



# ESTUDO EXPLORATÓRIO DO GRAU DE SENSITIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL UNS S31803 ATRAVÉS DE TÉCNICA DE REATIVAÇÃO POTENCIODINÂMICA DE DUPLO LOOP<sup>1</sup>

Luara da Costa Morais<sup>2</sup> Daniella Caluscio dos Santos<sup>3</sup> Rodrigo Magnabosco<sup>4</sup>

#### Resumo

O objetivo deste trabalho compreende o estudo exploratório do grau de sensitização do aço UNS S31803 envelhecido a 800°C por ensaios de DL-EPR. Para isto, corpos-de-prova do aço em estudo foram solubilizados a 1.175°C e em seguida envelhecidos a 800°C entre 10 minutos e 72 horas, visando a formação de diferentes teores de sigma. As amostras envelhecidas deram origem a corpos-de-prova metalográficos para a caracterização microestrutural, que foi realizada utilizando-se técnicas de estereologia quantitativa e análise com ferritoscópio. Os ensaios de DL-EPR foram conduzidos em solução 0,5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 0,5M NaCl + 0,01M KSCN à 30°C, em amostras envelhecidas e se verificou que este possui forte dependência da microestrutura. Foi registrado aumento no grau de sensitização das amostras envelhecidas de sua diminuição caracterização das amostras envelhecidas de sua diminuição caracterização das afortes da formação de sigma.

Palavras-chave: Aço inoxidável dúplex; Fase sigma; Grau de sensitização; DL-EPR.

### EXPLORATORY STUDY OF THE DEGREE OF SENSITIZATION IN UNS S31803 STEEL AGED AT 800°C BY DOUBLE LOOP POTENTIODYNAMIC REACTIVATION TESTS

#### Abstract

The main purpose of this work is the exploratory study of the degree of sensitization of UNS S31803 aged at 800°C between 10 minutes and 72 hours, enabling the formation of the different sigma phase contents. The microstructural characterization of the samples was carried out by quantitative metallography and magnetic measurements. The DL-EPR tests were conducted 0,5 M  $H_2SO_4 + 0,5$  NaCl + 0,01 KSCN solution at 30°C in polished samples. The degree of sensitization were determined and it was strongly dependent on the microstructure. It was registered the increase of the degree of sensitization until 4 hour of ageing, followed by a decrease of this values for the samples aged between 4 and 72 hours, probably related to the chromium redistribution to the impoverished regions formed due to the sigma phase formation.

Key words: Duplex stainless steel; Sigma phase; Degree sensitization; DL - EPR.

- <sup>1</sup> Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>2</sup> Graduanda do Curso de Engenharia de Materiais no Centro Universitário da FEI, luaracmorais@yahoo.com.br
- <sup>3</sup> Mestre em Engenharia Mecânica pelo Centro Universitário da FEI, Prof<sup>a</sup>. Msc., Departamento de Engenharia de Materiais do Centro Universitário da FEI, dcaluscio@fei.edu.br
- <sup>4</sup> Doutor em Engenharia Metalúrgica pela Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Prof. Dr., Departamento de Engenharia de Materiais do Cento Universitário da FEI, rodrmagn@fei.edu.br



## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis dúplex são aços que contém em sua microestrutura duas fases, ferrita e austenita, em frações aproximadamente iguais.<sup>(1)</sup> Uma das principais vantagens da utilização da estrutura dúplex é que esta oferece o benefício de alta resistência à corrosão intergranular, corrosão por pite e corrosão sob-tensão além de excelentes propriedades mecânicas como boa tenacidade e ductilidade.<sup>(2)</sup> Estes aços são utilizados principalmente em aplicações industriais, como em indústrias químicas, óleo, poços, sistemas de incêndios, equipamentos para controle de poluição, indústrias de papel e celulose, dentre outras aplicações.<sup>(3)</sup>

Contudo, os aços inoxidáveis dúplex quando expostos a temperaturas entre 650°C e 950°C podem formar fases intermetálicas. As principais fases que podem se formar nestes materiais são sigma ( $\sigma$ ) e chi ( $\chi$ ), além de nitretos.<sup>(4)</sup> Segundo Nilsson<sup>(5)</sup> dentre estes precipitados a fase sigma é a mais importante, pois esta, por ser rica em cromo e molibdênio causa o empobrecimento destes elementos de liga nas regiões adjacentes a sua formação. Além disso, a formação de sigma possui grande influência no comportamento eletroquímico dos aços inoxidáveis dúplex.

Para o estudo do comportamento eletroquímico dos acos inoxidáveis utilizam-se técnicas eletroquímicas como ensaios de polarização largamente cíclica. potenciostática, potenciodinâmica, dentre outras. Porém as técnicas eletroquímicas convencionais, por serem destrutivas, necessitam de uma grande quantidade de material. Da necessidade de técnicas não destrutivas foi desenvolvido o ensaio de reativação potenciodinâmica de duplo loop (DL-EPR), desenvolvido por Majidi e Streicher<sup>(6)</sup> para acos inoxidáveis austeníticos. Esta técnica consiste na polarização do material a partir do potencial de circuito aberto até um potencial determinado no trecho passivo, e em seguida a direção de varredura é invertida, sendo a amostra polarizada com a mesma velocidade de varredura de volta ao potencial de circuito aberto. Dois máximos de densidade de corrente são gerados, um durante a ativação e outro na reativação. O grau de sensitização é obtido através da razão do máximo de densidade de corrente na reativação (ir) e o máximo de densidade de corrente na ativação (i<sub>a</sub>), sendo que quanto maior esta razão mais sensitizado encontra-se o material.<sup>(7)</sup>

Estudos têm sido realizados visando as ótimas condições do ensaio de DL-EPR em acos inoxidáveis dúplex. Chaves e Wolynec<sup>(8)</sup> investigaram a corrosão seletiva no aço UNS S31803 envelhecido a 650°C, 750°C e 850°C por tempos entre 0,5 horas e 10 horas. Através do ensaio DL-EPR, os autores testaram três diferentes eletrólitos a diferentes temperaturas, dentre elas uma solução 0,5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 0,5M NaCl + 0,5M KSCN, com velocidade de varredura utilizada de 1 mV/s. Segundo os autores o ensaio DL-EPR depende altamente da composição da solução utilizada, no caso desta solução foi registrado um máximo de densidade de corrente na reativação e ativação. mesmos autores utilizando outro na Entretanto, OS solucões  $2M H_2SO_4 + 0.5M NaCl + 0.5M KSCN ou C_2H_5NS$ , reportam que foram encontrados dois máximos de densidade de corrente na reativação. Segundo os autores estes máximos de densidade de corrente sugerem duas regiões distintas susceptíveis a corrosão seletiva. Comportamento similar de corrosão seletiva foi observado por Cristini et al.<sup>(9)</sup> em testes de DL-EPR com o objetivo de detectar a presença de fase sigma no aço UNS S31803 em solução 2M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 0,5M NaCl, porém estes ressaltam a presença de dois picos na ativação, sendo o primeiro, em potencial menos nobre, se refere a dissolução da fase ferrita e o segundo se refere a fase austenita.



Além disso, alguns autores mostram que o grau de sensitização do material tem relação direta com a microestrutura e, portanto com as transformações de fases que podem ocorrer durante o envelhecimento. Arikan e Doruk<sup>(10)</sup> mostraram que no aço inoxidável UNS S31803 os valores de ir/ia obtidos têm relação direta com a formação de sigma, para amostras envelhecidas a 1,67 horas e 5,27 horas o grau de sensitização obtido foi de  $3,3.10^{-4}$  e  $5,8.10^{-4}$  respectivamente, no qual foi pequeno comparado a amostra envelhecida por 16,67 minutos que apresentou um valor de 362.10<sup>-4</sup>. Segundo os autores quando se tem um menor empobrecimento em cromo caracterizado por formação de sigma somente na interface  $\alpha/\gamma$  há comportamento semelhante às amostras envelhecidas a 1,67 horas e 5,27 horas, que apresentaram um baixo valor de ir/i<sub>a</sub>. Porém, guando se tem formação de sigma nos contornos  $\alpha/\alpha$ e na interface  $\alpha/\gamma$  há aumento na razão i<sub>r</sub>/i<sub>a</sub>.

Gao et al.<sup>(11)</sup> ao reportar os dados obtidos da razão i<sub>r</sub>/i<sub>a</sub> por tempo de envelhecimento entre 30 minutos e 100 horas de amostras do aco LDX 2101 em solução 0,5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 0,5M NaCl + 0,01M KSCN, observaram que a razão é crescente até atingir um máximo, depois é seguida de um decréscimo. Segundo os autores este decréscimo de i<sub>r</sub>/i<sub>a</sub> para tempos maiores de envelhecimentos ocorre devido a redistribuição de cromo, resultando a diminuição do grau de sensitização.

O presente trabalho procura explorar o grau de sensitização do aço UNS S31803 envelhecido a 800°C pela da técnica de reativação potenciodinâmica de DL-EPR.

### 2 MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo foi adquirido como chapa de 3 mm de espessura, laminada a 1.100°C e resfriada por jato de ar e água forçado. A composição química do material é apresentada na Tabela 1.

Tapela 1. (	Jomposiçao	química (	% em massa	a) do aço Ur	v2 231803 em	estudo		
Cr	Ni	Мо	Mn	N	С	Si	Cu	Fe
22,48	5,74	3,20	1,42	0, 162	0, 018	0,35	0,15	Bal.

ño químico (0/ om mocoo) do coo LINE E21902 om

A partir do material como recebido, foi realizado tratamento térmico de solubilização a 1.175°C por 30 minutos, seguido de resfriamento em água buscando-se estrutura homogênea de ferrita e austenita. Em seguida foi conduzido o envelhecimento isotérmico das amostras por tempos entre 10 minutos e 72 horas a 800°C. O envelhecimento foi conduzido em forno tubular sob atmosfera de N<sub>2</sub> para se evitar oxidação excessiva, seguido de resfriamento em água.

As amostras envelhecidas tiveram todas as suas faces lixadas até a obtenção de superfície com o acabamento conferido por lixa de granulometria 100 mesh. Em seguida as amostras foram embutidas em resina fenólica de cura a quente (baquelite), gerando corpos-de-prova metalográficos que foram lixados até granulometria de 600 mesh, e em seguida foram polidos até 1 µm.

A superfície de observação dos corpos-de-prova corresponde à seção longitudinal da chapa, com relação à direção de laminação, com área exposta variando entre 0,4 cm<sup>2</sup> e 0,6 cm<sup>2</sup>.

Para a revelação da microestrutura foi utilizado o reativo Behara modificado, cuja composição é de 20 ml de ácido clorídrico (HCI), 80 ml de água destilada e deionizada; a esta solução de estoque foram adicionados 1 g de metabissulfito de potássio e 2 g de bifluoreto de amônio, e o ataque foi conduzido durante aproximadamente dois minutos de imersão. O ataque foi interrompido com água, e a



superfície de observação foi seca através da evaporação de álcool etílico, auxiliado por jato de ar quente. Para a identificação da fase sigma foi utilizado ataque eletrolítico seletivo com solução de 10% de hidróxido de potássio (KOH), a 2 Vcc de diferença de potencial durante 60 segundos.

Todas as amostras preparadas metalograficamente foram observadas no microscópio Leica DMLM do Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos do Centro Universitário da FEI (CDMatM – FEI).

A fração volumétrica de ferrita foi obtida com o auxílio de um ferritoscópio Fischer modelo MP30 do CDMatM – FEI, calibrado com auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Vinte medições foram realizadas em cada uma das séries das amostras. Já a fração volumétrica de sigma foi determinada por estereologia quantitativa: as amostras após ataque eletrolítico de KOH já descrito, foram submetidas a análise de imagens através do *software* Olympus AnalySis. Foram analisados 30 campos por amostras, colhidos aleatoriamente.

Com o auxílio do potenciostato Autolab20 do CDMatM - FEI, os ensaios DL-EPR foram realizados utilizando a solução 0,5M  $H_2SO_4$  + 0,5M NaCI + 0,01M KSCN. As soluções foram preparadas com reagente padrão analítico e água destilada e deionizada. O ensaio foi conduzido a 30°C, e foi utilizado o eletrodo de calomelano saturado (ECS) como eletrodo de referência; como contra eletrodo uma barra de platina com área exposta pelo menos 3 vezes maior que a do eletrodo de trabalho, constituído pelas amostras polidas, com acabamento final propiciado por diamante de granulometria de 1  $\mu$ m. Após o polimento, as amostras foram lavadas com água e secas com álcool etílico e jato de ar quente.

A polarização foi iniciada no potencial de circuito aberto após 3 minutos de imersão, com uma velocidade de 1,67 mV/s. O sentido de varredura foi revertido em 300 mV (potencial onde o material ainda se encontrava passivo), sendo o ensaio encerrado quando o potencial atingiu o potencial de circuito aberto incialmente medido. Ao final da polarização os corpos-de-prova foram lavados e secos com álcool etílico e jato de ar quente, e posteriormente foram observados por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura. Os ensaios foram repetidos três vezes para cada amostra, e a temperatura de ensaio foi mantida em  $(30 \pm 2)^{\circ}$ C.

#### 3 RESULTADOS

Na Figura 1 tem-se a micrografia da amostra solubilizada, a fase clara corresponde a austenita enquanto a fase escura corresponde a ferrita.



Figura 1. Micrografia da amostra solubilizada. Ataque Behara modificado.





Na Figura 2 têm-se as micrografias das amostras envelhecidas. Observa-se (Figura 2) a presença de austenita (clara), ferrita (escura) e sigma (branca). Nas Figuras 2c a 2f é possível observar a morfologia lamelar da fase sigma.



**Figura 2.** Micrografias das amostras após envelhecimento isotérmico a 800°C. Ataque Behara modificado. Austenita (clara), ferrita (escura) e sigma (branca). Amostras envelhecidas: (a) 10 min; (b) 1 hora; (c) 4 horas; (d) 6 horas; (e) 12 horas; e (f) 72 horas.

A caracterização quantitativa da microestrutura segue apresentada na Figura 3. Observa-se o aumento da fração volumétrica de sigma e a diminuição da fase ferrita (Figura 3b) em função do tempo de envelhecimento. A amostra solubilizada contém  $55,55 \pm 2,52\%$  de ferrita e  $45,45 \pm 2,52\%$  de austenita.



ISSN 1516-392X



Figura 3. (a) Fração de sigma; e (b) ferrita em função do tempo de envelhecimento.

As curvas típicas geradas no ensaio DL-EPR são apresentadas na Figura 4. Na Figura 4a tem-se a curva típica para amostras solubilizada, enquanto nas Figuras 4b e 4c apresentam-se as curvas típicas para amostras envelhecidas até 4 horas e de 6 horas a 72 horas, respectivamente.



**Figura 4**. Curvas típicas de DL – EPR em solução  $0.5 H_2SO_4 + 0.5 NaCl + 0.01 KSCN$ . (a) amostra solubilizada; (b) envelhecidas até 4 horas; e (c) envelhecidas de 6 horas a 72 horas.

Na Figura 5 têm-se os resultados da razão  $i_r/i_a$ , (determinada inicialmente nos maiores valores de densidade de corrente obtidos na ativação e na reversão) em função do tempo de envelhecimento. Nestas, nota-se que inicialmente há um crescimento no valor da razão até atingir um máximo em 4 horas de envelhecimento, seguido de um decréscimo na razão  $i_r/i_a$ .



ISSN 1516-392X



Figura 5. Grau de sensitização (i<sub>r</sub>/i<sub>a</sub>) por tempo de envelhecimento a 800°C.

Após ensaio de DL-EPR foi feita a análise da superfície ensaiada por microscopia óptica (Figuras 6 e 7). Para amostras solubilizada, 12 horas e 72 horas de envelhecimento, foram obtidas também imagens de elétrons secundários (Figura 8). Em todas as figuras (6,7 e 8) nota-se que houve dissolução preferencial de umas das fases.



Figura 6. Amostras após ensaio DL – EPR. (a) solubilizada; (b) 10 min; (c) 1 hora; e (d) 4 horas.



ISSN 1516-392X



Figura 7. Amostras após ensaio DL – EPR.: (a) 6 horas; (b) 12 horas; e (c) 72 horas.



Figura 8. Imagens de eletróns secundários (SEI) das amostras (a) solubilizada; (b) 12 horas de envelhecimento; e (c) 72 horas de envelhecimento.





## 4 DISCUSSÃO

Mediante os dados apresentados nas Figuras 2b e 2c referente às amostras envelhecidas durante 10 minutos e 1 hora, percebe-se que a fase sigma forma-se incialmente nos contornos de grão ferrita/ferrita e na interface ferrita/austenita. Já nas Figuras 2d a 2g com tempo de envelhecimento entre 4 horas e 72 horas, nota-se que o crescimento de sigma ocorre preferencialmente para o interior da ferrita. Evidências de que o crescimento de sigma ocorre através do consumo da fase ferrita podem ser notadas na Figura 9, onde se observa um aumento na fração de sigma com o tempo de envelhecimento, paralelamente à diminuição de ferrita. Este comportamento está de acordo com trabalhos de outros autores.<sup>(12)</sup> Além disso, percebe-se a morfologia lamelar da fase sigma por decomposição eutetóide da ferrita, como discutido em trabalhos anteriores.<sup>(12)</sup> Para isto, seria necessário estudo específico para a determinação dos mecanismos de formação de sigma a 800°C, o que foge do escopo desta contribuição. Na Figura 8 nota-se ainda que nem toda a ferrita foi consumida.



Figura 9. Fração volumétrica das fases (%) em função do tempo de envelhecimento.

Analisando as curvas de DL-EPR (Figura 4) esperava-se um crescimento no valor da razão  $i_r/i_a$  para o aumento do tempo de envelhecimento. Porém na Figura 5, nota-se que há um aumento na relação  $i_r/i_a$  até 4 horas de envelhecimento, sendo que após esse tempo ocorre uma diminuição desta relação. O decréscimo observado no grau de sensitização sugere a ocorrência de possível redistribuição de cromo, de regiões ricas em cromo para as empobrecidas neste elemento pela formação de sigma. Esta redistribuição também é sugerida por Gao<sup>(10)</sup> que obteve o mesmo comportamento em seu trabalho.

Além disso, para amostra solubilizada esperava-se um grau de sensitização menor em relação às amostras envelhecidas.<sup>(8,11)</sup> Porém o comportamento observado foi oposto ao citado. Provavelmente as condições (tempo e/ou temperatura) do tratamento de solubilização podem não ter sido suficientes para que as fases ferrita e austenita atingissem suas frações volumétricas de equilíbrio na temperatura de solubilização; levando a reequilíbrio entre as fases ferrita e austenita nos instantes iniciais de envelhecimento, e assim estas fases ferrita e austenita, ditas de reequilíbrio, podem não apresentar composições similares à ferrita e austenita originais, provocando diferentes comportamentos eletroquímicos, conforme sugerido por Santos e Magnabosco.<sup>(12)</sup>



Na Figura 8a, que apresenta imagem de elétrons retroespalhados da amostra solubilizada após ensaio de DL-EPR, é possível observar que há corrosão seletiva preferencial nos contornos  $\alpha/\alpha$ , que provavelmente ocorre devido à presenca de regiões empobrecidas próximas ao contorno de grão, confirmando as afirmações anteriores. Nota-se ainda nas demais imagens de elétrons secundários (Figuras 8b e 8c) corrosão intensa ao redor dos grãos de austenita. Isto pode ocorrer, pois, de acordo com alguns autores,<sup>(13)</sup> a difusão de cromo na ferrita a 800°C é cerca de 166 vezes maior que na austenita. Desta forma, a difusão de cromo para a formação sigma a partir da ferrita é mais fácil em relação à austenita, gerando a formação de maiores áreas empobrecidas na primeira fase. Tal fenômeno pode estar relacionado ao knife-edge attack comumente observado na zona termicamente afetada dos acos inoxidáveis austeníticos (Figura 8b e 8c). Não se pode descartar ainda a hipótese de este tipo de corrosão estar relacionado à dissolução da austenita de reequilíbrio, formada a partir da ferrita após a solubilização do material. Por ser oriunda da ferrita, esta fase seria pobre em nitrogênio e, portanto, apresentaria-se menos resistente à corrosão se comparada a austenita original.

O comportamento eletroquímico das amostras mostra a tendência de formação de dois máximos de densidade de corrente na ativação, os quais podem ser observados na Figura 4 para amostras envelhecidas até 6 horas. Isto sugere que cada um dos máximos de densidade de corrente observado são relacionados à dissolução preferencial, em soluções contendo cloretos, de cada uma das fases do aço dúplex, ferrita e austenita, como apontado anteriormente nos trabalhos de Magnabosco, Santos e Mélo.<sup>(14)</sup>

Nota-se ainda que para amostras envelhecidas a 12 horas e 72 horas (Figura 4c) há somente um máximo de densidade de corrente. Tal comportamento pode ser explicado, pois, sabendo que com o aumento do tempo de envelhecimento, há uma diminuição na fração de ferrita, o máximo de densidade de corrente ( $i_{a1}$ , assim chamado, pois corresponde ao primeiro máximo de densidade de corrente registrado na ativação) relativo à dissolução desta fase também diminuiria, fazendo com que este não se mostre tão evidente. Desta forma, o máximo de densidade que ocorre num potencial mais elevado ( $i_{a2}$ ) sugere a dissolução da austenita, o que condiz com trabalhos de outros autores.<sup>(9,14)</sup>

Se cada máximo de densidade de corrente registrado nas curvas de DL-EPR se referem à dissolução de ferrita ( $i_{a1}$ ) e austenita ( $i_{a2}$ ), como citado anteriormente, estes devem ser analisados mais cuidadosamente. Para amostras envelhecidas até 6 horas registra-se a presença de máximos de ativação ( $i_{a1}$  e  $i_{a2}$ ) similares aos apresentados na Figura 10, que corresponde à curva de DL-EPR referente à amostra envelhecida por 4 horas a 800°C. Relacionando-se valores de  $i_{a1}$  e  $i_{a2}$  a  $i_r$  é obtido o gráfico da Figura 11. Na Figura 11 é apresentada a variação de  $i_r/i_{a1}$  e  $i_r/i_{a2}$  com o tempo de envelhecimento.

Ao observar a variação de i<sub>r</sub>/i<sub>a1</sub> referente ao máximo de dissolução da ferrita, nota-se que a razão aumenta até 4 horas, seguida de queda, como discutido anteriormente, confirmando a hipótese do aumento de regiões empobrecidas em cromo e a possível redistribuição deste elemento das áreas mais ricas para as regiões empobrecidas, diminuindo o grau de sensitização das amostras. Confirma-se também que a amostra solubilizada apresenta um grau de sensitização bastante superior em relação às envelhecidas



ISSN 1516-392X







**Figura 11.** Variação de ir/ia por tempo de envelhecimento. (a) ir/ia1 referente ao pico de dissolução da ferrita; e (b) ir/a2 referente ao pico de dissolução da austenita.

Já quando é analisada a razão i<sub>r</sub>/i<sub>a2</sub>, referente ao máximo de dissolução da austenita, observa-se mais uma vez que há crescimento até 4 horas seguido de queda. Porém se comparada com a variação de i<sub>r</sub>/i<sub>a1</sub>, percebe-se que a razão i<sub>r</sub>/i<sub>a2</sub> apresenta um menor grau de sensitização. Pois, como discutido anteriormente a área sensitizada da austenita é menor comparada a ferrita, e sabendo que a densidade de corrente é dada em A/cm<sup>2</sup>, observa-se que para uma menor área tem-se um valor maior de densidade de corrente, resultando em uma relação i<sub>r</sub>/i<sub>a</sub> menor (Figura 11). Além disso, nota-se que a recuperação do grau de sensitização na ferrita é mais rápida, se considerado desvio padrão. Esta velocidade maior de recuperação é explicada pelo fato da redistribuição de cromo ser mais fácil na ferrita, visto que o coeficiente de difusão de cromo na ferrita é maior comparado a austenita.

A análise da superfície das amostras após ensaio de DL–EPR (Figuras 6 e 7) mostram que houve dissolução seletiva de fases em tempos de envelhecimento entre 4 horas e 72 horas (Figuras 6d a 6f), suportando a hipótese de empobrecimento em cromo destas regiões. O mesmo comportamento pode ser observado nas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (Figura 7).

Diante desses dados, o método de análise de i<sub>r</sub>/i<sub>a</sub> determinado a partir máximo de densidade de corrente como proposto por Majidi e Streicher<sup>(9)</sup> para os aços inoxidáveis austeníticos pode ser utilizado para a determinação do grau de sensitização dos aços inoxidáveis dúplex. Entretanto, na avaliação do grau de sensitização de aços multifásicos, o comportamento eletroquímico destes deve ser avaliado com cautela, já que podem ser encontrados máximos de densidade de corrente no ensaio de DL-EPR característicos das diferentes fases presentes no material.





## **5 CONCLUSÕES**

A caracterização microestrutural do aço UNS S31803, envelhecido entre 10 minutos e 72 horas a 800°C, indica que a formação de sigma ocorre preferencialmente a partir da ferrita. O comportamento eletroquímico deste aço em solução  $0,5M H_2SO_4 + 0,5 NaCl + 0,01 KSCN$  em ensaio DL-EPR, possui grande dependência da microestrutura, já que foi observado aumento do grau de sensitização das amostras envelhecidas até 4 horas, seguido de sua diminuição até 72 horas de envelhecimento. Provavelmente esta diminuição está relacionada a redistribuição de cromo da austenita e ferrita originais para regiões adjacentes à formação de sigma, que se encontram empobrecidas neste elemento.

### Agradecimentos

Ao Programa de Iniciação Científica, Didática e de Ações Sociais de Extensão (PBIC) pela concessão da bolsa de iniciação científica, e à Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) pelo patrocínio na participação no evento.

## REFERÊNCIAS

- 1 SEDRIKS, A. J. Corrosion of Stainless Steels. 2 ed., Wiley, 1996.
- 2 CHARLES, J.; CHEMELLHE, P. The history of duplex developments, nowadays DSS properties and duplex market future trends. In: 8<sup>th</sup> Duplex Stainless Steels conference, Beaune, França, 2010.
- 3 LILJAS, M; SJOHOLM, F. Applications. In: Duplex Stainless Steels. Hoboken NJ. 2009. p.403-422.
- 4 PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L. Phase Transformation and Microstructure. In: Duplex Stainless Steels. Hoboken NJ. 2009. p.115-139.
- 5 NILSSON, J.O. Super Duplex Stainless Steel. Materials Science and Technology, v.8, p. 685-700. ago. 1992.
- 6 MAJIDI, A. P.; STREICHER, M. A. The double loop reactivation method for detecting sensitization in AISI 304 stainless steels. Corrosion. v. 40, n. 11, p.584 593, 1984.
- 7 WOLYNEC, STEPHAN Técnicas eletroquímicas em corrosão Editora da Universidade de São Paulo. 1ª ed, 2003
- 8 CHAVES, R.; WOLYNEC, S. Investigação da corrosão seletiva do aço inoxidável dúplex UNS S31803 por meio de ensaios de reativação potenciocinética de ciclo duplo. In: Congresso anual da ABM, 58., 2003.
- 9 CRIŠTINI et al. Detection of Sigma Phase in 22% Cr Duplex Stainless Steels by Electrochemical Methods. Russian Journal of Electrochemistry, v.46, n.10, 2010, p.1168 – 1175.
- 10 ARIKAN, M. E.; DORUK, M. Determination of Susceptibility to Intergranular Corrosion of UNS S31803 Type Duplex Stainless Steels by Eletrochemical Reactivation Method. Turkish J. Eng. Env. Sci. v.32, p.323 355, 2008.
- 11 GAO, J. et al. Investigation of selective corrosion resistance of aged lean duplex stainless steel 2101 by non-destructive electrochemical techniques. Electrochimica Acta. 2009
- 12 SANTOS, D. C.; MAGNABOSCO, R. Influência da formação de sigma no potencial de pite do aço inoxidável dúplex UNS S31803 em solução 0,5M NaCl envelhecido a 850 e 900°C. In: Congresso anual da ABM, 65, 2012. Anais
- 13 SANTOS, D. C.. Estudo da formação de sigma e sua influência no potencial de pite em solução 0,6M cloreto de sódio do aço UNS S31803 envelhecido a 850°C e 900°C. 2010. Dissertação. (Mestrado em Engenharia Mecânica). Centro Universitário da FEI, São Bernardo do Campo, 205p.
- 14 MAGNABOSCO, R.; SANTOS, D. C.; MÉLO, E. B. Relation between microstructure and selective corrosion of duplex stainless steels submmited to heat hydrochloric acid. In: Eurocorr, França. 2009