Ocorre, porém, pequena mudança microestrutural, devido à formação de austenita secundária ou fase G.
3. Com o aumento da temperatura de tratamento térmico (600°C a 900°C), maior se torna a quantidade de precipitados nos contornos de grão e de intermetálicos dentro dos grãos. Os precipitados que se formaram nas maiores temperaturas (800 e 900°C) também cresceram em tamanhos, chegando a preencher toda a estrutura de contornos de grão, segregando-se em fileiras ou em alguns pontos de forma agrupada.
4. A fase sigma (σ), que, segundo a literatura, é uma das fases mais prejudiciais à resistência da liga, apareceu na temperatura de 600°C e já não se mostrou na temperatura de 900°C, sendo totalmente dissolvida na austenita. As principais fases que foram identificadas no material, além da fase σ , foram a cromita de ferro (FeCr_2O_4 , espinélio) e o cromato de Níquel (NiCrO_4).

Agradecimentos

Os autores do presente trabalho agradecem à empresa Elinox Ltda. por fornecer as amostras de aço AISI 310; Ao DMM/PEMM/COPPE/UFRJ, por viabilizar os tratamentos térmicos; Ao IST Solda, por viabilizar a preparação metalográfica e as análises de microscopia óptica; Ao CBPF, por viabilizar as análises de difração de raios X; Ao pesquisador Dr. José Brant de Campos, por auxiliar na interpretação dos padrões de difração.

REFERÊNCIAS

- 1 Chiaverini V. Aços e ferros fundidos. 7ª ed. ampl. rev. São Paulo: Estúdio JI de artes gráficas. 1996.
- 2 Trillo EA, Murr LE. Effects of carbon content, deformation, and interfacial energetics on carbide precipitation and corrosion sensitization in 304 stainless steel. Acta Mater. 1998; 47(1):235-245.
- 3 Yae Kina A, Tavares SSM, Pardal JM, Souza JA. Microstructure and intergranular corrosion resistance evaluation of AISI 304 steel for high temperature service. Mater. Charact. 2008; 59(5):651-655.

- 4 Mayo EW. Predicting IGSCC/IGA susceptibility of Ni–Cr–Fe alloys by modeling of grain boundary chromium depletion. *Mater. Sci. Eng. A.* 1997; 252(1-2):129–139.
- 5 Shek CH, Li DJ, Wong KW, Lai JKL. Creep properties of aged stainless steels containing σ phase. *Mater. Sci. Eng. A.* 1999; 266: 30–36.
- 6 Nilsson JO, Kangas P, Karlsson T, Wilson A. Mechanical properties, microstructural stability and kinetics of σ phase formation in a 29Cr–6Ni–2Mo–0.38N superduplex stainless steel. *Metall. Mater. Trans. A.* 2000; 31(1):35–45.
- 7 Gunn RN. Duplex stainless steels-microstructure, properties and applications. Cambridge: Abington Publishing, 2003.
- 8 Brózda J, Madej J. Cracking of the mixing chamber caused by sigma phase precipitation in austenitic steel welded joints. *Eng. Fail. Anal.* 2008; 15(4):368-377.
- 9 Pandey RK. Failure analysis of styrene reactor tubes. *Eng. Fail. Anal.* 2006. 13(8):1314-1325.
- 10 Evans TE, Hart AC, Skedgell AE. Pitting corrosion resistance of coloured oxide films grown on stainless steel in sulphuric acid in the presence and absence of chromic acid. *T I Met. Finish.* 1973; 51:108.
- 11 Junqueira RMR, Andrade MS, Loureiro CRO, Bueno VTL. The chemical and mechanical characteristics of thermally aged interference thin films on stainless steel. *Surf. Coat. Tech.* 2009; 203(13):1908-1912.
- 12 Gentil V. Corrosão. 4ª. ed. Rio de Janeiro: Ed. LTC, 2003.
- 13 Kington AV, Noble FW. Effect of composition on the formation of sigma during single-pass welding of mo-bearing stainless steels. *J Mater. Sci. Technol.* 1995; 11:268-275.
- 14 Mateo A, Llanes L, Anglada M, Redjaimia A, Metauer G. Characterization of the intermetallic g-phase in an aisi 329 duplex stainless steel. *J. Mater. Sci.* 1997; 32:4533–4540.
- 15 Weiss B, Sticker R. Precipitate phases in type 316 austenitic stainless steel resulting from long-term high temperature service. *Metall. Trans. A.* 1972; 3:851.
- 16 Qiu C. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. *Steel Res.* 1973; 64: 618.