



UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE  
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA  
PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

Dissertação de  
Mestrado

**“ANÁLISE MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E  
ELETROQUÍMICA DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO  
316L NAS FORMAS DE CHAPA E TUBO SOLDADO POR TIG  
AUTÓGENO.”**

**ALUNA: ERICA MARCELINO FREITAS DE SOUZA  
SILVA.**

**ORIENTADOR: PROF. Dr. GLAUCIO SOARES DA  
FONSECA**

**VOLTA REDONDA, 2020**



UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE-UFF  
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA  
EEIMVR

PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

**ERICA MARCELINO FREITAS DE SOUZA SILVA**

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E ELETROQUÍMICA DO AIA 316L NAS FORMAS DE  
CHAPA E TUBO SOLDADO POR TIG AUTÓGENO**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense (Volta Redonda), como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica. Linha de pesquisa: Materiais Metálicos. Área de concentração: Processamento e Caracterização de Materiais.

**ORIENTADOR: PROF. Dr. GLAUCIO SOARES DA FONSECA**

Volta Redonda, 2020

**ERICA MARCELINO FREITAS DE SOUZA SILVA**

**ANÁLISE MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E ELETROQUÍMICA DO AIA 316L NAS FORMAS DE  
CHAPA E TUBO SOLDADO POR TIG AUTÓGENO**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense (Volta Redonda), como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica. Linha de pesquisa: Materiais Metálicos. Área de concentração: Processamento e Caracterização de Materiais.

BANCA EXAMINADORA 13/03/2020



---

Prof. Glaucio Soares da Fonseca, Dr. – Orientador  
EEIMVR - UFF – Universidade Federal Fluminense



---

Prof. Eivelton Alves Ferreira, Dr.  
ICEX - UFF – Universidade Federal Fluminense



---

Prof. Sandro Rosa Corrêa, Dr. UniFOA – Centro Universitário  
de Volta Redonda

ERICA MARCELINO FREITAS DE SOUZA SILVA

ANÁLISE MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E ELETROQUÍMICA DO AIA 316L NAS FORMAS DE  
CHAPA E TUBO SOLDADO POR TIG AUTÓGENO

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense (Volta Redonda), como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica. Linha de pesquisa: Materiais Metálicos. Área de concentração: Processamento e Caracterização de Materiais.

Ficha catalográfica automática - SDC/BEM  
Gerada com informações fornecidas pelo autor

S719a Souza silva, Erica Marcelino Freitas de  
Análise microestrutural, mecânica e eletroquímica do aia  
316l nas formas de chapa e tubo soldado por tig autógeno /  
Erica Marcelino Freitas de Souza silva ; Glaucio Soares da  
Fonseca, orientador. Volta Redonda, 2020.  
93 f. : il.

Dissertação (mestrado)-Universidade Federal Fluminense,  
Volta Redonda, 2020.

DOI: <http://dx.doi.org/10.22409/PPGEM.2020.m.11462281710>

1. Dissertação de Mestrado. 2. Aço Inoxidável  
Austenítico 316L. 3. Soldagem. 4. Produção intelectual. I.  
Fonseca, Glaucio Soares da, orientador. II. Universidade  
Federal Fluminense. Escola de Engenharia Industrial e  
Metalúrgica de Volta Redonda. III. Título.

CDD -

Bibliotecário responsável: Sandra Lopes Coelho - CRB7/3389

## AGRADECIMENTOS

Ao soberano Deus por me conceder a oportunidade de alcançar tão importante objetivo, dirijo meus primeiros agradecimentos. Agradeço por toda força e determinação que ELE me permitiu ter e que me trouxeram até aqui.

Ao meu marido Wagner de Oliveira Silva, figura importantíssima nessa longa jornada agradeço por todo apoio, amor e segurança.

Aos meus pais Eurides da Silva Freitas, Maria dos Remédios de Freitas (In memória) e Jorge de Freitas (in Memória), agradeço por todas as preces dirigidas a Deus em meu favor e por todo amor e credibilidade que sempre depositaram em minha capacidade de alcançar meus objetivos.

A todos aqueles que contribuíram para o bom andamento deste trabalho: Célio de Jesus Marcelo, pessoa que em todo o tempo esteve presente no meu desenvolvimento, ajudando e contribuindo para o meu aprendizado; Bonifácio de Oliveira Fialho e Gianne Moreira da Silva muito solícitos em todas as vezes que precisei; Ao professor Elivelton Alves Ferreira, por todo auxílio e atenção prestados. E ao meu professor e orientador Glaucio Soares da Fonseca, dirijo meu cordial agradecimento por toda a crucial orientação que me preparou e me tornou capaz de concluir minha pesquisa.

*“Os que se encantam com a prática sem a ciência são como os timoneiros que entram no navio sem timão nem bússola, nunca tendo certeza do seu destino”. (Leonardo da Vinci)*

## RESUMO

Aços Inoxidáveis Austeníticos (AIA) possuem alta resistência à corrosão devido a sua elevada quantidade de cromo e níquel. Por não possuírem transição Dúctil-Frágil, sua aplicação é empregada desde temperaturas criogênicas até altas temperaturas e tem excelente soldabilidade proveniente da baixa concentração de carbono. A soldagem é o principal processo industrial de união de metais, contudo processos de soldagem afetam mecânica, térmica e metalurgicamente a solda e regiões vizinhas a esta, podendo ocorrer nestes locais, alterações na microestrutura e na composição química da solda. Neste trabalho o AIA 316L nas formas de chapa e tubo, foi soldado pelo processo TIG autógeno. As chapas soldadas do 316L foram expostas a um ambiente de extrema agressividade com o objetivo de avaliar a suscetibilidade da liga à corrosão intergranular. Como método de avaliação, foi utilizado o método Reativação Eletroquímica Potenciodinâmica de Duplo Circuito (DL-EPR) que é empregado para mensurar o grau de sensitização do material, mediante a exposição do mesmo a uma solução corrosiva sob aplicação de um dado potencial. A caracterização microestrutural antes e após o teste de corrosão, foi realizada através de Microscopia Ótica, Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva. Os resultados mostraram que o 316L se manteve resistente ao ataque intergranular mesmo em um ambiente de extrema agressividade, porém os grãos austeníticos da Zona Fundida (ZF) e Zona Termicamente Afetada (ZTA) sofreram corrosão galvânica devido à diferença de potencial eletroquímico entre sua composição química e a composição da ferrita- $\delta$ . Os tubos de 316L foram submetidos a ensaio de tração com velocidade de 2 mm/min, a fim de avaliar o Limite de Resistência a Tração (LRT) atingido pelas amostras. A análise da solda dos tubos consistiu em correlacionar a quantidade de ferrita delta presente na microestrutura da solda com o LRT e tipo de fratura apresentada pelas amostras após o ensaio de tração. De acordo com os resultados obtidos, existe uma relação direta entre fração volumétrica de ferrita delta e LRT, pois as amostras com maiores quantidades dessa fase, obtiveram maiores valores dessa propriedade. Há igualmente uma ligação direta entre a quantidade de ferrita delta com o tipo de fratura ocorrida. Amostras com quantidade de ferrita inferior a 6%, apresentaram fratura parcial ou completamente frágil, caracterizada pela ausência de *dimples* (microcavidades).

Palavras-chave: Aço Inoxidável Austenítico; Soldagem; Microestrutura; Resistência à Corrosão; Ferrita delta; Propriedades Mecânicas.

## ABSTRACT

Austenitic Stainless Steels (AIA) possess a high corrosion resistance due to their high content of chromium and nickel. As they did not have any Ductile-Brittle transition, their applications are widely used from cryogenic to high temperatures. Your excellent weldability comes from the low carbon content. Welding is the main industrial process of joining metals, nevertheless, welding processes affect mechanical, thermal and metallurgically the weld and their surrounding areas, could happening in this areas, microstructure and chemical composition weld changes on. In this work the AIA 316L in plate and tube form was welded by the autogenous TIG process. The 316L welded plates were exposed to an extremely aggressive environment in order to evaluate the susceptibility of the alloy to intergranular corrosion. As an evaluation method, Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation Method (DL-EPR) was used to measure the degree of sensitization of the material by exposing it to a corrosive solution under application of a given potential. The microstructural characterization before and after the corrosion test was performed by optical microscopy, scanning electron microscopy and dispersive energy spectroscopy. The results showed that 316L remained resistant to intergranular attack even in an extremely aggressive environment, but the austenitic grain of Molten Zone (ZM) and Heat Affected (HAZ) undergo galvanic corrosion due to the electrochemical potential difference between your chemical composition and the delta ferrite composition. The 316L tubes were submitted to a 2 mm / min speed tensile test in order to evaluate the Tensile Strength (ST) reached by the samples. The analysis of pipe welds consisted of correlating the amount of delta ferrite present in the weld microstructure with the ST and the type of fracture presented by them after the tensile test. According to the results obtained, there is a direct relationship between volumetric fraction of delta ferrite and LRT, since samples with larger quantities of this phase obtained higher values of this property. There is also a correlation between the amount of delta ferrite with the type of fracture that has occurred. Samples with ferrite content lower than 6% presented partial or completely fragile fracture, characterized by the absence of dimples (microcavities).

Keywords: Austenitic stainless steel; Welding; Microstructure; Corrosion resistance; Delta ferrite; Mechanical properties.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>16</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>18</b>
2.1 Aços Inoxidáveis.....	18
2.2 Tipos de Aços Inoxidáveis .....	18
<b>2.2.1 Aços Inoxidáveis Martensíticos .....</b>	<b>18</b>
<b>2.2.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos .....</b>	<b>19</b>
<b>2.2.3 Aços Inoxidáveis Duplex .....</b>	<b>19</b>
<b>2.2.4 Aços Inoxidáveis Austeníticos .....</b>	<b>19</b>
2.2.4.1 Constituição e Metalurgia Física dos Aços Inoxidáveis Austeníticos .....	20
2.2.4.2 Metalurgia de Soldagem dos Aços Inoxidáveis Austeníticos.....	21
2.2.4.3 Modo de Solidificação da Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Austeníticos .....	23
2.2.4.4 Solidificação da Ferrita Primária .....	24
2.3 Resistência à Corrosão do Aços Inoxidáveis.....	26
2.4 Corrosão .....	27
<b>2.4.1 Formas de Corrosão .....</b>	<b>28</b>
2.4.1.1 Corrosão Intergranular.....	28
2.4.1.2 Sensitização dos Aços Inoxidáveis austeníticos .....	29
2.4.1.3 Corrosão Galvânica .....	30
2.4.1.4 Corrosão por pites .....	30
2.4.1.5 Corrosão sob tensão (CST).....	31
2.4.1.6 Corrosão por quebra de hidrogênio.....	32
2.4.1.7 Corrosão microbiologicamente influenciada (CMI) .....	32
2.5 Técnicas De Caracterização Eletroquímica Para Detecção De CIG .....	32
2.6 Processo de Soldagem a Arco com Proteção de Gás Argônio (GTAW) ou (TIG). .....	34
2.7 Aporte Térmico.....	34
<b>2.7.1 A influência do Aporte Térmico na Resistência a Corrosão Intergranular.....</b>	<b>35</b>
2.8 Ensaio de Tração.....	35
2.9 Tipos de Fratura .....	36
<b>2.9.1 Fratura dúctil.....</b>	<b>36</b>
<b>2.9.2 Fratura frágil.....</b>	<b>37</b>
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>39</b>
3.1 Materiais.....	39
3.2 Métodos .....	40
<i>Figura 9: Fluxograma dos processos realizados no AIA 316L nas formas de chapa e tubo. .</i>	<i>40</i>
<b>3.2.1 Métodos Realizados no 316L em Forma de Chapa .....</b>	<b>40</b>
3.2.1.1. Soldagem dos corpos de prova .....	41
3.2.1.2. Caracterização Microestrutural.....	43
3.2.1.3. Teste DL-EPR e Análise da CIG.....	44
3.2.1.4. Microdureza Vickers .....	45
3.2.1.5. Modo de Solidificação dos Aços Inoxidáveis Austeníticos e Quantificação da ferrita- $\delta$ . 45	
<b>3.2.2. Métodos Utilizados no 316L em forma de Tubo.....</b>	<b>46</b>
3.2.2.1. Soldagem dos Tubos de 316L .....	47



3.2.2.2.	<i>Caracterização Microestrutural</i> .....	49
3.2.2.3.	<i>Ensaio de Tração</i> .....	49
<b>4.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>52</b>
4.1.	Caracterização Microestrutural do 316L na forma de chapa .....	52
4.2.	Modo de Solidificação da microestrutura da solda do 316L.....	57
4.3.	Quantificação da Ferrita- $\delta$ .....	59
4.4.	Morfologia da Ferrita Delta.....	61
4.5.	Microdureza Vickers das amostras soldadas.....	62
4.6.	Teste DL-EPR e Análise da CIG.....	64
4.7.	Caracterização Microestrutural do Tubo de 316L.....	78
4.8.	Quantificação e Morfologia da ferrita- $\delta$ .....	80
4.9.	Ensaio de tração.....	81
4.10.	Análise da Superfície de Fratura .....	84
<b>5.</b>	<b>CONCLUSÃO</b> .....	<b>88</b>
<b>6.</b>	<b>REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>90</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama pseudo-binário com 70% de ferro [17].	21
Figura 2 – Diagrama de Schaeffler modificado [18]	23
Figura 3 – Diagrama pseudo-binário do sistema ternário Fe-Cr-Ni a 70% Fe, mostrando os modos solidificação A: totalmente austenítico, AF: austenítico-ferrítico, FA: ferrítico-austenítico e F: totalmente ferrítico [29].	25
Figura 4 – Representação esquemática de modos de solidificação em soldas de aço inoxidável austenítico mostrando as morfologias das fases [22].	25
Figura 5 – Exemplo de um aço inoxidável austenítico do tipo 316Ti com diferentes graus de corrosão intergranular [9].	29
Figura 6 – Esquema representativo apresentando os picos densidade de corrente de ativação (I <sub>a</sub> ) e densidade de corrente de reativação (I <sub>r</sub> ) medidos durante o teste DLEPR.	33
Figura 7 – Fractografia da superfície de fratura Dúctil, caracterizada pela presença de dimples [52].	37
Figura 8 – Fractografia da superfície de fratura Frágil com rompimento na direção dos planos de clivagem [51].	38
Figura 9: Fluxograma dos processos realizados no AIA 316L nas formas de chapa e tubo....	40
Figura 10: Equipamento de soldagem MigPulse 4001 DP da Eutectic Castolin Fonte: EUTECTIC (2017).	42
Figura 11 – Chapa posicionada para soldagem com distância de trabalho de trabalho igual a 2mm.	42
Figura 12– Medida do espaçamento dendrítico secundário realizada na chapa do 316L estudado	44
Figura 13 – Potenciostato utilizado no teste DL-EPR.	44
Figura 14 – Diagrama Welding Research Council (WRC) utilizado para prever o modo de solidificação e quantidade de ferrita delta [61].	46
Figura 15- Ilustração esquemática do local de corte do tubo para análise das soldas.	47
Figura 16 – Tubo 316L antes e após processo de soldagem.	48
Figura 17 – Tubo 316L completamente danificado pelo processo de soldagem com aporte térmico de 0,3 KJ/mm.	49
Figura 18 – Geometria do corpo de prova para ensaio de tração segundo norma ASTM E8/8M 13a.	50
Figura 19– Máquina Universal de tração Instron Série 23 EMIC.	51
Figura 20 – Corpos de prova confeccionados: (a) CP formado na parede do tubo antes do corte, (b) CP do material na condição como recebido extraído da parede do tubo e (c) CPs do material soldado extraídos da parede do tubo.	51
Figura 21– Microestrutura do MB da amostra S316LSCR evidenciando grãos austeníticos, maclas de recozimento e bandas de ferrita delta.	52
Figura 22– MB das amostras soldadas, atacado com Reagente Beraha modificado, apresentando as mesmas características da S316LCR.	53
Figura 23– Micrografia do 316L das áreas da solda: MB, ZTA e ZF. (a) S316L04 (b) S316L08 e (c) S316L16.	54
Figura 24 – Microestrutura $\gamma / \delta$ da ZF da amostra S316L04 evidenciando presença de $\delta$ em morfologia Lathy e pequeno espaçamento dendrítico secundário.	56
Figura 25– Microestrutura $\gamma / \delta$ da ZF da amostra S316L08 evidenciando presença de $\delta$ em morfologia transiente entre Lathy e Esquelética com apreciável aumento do espaçamento secundário.	56

Figura 26– Microestrutura $\gamma/\delta$ da ZF da amostra S316L16 evidenciando presença de $\delta$ em morfologia Esquelética com evidente aumento do espaçamento secundário com o aumento do aporte térmico. ....	57
Figura 27– Diagrama WRC mostrando o modo de solidificação do 316L soldado por TIG Autógeno [58]. ....	58
Figura 28– Diagrama de Schaeffler mostrando a microestrutura final do 316L composta por austenita e ferrita delta após solidificação. ....	58
Figura 29 – Técnica MEV/EDS do núcleo da dendrita ferrítica apontando média de 20,1%± 2,1 em peso de Cromo e baixa contagem de Níquel. ....	59
Figura 30 – VV de Ferrita- $\delta$ da área da solda das amostras mostrando redução da quantidade de ferrita delta com o aumento do aporte térmico. ....	61
Figura 31 Perfil de dureza das amostras soldadas. ....	64
Figura 32– Curva típica do DL-EPR do material como recebido. ....	65
Figura 33 – Curva típica do DL-EPR das amostras soldadas. ....	65
Figura 34– Micrografia da amostra S316LCR antes do teste DL-EPR, evidenciando grãos austeníticos, presença de ferrita delta nos contornos de grãos e maclas de recozimento. ....	66
Figura 35– Micrografia da ZF da amostra S316L04 antes do teste DL-EPR apresentando integridade das fases austenita e ferrita delta. ....	67
Figura 36– Micrografia da ZF da amostra S316L08 antes do teste DL-EPR apresentando integridade das fases austenita e ferrita delta. ....	67
Figura 37– Micrografia da ZF da amostra S316L16 antes do teste DL-EPR apresentando integridade das fases austenita e ferrita delta. ....	68
Figura 38 – Micrografia da ZTA da amostra S316L04 antes do teste DL-EPR apresentando integridade da microestrutura. ....	68
Figura 39– Micrografia da ZTA da amostra S316L08 antes do teste DL-EPR apresentando integridade da microestrutura. ....	69
Figura 40– Micrografia da ZTA da amostra S316L16 antes do teste DL-EPR apresentando integridade da microestrutura. ....	69
Figura 41– Micrografia do MB da amostra S316LCR após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva. ....	70
Figura 42– Micrografia da amostra S316L04 após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva no MB e corrosão uniforme no grão austenítico na região da solda. ....	70
Figura 43– Micrografia da amostra S316L08 após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva no MB e corrosão uniforme no grão austenítico na região da solda. ....	71
Figura 44– Micrografia da amostra S316L16 após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva no MB e corrosão uniforme no grão austenítico na região da solda. ....	71
Figura 45– Micrografia da ZF da amostra S316L04 após teste DL-EPR apresentando corrosão uniforme no grão austenítico e integridade da fase ferrita delta. ....	72
Figura 46– Micrografia da ZF da amostra S316L08 após teste DL-EPR apresentando corrosão uniforme no grão austenítico e integridade da fase ferrita delta. ....	72
Figura 47– Micrografia da ZF da amostra S316L16 após teste DL-EPR apresentando corrosão uniforme no grão austenítico e integridade da fase ferrita delta. ....	73
Figura 48– MEV/EDS da amostra como recebida após teste DL-EPR. ....	73
Figura 49– Região 1: $\gamma$ e $\delta$ esquelética conservadas e Região 2: $\gamma$ corroída pela solução e $\delta$ esquelética resistente. ....	74
Figura 50– Espectro da técnica MEV/EDS realizada na Dendrita Ferrítica, evidenciando os elementos Fe, Cr, Ni e Mo. ....	75
Figura 51– Espectro da técnica MEV/EDS realizada na fase austenita, evidenciando os elementos Fe, Cr, Ni e Mo. ....	75
Figura 52– Detalhe dos braços das dendritas de $\delta$ sem evidências de precipitados. ....	76

Figura 53– Micrografia da amostra S316LCR evidenciando grãos austeníticos poligonais, maclas de recozimento e presença de ferrita delta.....	78
Figura 54– Micrografia da amostra S316LS1 evidenciando ZF dendrítica.....	79
Figura 55– Micrografia da amostra S316LS2 evidenciando ZF dendrítica, MB e uma área de crescimento de grãos.....	79
Figura 56– Amostra S316LS1 apresentando morfologia transiente entre Lathy e Esquelética. ....	81
Figura 57– Amostra S316LS2 apresentando morfologia transiente, com morfologia Esquelética um pouco mais acentuada, exibindo alguns ramos com espaçamento secundário entre seus braços. ....	81
Figura 58– Diagrama Tensão x Deformação: (a) S316LCR, (b) S316LS1, e (c) S316LS2. ....	82
Figura 61– Gráfico comparativo entre as três condições aplicadas.....	83
Figura 60– Fractografia da amostra S316LCR apresentando superfície de fratura dúctil.....	84
Figura 61– Fractografia da amostra S316LS1 apresentando superfície de fratura transiente entre dúctil e frágil.....	85
Figura 62– Fractografia da amostra S316LS2 apresentando superfície de fratura frágil. ....	85

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 – Composição Química do Aço Inoxidável Austenítico 316L. ....	39
Tabela 2 – Parâmetros de Soldagem TIG Autógeno .....	42
Tabela 3 – Soluções utilizadas para ataque eletroquímico.....	43
Tabela 4 – Parâmetros de Soldagem TIG Autógeno .....	48
Tabela 5– Espaçamento Dendrítico Secundário .....	55
Tabela 6– Análise da Composição da Dendrita .....	59
Tabela 7- Valor de DOS pelo teste DL-EPR para a amostra S316LCR e amostras soldadas por TIG autógeno.....	65
Tabela 8 – Análise da Composição da amostra S316L16 após teste DL-EPR .....	73

**LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

°C	graus Celsius
°F	graus Fahrenheit
A	modo de solidificação totalmente austenítico ou Ampères (unidade de corrente elétrica)
AF	modo de solidificação austenítico-ferrítico
AIA	aços inoxidáveis austeníticos
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano de Ferro e Aço)
Al	alumínio
ASME	<i>American Society of Mechanical Engineers</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
Br	bromo
C	carbono
CCC	estrutura cristalina Cúbica de Corpo Centrado
CFC	estrutura cristalina Cúbica de Face Centrada
CIG	corrosão intergranular
Cl	cloro
CMI	corrosão microbiologicamente influenciada
Co	cobalto
CP	corpo de Prova
Cr	cromo
CST	corrosão sob tensão
Cu	cobre
DL-EPR	<i>Double Loop EPR</i> (Reativação Eletroquímica Potenciodinâmica de Duplo Circuito)
DOS	Grau de Sensitização
EEIMVR	Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda
EN	<i>European Norm</i>

etc.	<i>et cetera</i>
F	modo de solidificação totalmente ferrítico
FA	modo de solidificação ferrítico-austenítico
Fe	ferro
GTAW	<i>Gas Tunsten Arc Welding</i> (Soldagem a Arco com Proteção Gasosa e Eletrodo de Tungstênio)
H	hidrogênio
HAZ	<i>Heat Affected Zone</i>
HV	índice de dureza Vickers
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
K	Kelvin (unidade térmica) ou Potássio (elemento químico)
kJ	quilojoules
L	litros
LE	limite de escoamento
LRT	limite de resistência à tração
M	elemento metálico
MB	Metal Base
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MEV/EDS	Microscopia Eletrônica de Varredura/Espectroscopia de Energia Dispersiva
MIG	<i>Metal Inert Gas</i>
min	minutos
ml	mililitros
mm	milímetros
Mn	manganês
MO	Microscópio Ótico
Mo	molibdênio
MPa	megapascal
MS	Metal de Solda

mVs-1	Milivolts por segundo
N	nitrogênio
Na	sódio
Nb	nióbio
Ni	níquel
O	oxigênio
P	fósforo
S	enxofre
s	segundos
Si	silício
ST	<i>Tensile Strength</i>
Ti	titânio
TIG	<i>Tungsten Inert Gas</i>
V	vanádio (elemento químico) ou Volts (unidade de tensão elétrica)
W	tungstênio
WRC	<i>Welding Research Council</i>
WTH-2	tungstênio Toriádo
ZF	Zona Fundida
ZM	<i>Molten Zone</i>
ZTA	Zona Termicamente Afetada
µm	micrômetros



## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA) foram desenvolvidos para serviço sob ambas: leves e severas condições corrosivas, nos quais são geralmente bem-sucedidos. Também são usados em temperaturas criogênicas, onde exibem alta tenacidade, e em elevadas temperaturas, acima de 875K, exibem boa resistência à oxidação. Várias classes de aços inoxidáveis austeníticos têm sido desenvolvidas onde as mais conhecidas são as ligas da série AISI 300, nomenclatura adotada pelo Instituto Americano de Ferro e Aço, em inglês, *American Iron and Steel Institute* (AISI). Estas ligas contêm tipicamente de 8-20% Ni e de 16-25% Cr, com ligeiras adições de Si (1% máximo) como desoxidante; 0,02 - 0,08% C como estabilizador de austenita, e 1,5% de Mn [1].

Para muitas aplicações de fabricação, a soldagem é um requisito de *design*, porém, ainda que soldáveis por quase todos os processos disponíveis no mercado, uma vez que possuem bom comportamento quando submetidos a esse processo, precauções precisam ser tomadas para que a solda dos AIA seja realizada com qualidade e garantia de sucesso. Uma das implicações da soldagem destes materiais, é que dependendo da composição química, eles podem solidificar com uma estrutura contendo alguma ferrita retida à temperatura ambiente [1]. Que em quantidades elevadas, levaria à problemas de fragilização da microestrutura e aparecimento de fases deletérias, porém em quantidades adequadas traz benefícios, pois nas operações de soldagem, é bem conhecida a necessidade de certa quantidade da ferrita- $\delta$  nos depósitos de soldas dos AIA, para se evitarem as trincas de solidificação [2], sendo este, um sério problema associado à soldagem dessas ligas, pois pode levar à falhas.

A solda pode experimentar todas as formas clássicas de corrosão, mas são particularmente suscetíveis àquelas causadas por variações na microestrutura e composição, como corrosão intergranular, corrosão galvânica, *pitting*, corrosão sob tensão, quebra por hidrogênio e corrosão microbiologicamente influenciada. Todas essas formas devem ser consideradas ao projetar estruturas soldadas [3].

A corrosão intergranular (CIG) em aços inoxidáveis tem sido um dos assuntos mais extensivamente estudados, uma vez que ela resulta em severa perda de resistência à corrosão, força e ductilidade dos aços inoxidáveis. Ela é conhecida por ser induzida por diferença de potencial eletroquímico entre a matriz e zonas empobrecidas de cromo, que são desenvolvidas por formação de carbonetos de cromo nos contornos de grãos [4] em que o material do contorno de grãos de área limitada, que atua como ânodo, está em contato com uma grande área de grãos que atuam como cátodo [5]. A exposição desses materiais à faixa de temperatura entre 500-

950°C, durante a soldagem [6], leva à precipitação de carbonetos ricos em cromo, do tipo  $M_{23}C_6$ , nos contornos de grãos e formação de regiões empobrecidas de cromo, adjacentes a estes carbonetos, afetando mecânica, térmica e metalurgicamente, e em geral de uma forma intensa, a solda e regiões vizinhas a esta. Aços Inoxidáveis com regiões empobrecidas contendo menos de 12-13% de cromo, sofrerão sensitização e, portanto, irão sofrer corrosão intergranular [7]

O aço inoxidável austenítico do tipo 316L é um dos mais utilizados aços inoxidáveis devido a sua favorável ductilidade e em geral elevada resistência à corrosão. Extensivos estudos têm sido feitos para avaliar a resistência à corrosão intergranular desta liga e de outros AIA, por meio do método Reativação Eletroquímica Potenciodinâmica de Duplo Circuito (DL-EPR). Qin et al., 2017 [8], investigou a resistência a corrosão intergranular do AIA 304L. Pardo et al., 2007 [9], estudando as ligas de aço inoxidáveis 316Ti e 321, avaliou a suscetibilidade das ligas à corrosão intergranular. Wasnik et al., 2002 [7], analisou a resistência à sensitização e corrosão intergranular das ligas 316L e 304. Assim como Mudali et al., [10], examinou as ligas 304LN e 316LN para avaliar a sua resistência a corrosão intergranular. Em seu estudo Raja e Rao, 1991 [11] avaliaram a resistência à corrosão intergranular do AIA 316. Note que em todos esses trabalhos a mesma solução de 0,5 M  $H_2SO_4$  + 0,01 M KSCN foi utilizada como solução corrosiva. Já De Tietra e Oscar [12] que tiveram seu trabalho publicado em 2013, utilizaram a solução de 1N  $H_2SO_4$  + 0,5 N NaCl para estudar o comportamento corrosivo do aço 316L soldado pelo processo MIG. Também Gosh, 2011, [13] estudando o 304L utilizou 5N  $H_2SO_4$  + 0,5 N NaCl como solução corrosiva. Como pode ser visto, muitos estudos foram desenvolvidos para avaliar a suscetibilidade dos aços inoxidáveis à sensitização e corrosão intergranular, porém uma vasta quantidade utilizou a mesma solução e dois deles utilizaram uma solução um pouco mais agressiva, contudo nenhum deles utilizou solução de extrema agressividade para tal avaliação do 316L. Neste sentido, a fim de potencializar essa discussão, a presente dissertação se propõe a avaliar, por meio do DL-EPR, a suscetibilidade da liga 316L, soldada por TIG autógeno, à corrosão intergranular, expondo-a a um ambiente de extrema agressividade, utilizando a solução 2M  $H_2SO_4$  + 1,5M HCl, analisando a microestrutura da solda, bem como analisando pontualmente o comportamento das fases presentes na mesma.

O estudo feito no 316L em forma de tubo se direcionou em avaliar a influência do aporte térmico na quantidade de ferrita delta retida na microestrutura da solda e correlaciona-la com o Limite de Resistência a Tração (obtido por ensaio de tração) e o tipo de fratura apresentada pelas amostras.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Aços Inoxidáveis

Aços inoxidáveis constituem um grupo de aços de alta liga baseados nos sistemas Fe-Cr, Fe-Cr-C e Fe-Cr-Ni. Para ser inoxidáveis, esses aços devem conter o mínimo de 10,5% em massa de cromo. Esse nível de cromo da liga leva a formação de um filme óxido passivante na superfície que previne a oxidação e corrosão na estrutura do metal sob ambientes em condições corrosivas. Deve-se apontar também que muitos dos aços com 12% de cromo ou até mesmo aqueles com maior quantidade, exibirão ferrugem quando expostos em condições ambientes. Isso porque uma certa quantidade de cromo é envolvida por carbonetos e outros componentes, reduzindo a quantidade de cromo da matriz abaixo do nível necessário para a continuidade do óxido protetor. Meios corrosivos que atacam e removem o filme óxido passivo causam corrosão dos aços inoxidáveis. A corrosão toma muitas formas, incluindo pitting, corrosão por frestas, e ataque intergranular, Essas formas de corrosão são influenciadas por ambiente corrosivos e condição metalúrgica dos materiais [14].

### 2.2 Tipos de Aços Inoxidáveis

Diferente dos outros sistemas de materiais, que usualmente são classificados pela composição, os aços inoxidáveis são categorizados baseado na fase metalúrgica (ou fase) que é predominante. As três possíveis fases nos aços inoxidáveis são martensita, ferrita e austenita. O Sistema Americano de Ferro e Aço – *American Iron and Steel Institute* (AISI) usa um sistema com três números, as vezes seguidos de letras, para designar aços inoxidáveis: por exemplo, 304, 304L, 410 e 430. Um modo de identificar alguns aços inoxidáveis é utilizando propriedades magnéticas. Os tipos austeníticos são essencialmente não magnéticos. Uma pequena quantidade de ferrita residual ou trabalho a frio deve introduzir uma rápida condição ferromagnética, porém menos do que em materiais magnéticos. Os tipos ferríticos e martensíticos são ferromagnéticos.

#### 2.2.1 Aços Inoxidáveis Martensíticos

Ao contrário dos outros aços inoxidáveis, os tipos martensíticos podem ser revenidos e temperados para fornecer alta resistência à tração, força e dureza. No entanto, esses aços geralmente possuem baixa resistência à corrosão por causa das limitações no teor de cromo e

níquel [1]. A composição química tem que ser cuidadosamente verificada para se obter um equilíbrio adequado de elementos de liga e, portanto, ter principalmente uma estrutura martensítica após o revenido. Cadeias de ferrita e austenita retida, devem ser especialmente, limitadas [15].

### ***2.2.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos***

O aço inoxidável ferrítico é um aço inoxidável livre de níquel ou um aço inoxidável contendo apenas uma pequena quantidade de níquel, com uma matriz de ferrita ( $\alpha$ -Fe), estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) e contendo de 11% -30% de cromo. Estes são mais baratos em comparação com o aços inoxidáveis austeníticos, e possuem alguns desempenhos ruins como baixa tenacidade à temperatura ambiente e temperaturas baixas, são sensível à corrosão intergranular e com pobre soldagem [16].

### ***2.2.3 Aços Inoxidáveis Duplex***

Estes aços contêm aproximadamente 50% de austenita e 50% de ferrita, levando vantagem das desejáveis propriedades de cada fase. Por esta razão são caracterizados por superior tenacidade, em comparação com o aço inoxidável totalmente ferrítico e excelente resistência à corrosão. O equilíbrio entre ferrita e austenita é alcançado ajustando as quantidades de Cr (18-26% em peso), Ni (5-6% em peso), Mo (1,5-4% em peso) e nitrogênio [17].

### ***2.2.4 Aços Inoxidáveis Austeníticos***

Aços inoxidáveis austeníticos têm propriedades notáveis que claramente os diferenciam de todas as outras categorias de aço. A estrutura austenítica e a presença de níquel e cromo melhoram a resistência à corrosão desses aços, particularmente em ambientes de ligeira oxidação ou redução. Por esta razão, é necessário apontar um certo número de conceitos sobre a sua constituição, estrutura e utilização [18], que por sinal é extremamente vasta: utensílios domésticos, equipamentos de comunicação, transporte, indústria alimentícias, equipamentos industriais, química e engenharia de energia, temperaturas criogênicas e indústria da construção são alguns dos meios em que esses aços podem ser confiavelmente aplicados [17]. Os austeníticos desfrutam dessa ampla gama de aplicação por causa da boa resistência à corrosão e ao impacto, apreciável resistência e ductilidade à baixa temperatura, e soldabilidade única. A alta taxa de endurecimento sem fragilidade e a ductilidade no estado recozido permitem que os

mesmos sejam aplicados em operações em ambientes severos [18-19], assim como sua boa resistência ao impacto em baixa temperatura, os torna particularmente úteis para aplicações criogênicas. Equivalentes aos aços macios, sua resistência é de aproximadamente 210 Mpa, possuem mínimo limite de escoamento à temperatura ambiente e não são endurecíveis por precipitação. A resistência à tração aumenta grandemente à baixas temperaturas. A altas temperaturas, o limite de escoamento e o limite de resistência à tração diminuem.

#### 2.2.4.1 Constituição e Metalurgia Física dos Aços Inoxidáveis Austeníticos

AIA são formados e processados termomecanicamente com uma microestrutura primariamente austenítica. Porém dependendo do balanço dos elementos promotores de ferrita e austenita, a microestrutura forjada ou fundida poderá ser completamente austenítica ( $\gamma$ ) ou uma mistura entre ferrita e austenita ( $\gamma+\alpha$  ou  $\delta$ ). Onde ( $\gamma$ ) se refere à estrutura Cúbica de Face Centrada (CFC) e  $\alpha$  ou  $\delta$  à Cúbica de Corpo Centrado (CCC) à temperatura de tratamento de solução usualmente acima de 1000°C [17]. A ferrita resulta da segregação de seus elementos promotores (principalmente o cromo) durante solidificação, e processo termomecânico. Apesar de não ser considerada deletéria na maioria das aplicações, a sua presença, em considerável quantidade, em microestruturas forjadas, pode reduzir a ductilidade e potencialmente a tenacidade. Podem também serem sítios preferenciais para precipitações de carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  e fase sigma, que se torna o agente fragilizador dos AIA [14]. Por outro lado, Leone e Kerr, 1982, dizem que a presença da fase ferrita dentro da matriz austenítica de muitos aços inoxidáveis austeníticos forjados bem como soldadas, que exibem estrutura duplex (austenítica-ferrítica), desempenha um papel benéfico na prevenção de trincas a quente [20].

O comportamento de transformação dos AIA pode ser descrito usando o diagrama pseudo-binário com 70% de ferro e 30% de cromo, como mostra a Figura 1. Note que a solidificação primária dos AIA pode ocorrer tanto como ferrita como por austenita. A demarcação entre a solidificação dessas duas fases está a aproximadamente 18Cr-12Ni no sistema ternário. À altas quantidades de cromo, a solidificação ocorre como ferrita delta e a baixas quantidades, ela ocorre como austenita. Observe que há uma pequena região triangular dentro do campo de temperatura de solidificação onde austenita, ferrita e líquido coexistem. Ligas que solidificam como austenita primária, à esquerda dessa região triangular são estáveis como austenita após resfriamento à temperatura ambiente. Contudo, quando ligas solidificam como ferrita elas podem ser tanto completamente ferríticas ou consistir em uma mistura de ferrita e austenita ao final da solidificação. Destaca-se que por causa da inclinação da ferrita e

austenita na linha *sólidus*, a maioria ou toda ferrita se transforma em austenita sob condições de equilíbrio de resfriamento, como pode ser visto para a liga nominal 20Cr-10Ni onde a estrutura se torna completamente austenítica após resfriamento a 1000°C (1830°F). Para condições de resfriamento rápido, experimentadas por exemplo, durante a soldagem, essa transformação é suprimida e alguma ferrita permanecerá na microestrutura [14]. Fato que na verdade é conhecido ser benéfico, pois Brooks e Thompson, 1991 [1], Leone e Kerr, 1982 [20] e Takalo et. al [21] afirmam que a composição de ligas que exibem alguma ferrita retida nos depósitos de solda, são muito menos susceptíveis à trincas de solidificação do que ligas que não a retêm.

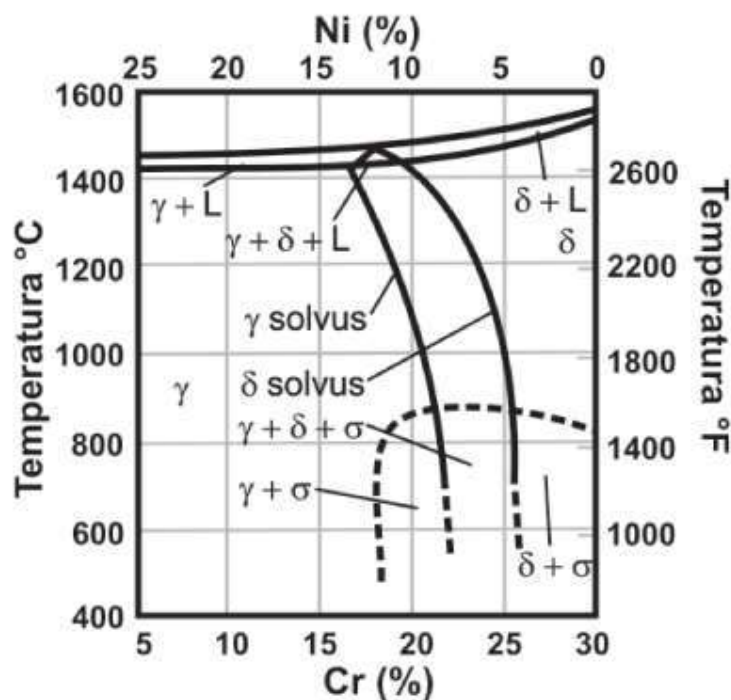


Figura 1 – Diagrama pseudo-binário com 70% de ferro [17].

#### 2.2.4.2 Metalurgia de Soldagem dos Aços Inoxidáveis Austeníticos

A microestrutura da zona fundida dos aços inoxidáveis austeníticos à temperatura ambiente depende de: comportamento de solidificação, taxa de resfriamento, velocidade de solidificação e estado sólido de transformação subsequente. Como dito na sessão 2.2.4.1, todos os aços inoxidáveis solidificam tendo ferrita ou austenita como fase primária, dependendo da composição específica. Assim, pequenas mudanças na composição dentro de um dado sistema

de liga, podem promover uma mudança de ferrita primária para austenita primária. A faixa de composição de muitos aços inoxidáveis austeníticos é ampla o suficiente para ambos modos de solidificação serem possíveis [14]. Enquanto alguns elementos como o cromo intensificam a estabilização da fase CCC (ferrita- $\delta$ ), outros elementos, principalmente o níquel, intensificam a estabilização da fase CFC (austenita ( $\gamma$ )). Além do cromo e níquel, outros elementos presentes nesses aços também modificam o equilíbrio da austenita e ferrita. Os AIA podem exibir teores de Mn, C, Cu, Co, V, W, Ti, Nb, Al, Mo e Si. Todos esses elementos afetam de alguma maneira a solidificação, o que sugere ser necessário definir teores equivalentes de cromo e níquel nesses aços. De forma geral tais teores podem ser obtidos a partir das equações 1 e 2.

$$Cr_{eq} = \%Cr + d(\%Si) + e(\%Mo) + f(\%Ti) + g(\%Nb) \quad (1)$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + a(\%Mn) + b(\%C) + c(\%N) \quad (2)$$

A partir desses teores equivalentes é possível definir os diferentes modos de solidificação dos AIA. Esses são controlados pela fase primária do processo e pelas suas transformações no estado sólido, que estão associados à composição da liga, expressa pela razão  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$ . De acordo com estudos elaborados por autores como Leone e Kerr, 1982 [20]; Takalo et al., 1979 [21] e Koseki e Flemings, 1996 [22], quatro modos de solidificação são possíveis para os AIA, e eles dependem diretamente da razão entre os teores Cr e Ni ou  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$ . Uma ferramenta extensivamente utilizada para prever a microestrutura e modo de solidificação é o diagrama de Schaeffler, apresentado na Figura 2. Ele mostra os campos das fases em termos de cromo e níquel equivalentes. Uma liga hipotética com 18%Cr-12%Ni, por exemplo, encontra-se no campo (F+A) o que significa que ao final da solidificação a microestrutura será composta de ferrita (com fração volumétrica máxima de 5%) e austenita. Já uma outra liga com 18%Cr-18%Ni, encontra-se no campo A, significando que a microestrutura final será completamente austenítica. Assim é de fato, possível afirmar, que a microestrutura de solidificação final e seus modos, dependem da razão  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$ .

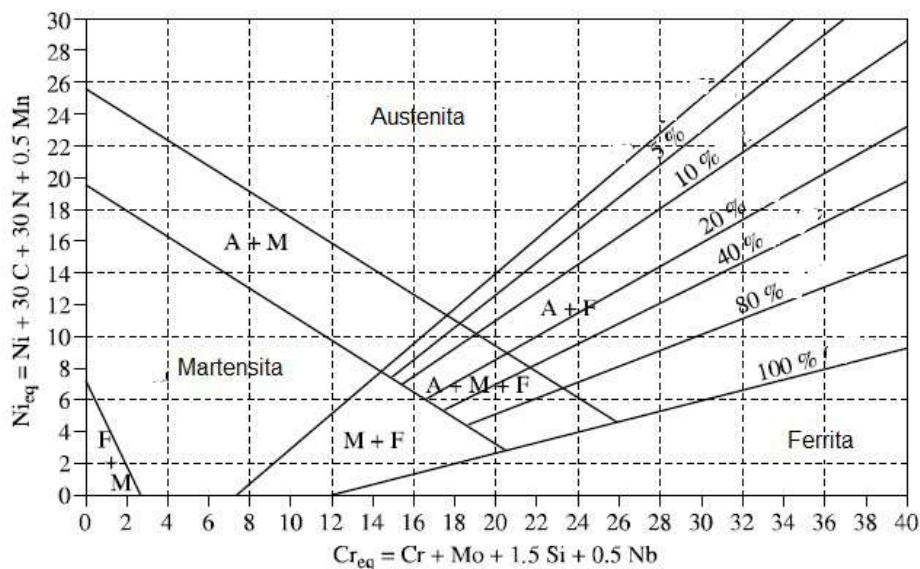


Figura 2 – Diagrama de Schaeffler modificado [18]

#### 2.2.4.3 Modo de Solidificação da Microestrutura dos Aços Inoxidáveis Austeníticos

##### a. Modo de Solidificação do tipo A

Ocorre quando  $Cr_{eq} / Ni_{eq} < 1,25$  e envolve transformação total do líquido em austenita. Essa fase é estável durante todo o processo, resultando na estrutura cristalina totalmente do tipo CFC.

##### b. Modo de Solidificação do Tipo AF

Ocorre quando  $1,25 < Cr_{eq} / Ni_{eq} < 1,48$ . Se alguma ferrita se forma no final do processo de solidificação via reação eutética, o tipo de solidificação é chamado AF. Isso ocorre se suficientes elementos promotores de ferrita (principalmente Cr e Mo) participam da solidificação dos contornos de subgrão durante a solidificação para promover a formação da ferrita como um produto final de solidificação.

##### c. Modo de Solidificação do Tipo FA

Ocorre quando  $1,48 < Cr_{eq} / Ni_{eq} < 1,95$  e permite formar ao final do processo, ferrita e austenita. A solidificação inicia-se a partir da formação de ferrita como fase primária. No resfriamento, com a evolução da solidificação, o líquido remanescente é enriquecido com elementos estabilizadores de austenita, tal fenômeno leva esse líquido a se transformar em



austenita, que se forma via reação peritética-eutética. Assim, na microestrutura final a fase primária, ferrita delta, permanece no núcleo dos ramos dendríticos, com forma Lathy e/ou vermicular, envolvida pela austenita. Além disso, observa-se que a ferrita remanescente se torna mais rica em cromo e mais pobre em níquel em comparação com os teores antes da transformação. Essa reação tem sido extensivamente estudada por David et. al [23], Lippold e Savage [24] Brooks et al [25], Shankar et al., 2003 [26], Kataiama et. al [27], Leone e Kerr [20].

#### d. Modo de solidificação tipo F

Ocorre quando  $Cr_{eq}/Ni_{eq} > 1,95$ . Neste caso a microestrutura é completamente ferrítica ao final da solidificação. A fase ferrita é estável durante a solidificação e transforma-se em austenita no resfriamento, produzindo estruturas de Widmanstätten. A Figura 3 mostra as localizações dos diferentes modos de solidificação em uma seção vertical com quantidade constante de ferro do Diagrama ternário Fe-Cr-Ni.

Rajasekhar et al., 1997 [28], relaciona o modo de solidificação com o diagrama de equilíbrio Fe-Cr-Ni, com as microestruturas formadas e com os perfis de composição nas fases formadas, conforme exhibe a Figura 3. A Figura 4 mostra a morfologia das fases de acordo com cada modo.

#### 2.2.4.4 Solidificação da Ferrita Primária

Composições de aço inoxidável austenítico com razões  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  de cerca de 1,5 ou mais tendem a solidificar com ferrita primária. À medida que as razões Cr/Ni aumentam, a fração volumétrica e morfologia da ferrita mudam. Este modo de solidificação é fundamentalmente diferente da austenita primária porque alguma ou a maior parte da ferrita primária transforma-se em austenita no estado sólido durante o resfriamento, de acordo com o a linha *solvus*, como mostrado na Figura 3. Assim, para este modo é necessário entender não só a mecânica de solidificação, mas também as transformações subsequentes do estado sólido.

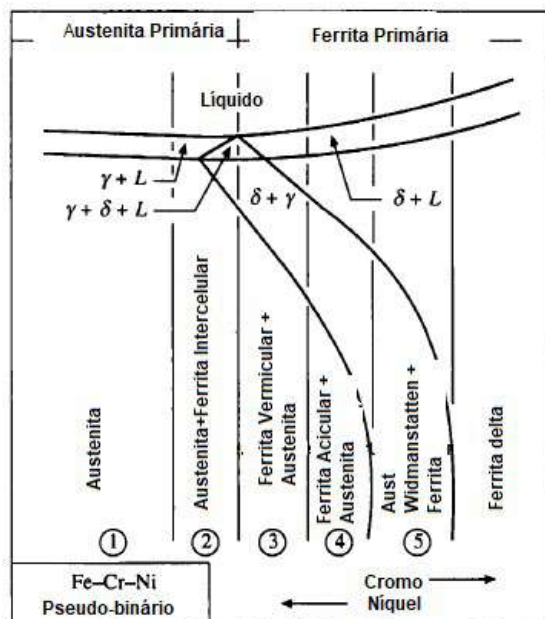


Figura 3 – Diagrama pseudo-binário do sistema ternário Fe-Cr-Ni a 70% Fe, mostrando os modos solidificação A: totalmente austenítico, AF: austenítico-ferrítico, FA: ferrítico-austenítico e F: totalmente ferrítico [29].

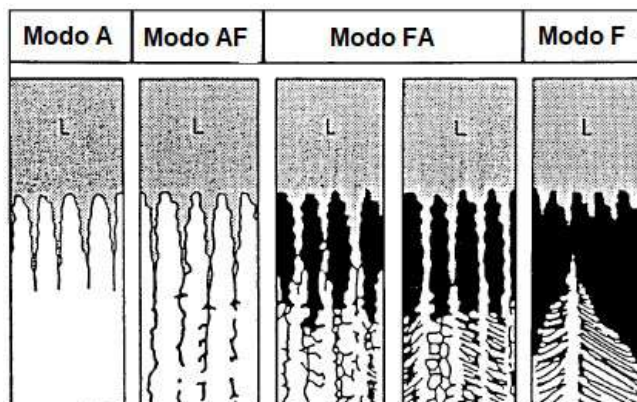


Figura 4 – Representação esquemática de modos de solidificação em soldas de aço inoxidável austenítico mostrando as morfologias das fases [22]

Pode não ser fácil distinguir morfologicamente a diferença entre a ferrita eutética, formada na conclusão da solidificação da austenita primária e a ferrita solidificada periteticamente, cujos contornos se movem durante o resfriamento para reduzir a fração volumétrica de ferrita com a austenita se tornando mais estável. A mecânica de solidificação, no entanto, pode fornecer essa distinção. No modo FA a ferrita- $\delta$  é a fase primária e a austenita se forma posteriormente na interface ferrita/líquido, por intermédio de uma reação peritética ou, dependendo das condições de solidificação, reação eutética envolvendo três fases ( $L + \delta + \gamma$ ) líquida, ferrita- $\delta$  e austenita [1]. Essa reação de três fases no sistema ternário Fe-Cr-Ni é peritética em uma extremidade e eutética no outro. Embora se afirme que, a cerca de 75% de

Fe a reação peritética muda para eutética [1]. O mecanismo real da reação de três fases não é claro até o momento e por isso, na maioria das vezes, são chamadas de peritéticas/eutéticas [28]. Estudos realizados na solda do aço AIA 308 [30][31] concluíram que a solidificação primária ocorreu como ferrita, contudo, depois de uma parcial solidificação essa ferrita é envolvida por austenita até o processo de solidificação se completar. Essa sequência, segundo esses autores, é característica de uma reação peritética e não eutética. Eles sugeriam também que durante o resfriamento, uma larga fração de ferrita primária é consumida pela austenita em uma difusão controlada e estado sólido de transformação.

A ferrita delta, que ao final da solidificação, permanece retida na microestrutura de soldas de AIA que solidificaram no modo FA, pode apresentar duas morfologias distintas: *Skeletal* (esquelética) e *Lathy* (ripas), separadamente ou coexistindo na mesma microestrutura de solda. Ambas são resultado da dissolução da ferrita primária durante o resfriamento.

A ferrita *Lathy* ganha essa terminologia devido a sua distinta morfologia em formas de ripas. Essas ripas de ferrita são dispostas na microestrutura de forma geralmente regular e paralelas umas às outras. Essa microestrutura, sugere uma relação de orientação cristalográfica entre ferrita e austenita nessas regiões e seu espaçamento regular pode ocorrer por uma instabilidade morfológica resultante da movimentação da interface planar ou quase planar entre ferrita e austenita [1].

O mecanismo estrutural predominante na formação da estrutura *Skeletal*, é a movimentação dos contornos de interface, com a estabilidade relativa da austenita aumentando a custos do consumo da ferrita durante o resfriamento. Durante esse movimento, Ni e outros elementos estabilizadores de austenita tendem a separar a austenita, enquanto o Cr e outros elementos estabilizadores de ferrita, tendem a separar a ferrita. Assim, a ferrita remanescente se posiciona no núcleo das dendritas, cercada pela austenita e será mais rica em cromo e pobre em níquel, do que era quando se formou no início da solidificação como ferrita primária [1].

### **2.3 Resistência à Corrosão do Aços Inoxidáveis**

Os aços inoxidáveis austeníticos possuem alta resistência a corrosão devido sua alta quantidade de cromo e níquel [32]. Porém dependem da integridade do fino filme passivo para manter baixas as taxas de corrosão em soluções aquosas. Qualquer quebra deste filme resultará em corrosão localizada, como pites ou frestas [5]. Eles trabalham com melhor eficácia sob condições corrosivas, do que os aços comuns, metais não ferrosos e suas ligas. Também é altamente significativo que os aços inoxidáveis demonstram resistência completa aos efeitos

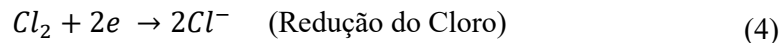
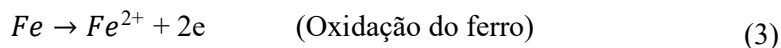
corrosivos nos ambientes mais comumente encontrados na atmosfera. Esses aços não só resistem a danos estruturais na exposição da atmosfera, mas, além disso, mantêm sua aparência brilhante original por longos períodos. Operações de conformação a frio e laminação a frio geralmente não diminuem a resistência à corrosão.

## 2.4 Corrosão

Corrosão é um fenômeno natural, uma reação destrutiva do material com o meio que o circunda. Durante o passar dos anos, esta tem causado danos irreparáveis para a vida humana [5]. Segurança humana, economia de custos e conservação de materiais tem sido a mais importante razão para controlar a corrosão [5][33]. O uso de inibidores de corrosão [34], diferentes tipos de revestimento de superfícies [35] e elementos de liga e aditivos [36] são uns dos métodos utilizados para controlar a corrosão. Em adição a esses métodos, a passividade é uma propriedade de alguns metais ou ligas, que são termomecanicamente instáveis, e reagem inerentemente com o ambiente (água ou oxigênio) e forma um estável filme passivo na superfície do material e a superfície do material é então protegida da atmosfera, pelo filme passivo [37].

A deterioração (corrosão) causada pela interação físico-química ou eletroquímica entre o material e seu meio operacional representa alterações prejudiciais indesejáveis, sofridas pelo material, tais como desgaste, variações químicas ou modificações estruturais, tornando-o inadequado para o uso [6]. As reações básicas da corrosão em meio aquoso são de natureza essencialmente eletroquímica, onde os elétrons são cedidos em determinada região e recebidos em outra. De uma maneira sucinta, este processo subdivide-se em três etapas: processo anódico (passagem dos íons para a solução), deslocamento de elétrons e íons (transferência dos elétrons das regiões anódicas para as catódicas pelo circuito metálico e uma difusão de ânions e cátions na solução), e processo catódico (recepção dos elétrons pelos íons ou moléculas da solução).

Para os materiais metálicos, o processo de corrosão é normalmente um processo eletroquímico, isto é, uma reação química em que existe uma transferência de elétrons de um componente químico para outro [38]. Esse processo envolve duas etapas chamadas de oxidação e redução. Quando os átomos metálicos perdem ou cedem elétrons, a etapa é chamada reação de oxidação, conforme Equação 3. Ao passo que se chama redução, a etapa em que os elétrons gerados de cada átomo de metal que foi oxidado são transferidos para outro componente químico, tornando-se parte integrante dele, como mostra a Equação 4.



### 2.4.1 Formas de Corrosão

As formas de corrosão podem ser apresentadas considerando-se a aparência ou forma de ataque. E também pelas diferentes causas e mecanismos [6]. Quanto a morfologia a corrosão pode ser uniforme, por placas, alveolar, puntiforme ou por pites, intergranular, transgranular, filiforme, por esfoliação, seletiva, em torno de cordão de solda e empolamento pelo hidrogênio. Quando se trata de causas ou mecanismos, pode ser por aeração, eletrolítica ou por correntes de fuga, galvânica associada a solicitações mecânicas, em torno de cordão de solda, seletiva, empolamento ou fragilização pelo hidrogênio e finalmente quanto a localização do ataque, se classifica como pite, uniforme, intergranular e transgranular. A solda pode experimentar todas as formas clássicas de corrosão, mas são particularmente suscetíveis àqueles causadas por variações na microestrutura e composição. Especificamente, corrosão intergranular, corrosão galvânica, pitting, corrosão sob tensão, quebra por hidrogênio e corrosão microbiologicamente influenciada. Todas essas formas devem ser consideradas ao projetar estruturas soldadas.

#### 2.4.1.1 Corrosão Intergranular

A Corrosão Intergranular (CIG) é um tipo de corrosão que, quanto a localização, se propaga entre os grãos da rede cristalina do material metálico, o qual perde suas propriedades e pode fraturar quando solicitado por esforços mecânicos [6]. Isso porque a CIG pode destruir a força de ligação entre os contornos de grãos e reduzir a resistência mecânica e ductilidade do metal [5][8]. A Figura 5 apresenta um exemplo de ataque intergranular em um AIA. Neste estudo feito por Pardo et al., 2007 [9], o 316L Ti foi submetido a tratamento de envelhecimento à 700°C por 25h, 50h e 100h. Com 25 horas de envelhecimento, o material não sofreu ataque intergranular (grau de sensitização menor que 1%), porém com o aumento do tempo de tratamento notou-se que o ataque foi se propagando e se intensificando ao longo dos contornos de grãos austeníticos, causando o surgimento de “*ditches*” (valas), com grau de sensitização de 5,01%, caracterizando corrosão intergranular.

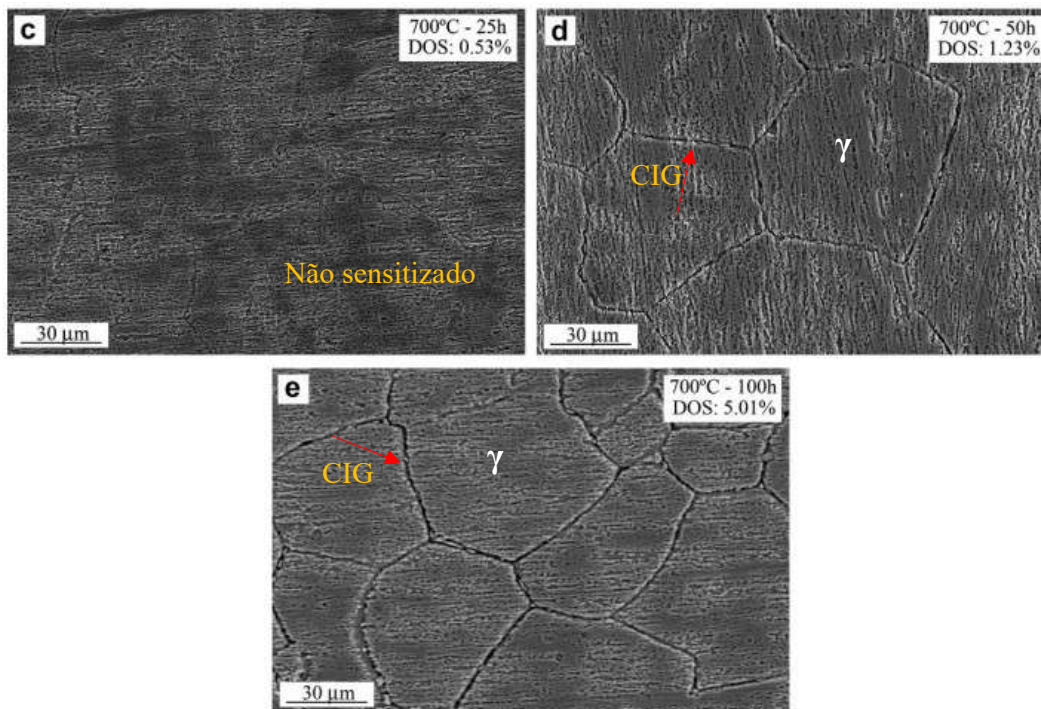


Figura 5 – Exemplo de um aço inoxidável austenítico do tipo 316Ti com diferentes graus de corrosão intergranular [9].

#### 2.4.1.2 Sensitização dos Aços Inoxidáveis austeníticos

Para ligas austeníticas, a faixa de temperatura de sensitização é de aproximadamente 425 - 875 ° C (800 - 1610 ° F). O grau de dano às ligas comerciais causado pelo aquecimento nessa faixa depende do tempo. Com poucos minutos de exposição à altas temperaturas na faixa de 750°C (1380°F) a exposição se torna equivalente a severas horas à uma mais baixa temperatura (ou ainda mais alta) faixa de temperatura. O resfriamento lento a partir da temperatura de sensitização ou prolongadas operações de soldagem induzem a suscetibilidade, mas o resfriamento rápido evita o dano. Regiões de solda, em que o material é rapidamente aquecido por uma corrente elétrica momentânea, seguida por resfriamento rápido ocorrido naturalmente, não causa sensitização. A soldagem a arco, por outro lado, pode causar danos, com o efeito sendo aumentado de acordo com o aumento do tempo de aquecimento. As temperaturas de sensitização são alcançadas a alguns milímetros do próprio metal de solda, com o último estando no ponto de fusão ou acima. Assim, na exposição a um ambiente corrosivo, a

falha de uma solda de aço inoxidável austenítico - chamada de decaimento de solda - ocorre em zonas ligeiramente afastadas da solda, ou seja, no metal base e não na própria solda [5].

A faixa de temperatura de 425 - 875 ° C (800 - 1610 ° F) sensibiliza o material porque ela faz com que carbonetos ricos em cromo se precipitem ao longo dos contornos de grãos, levando a um subsequente empobrecimento de cromo em sua vizinhança. Assim, aços inoxidáveis sensibilizados expostos a ambientes corrosivos, terão suas zonas empobrecidas de cromo preferencialmente corroídas [8-9], porém a extensão da sensibilização para uma dada temperatura e tempo depende muito da quantidade de carbono. Um aço inoxidável 18Cr-8Ni contendo 0,1% C ou mais pode ser severamente sensibilizado após aquecimento por 5 min a 600 °C, enquanto uma liga contendo 0,06% C é menos afetado e, para 0,03% C, uma liga tratada da mesma forma, pode não sofrer danos apreciáveis na exposição a um produto moderadamente corrosivo. Por outro lado, quanto maior o teor de níquel na liga, menor o tempo para sensibilização ocorrer a uma dada temperatura, enquanto adições de molibdênio na liga, aumentam o tempo para ocorrência da sensibilização [39]. Os trabalhos de Kim et al., 2011, examinando ligas de aço inoxidável ferrítico e austenítico [4]; Pardo et al., 2007, avaliando os aços 316Ti [9]; e Iorga et al., 2014 avaliando o 316L [40], concluíram que a redução do carbono foi o método mais efetivo para prevenir a ocorrência da CIG e autores como Mudali et al., 1996, tendo como objeto de estudo os aços 304LN e 316LN [10] e Wasnik et al., 2002 avaliando os tipos 304 e 316L [7], concluíram que a presença do molibdênio também reduz efetivamente o risco de CIG, porque ele aumenta a passividade da liga.

#### 2.4.1.3 Corrosão Galvânica

Quando dois materiais metálicos, com diferentes potenciais, estão em contato em presença de um eletrólito, ocorre uma diferença de potencial e a consequente transferência de elétrons. Tem-se então o tipo de corrosão chamada corrosão galvânica, que resulta do acoplamento de materiais metálicos dissimilares imersos em um eletrólito, causando uma transferência de carga de elétrons de um para o outro, por terem potenciais elétricos diferentes. Ela se caracteriza por apresentar corrosão localizada próxima à região do acoplamento, ocasionando profundas perfurações no material metálico que funciona como anodo [6].

#### 2.4.1.4 Corrosão por pites

Em ambientes contendo concentrações apreciáveis de Cl<sup>-</sup> ou Br<sup>-</sup>, nos quais os aços inoxidáveis permanecem essencialmente passivos, todos os aços inoxidáveis tendem a corroer

em áreas específicas e formar pites profundos [5]. Uma vez formado o pite, ele age como um ânodo suportado por regiões catódicas relativamente grandes. O Pite tem um tempo de atraso antes da nucleação e crescimento, e a nucleação é muito seletiva e dependente da microestrutura [3]. Os pites são frequentemente iniciados em características microestruturais específicas no depósito de solda, respingos de solda, partículas de segunda fase, fenda, etc. [41]. No entanto, até mesmo nesses locais preferidos, a iniciação do pite também é aleatória, e geralmente há áreas dentro dos locais preferidos sem pites [42]. Eles ocorrem quando a combinação material/solução alcança um potencial que excede um valor crítico, conhecido como potencial de pites. A tendência para uma dada combinação de liga / solução para o pite pode, muitas vezes, ser caracterizada por potenciais críticos para pites e repassivação. Esses são determinados por uma técnica chamada Polarização Potenciodinâmica cíclica [3]. Pites se desenvolvem mais prontamente em materiais metalurgicamente heterogêneos. Por exemplo, quando aço inoxidável austenítico é aquecido a temperaturas onde ocorre a sensitização [41], a região empobrecida de cromo resultante é sujeita a pites. Esses também podem iniciar-se na interface ferrita/austenita de um metal de solda em aço inoxidável.

#### 2.4.1.5 Corrosão sob tensão (CST)

A corrosão sob tensão consiste em um processo de degradação para o qual contribuem a presença simultânea de um ambiente agressivo, de tensões de tração e de materiais suscetíveis, além de um tempo para que o fenômeno ocorra [43]. Esta degradação ocorre em materiais que apresentam boa resistência à corrosão generalizada tais como ligas de níquel, aços inoxidáveis austeníticos, ligas de alumínio, ligas de titânio, etc. A suscetibilidade de ligas metálicas à CST depende de fatores como, composição química, microestrutura, processo de fabricação e tratamento térmico sofrido pelo material. Os teores de carbono e cromo aparecem como variáveis importantes quando se avalia a composição química. O tamanho de grão e a presença e localização de inclusões e precipitados são também variáveis relevantes na avaliação da resistência de materiais a este fenômeno [44].

Duas principais fontes de tensão são capazes de promover o processo de CST, as tensões resultantes das condições de operação (pressão, temperatura e carregamento mecânico) e as tensões residuais (provenientes de soldagem, operações de conformação mecânica, tratamento mecânico superficial, transformações de fase, etc.). As tensões residuais decorrentes da soldagem podem ser maiores do que as tensões de operação e tendem a ser uma força motriz dominante para a iniciação e o crescimento de trincas por CST [45- 46].



#### 2.4.1.6 Corrosão por quebra de hidrogênio

O craqueamento a frio é o termo usado para trincas que ocorrem depois que a solda solidificou e resfriou; ocorre na Zona Termicamente Afetada (ZTA) ou no metal de soldas de baixa liga e outros aços endurecíveis. Como estas trincas ocorrem sob condições de retenção, elas são muitas vezes referidas como fissuras de retenção. O craqueamento pode ocorrer várias horas, dias ou semanas após a solda esfriou; conseqüentemente, o termo “atraso de cracking” também é usado. Com base na localização, as trincas são frequentemente descritas como trincas de raiz, trincas de pé ou trincas em baixo do cordão de solda. Para que as rachaduras a frio ocorram em aços, três principais fatores devem estar presentes: hidrogênio atômico, formação de ZTA ou parte do metal de solda que é suscetível à fragilização por hidrogênio, e uma alta tensão de tração resultante da retenção [3].

#### 2.4.1.7 Corrosão microbiologicamente influenciada (CMI)

É um fenômeno em que microrganismos desempenham um papel fundamental na corrosão dos metais. Este papel pode iniciar ou acelerar o processo de corrosão. Por exemplo, a água e alguns meios orgânicos podem conter certos microrganismos que pode produzir um biofilme quando exposto a uma superfície de metal. A cobertura não uniforme resultante pode levar a uma célula de concentração e, eventualmente, iniciar a corrosão. Além disso, o metabolismo processo do microrganismo pode produzir um ambiente ácido localizado que altera o comportamento corrosivo do metal exposto, por exemplo, alterando reações anódicas e catódicas, destruindo filmes protetores ou criando depósitos corrosivos.

Destaca-se que os mecanismos de corrosão observados frequentemente na indústria para a liga AISI 316L são: corrosão intergranular (ocorrido na solda) e corrosão por pites (em caso de ambiente salino). Porém, a presente dissertação retratará apenas a suscetibilidade da liga à corrosão intergranular, suas causas e conseqüências na microestrutura do material.

## 2.5 Técnicas De Caraterização Eletroquímica Para Detecção De CIG

Para detectar quantitativamente o efeito da precipitação e sua conseqüência no Grau de Sensitização (DOS) e CIG de aços inoxidáveis, Umemura et al., 1980 desenvolveu a Reativação Eletroquímica Potenciodinâmica de Duplo Circuito (DL-EPR), que pode ser usado para detectar o DOS para CIG de aços inoxidáveis de forma rápida, quantitativa e não destrutiva [47]. O teste

DL-EPR é sensível o bastante para detectar mudanças na estrutura do material de forma simples e pode ser usado para testes não destrutivos a fim de elucidar as propriedades e comportamento dos materiais [9]

Para realização do teste, uma célula eletroquímica e três eletrodos são utilizados, em que há um eletrodo de referência, um contra eletrodo e o material é o eletrodo de trabalho. Para que a corrente seja aplicada, os eletrodos imersos na solução, são conectados ao Potenciostato. Para detectar precisamente o efeito das precipitações utilizando o DL-EPR, uma condição de teste específica (composição do eletrólito, temperatura de operação, potencial limite e velocidade de varredura) deve ser aplicada para cada liga e então, após a escolha dos parâmetros adequados, o teste inicia-se pelo Potencial de Circuito Aberto ( $E_{ocp}$ ). Assim, uma vez que este é alcançado, o teste é iniciado na direção catódica até o potencial reverso, em uma dada velocidade de varredura. Em seguida, a varredura é invertida na direção anódica, até que o  $E_{ocp}$  é realçado. Durante a varredura anódica e reversa, o pico de densidade de corrente de ativação ( $I_a$ ) e o pico de densidade de corrente de reativação ( $I_r$ ) são medidos, como mostra a Figura 6. O DOS é medido com o uso da relação  $R_a$  apresentada na Equação 5 e o valor limite da sensitização, considerado pela literatura [8-9], é de 1% ou seja, para que a microestrutura seja considerada sensitizada, o valor da relação  $R_a$  tem que ser consideravelmente acima de 1%.

$$R_a = \frac{I_r}{I_a} \times 100\% \quad (5)$$

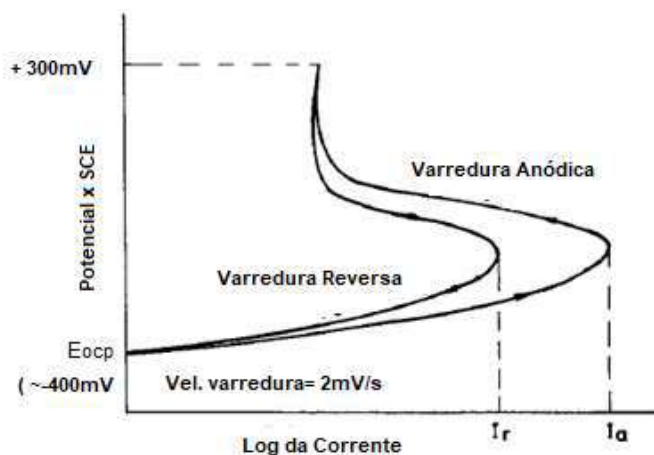


Figura 6 – Esquema representativo apresentando os picos densidade de corrente de ativação ( $I_a$ ) e densidade de corrente de reativação ( $I_r$ ) medidos durante o teste DLEPR.

## 2.6 Processo de Soldagem a Arco com Proteção de Gás Argônio (GTAW) ou (TIG).

GTAW é a sigla internacional que significa “*Gas Tungsten Arc Welding*”, ou seja, Soldagem a Arco com Proteção Gasosa e Eletrodo de Tungstênio, e TIG é a abreviatura de “*Tungsten Inert Gas*”. Trata-se de um processo que utiliza gás inerte e um eletrodo de tungstênio não consumível, formando uma poça de fusão bem controlada, o que o torna especialmente adequado para soldar materiais especiais, principalmente os não ferrosos, ou juntas que precisem de bom acabamento na raiz, como em indústrias farmacêuticas, alimentícias, ou de petróleo, entre outras. Nesse processo, o arco elétrico é estabelecido pela corrente que atravessa o gás ionizado entre a ponta do eletrodo e a peça. O calor gerado funde o Metal Base (MB) e então uma poça de fusão é formada. Com a movimentação da tocha, o arco progressivamente funde a superfície da junta e se necessário pode-se utilizar a adição de metal com um arame (em bobina ou em vareta) para encher a junta [18].

A soldagem autógena é aquela onde não se adiciona metal de adição, ou seja, no caso de união de duas peças elas são posicionadas juntas (sobrepostas ou de tampo com chanfro reto) e o eletrodo de tungstênio funde as duas peças sem adicionar qualquer consumível (vareta ou arame em bobina). Essa prática é comum, em chapas finas. A soldagem TIG pode, portanto, ser autógena ou com metal de adição. Porém, para alguns tipos de materiais a solda autógena pode ser um problema, pois a composição química do MB fundido, por questões metalúrgicas, não é igual à composição química de um consumível de solda. Assim quando se funde simplesmente o MB não se pode garantir propriedades boas depois que ele é solidificado. Isto é especialmente verdadeiro para aços baixa liga de médio carbono (tipo 4130, 8630), para inoxidáveis austeníticos e principalmente para aços inoxidáveis duplex [18].

## 2.7 Aporte Térmico

Na soldagem dos aços inoxidáveis austeníticos o controle do aporte térmico (energia de soldagem) é fator fundamental. Essa importância está ligada à garantia de obtenção de uma microestrutura final adequada, pois por meio do aporte controla-se o volume da poça de fusão, o seu tempo de solidificação, as velocidades de resfriamento e as temperaturas na junta soldada, que por sua vez é essencial para determinar a fração volumétrica das fases e a prevenção de precipitação de fases prejudiciais ao material. Ou seja, o aporte térmico é o fator controlador responsável pelas respostas termomecânicas que ocorrem na zona de fusão da solda e leva, após resfriamento, à modificação da composição química do metal de solda [48]. Isso é confirmado

por Sun, 2002 [49], quando diz que o aporte térmico é o fator chave que afeta a transferência de calor e massa, fluxo líquido, e o ciclo térmico da poça de fusão.

O aporte térmico é descrito como a quantidade de energia imposta por unidade de comprimento de solda de uma fonte de calor em movimento. Ele é formulado em joules por metro ou milímetro. Pode ser determinado como a relação entre a potência de entrada total em Watts e a velocidade de soldagem [48]. O aporte térmico por unidade de comprimento ( $H$ ) é calculado de acordo com a Equação 6.

$$H = \frac{\eta EI}{v} \quad (6)$$

### **2.7.1 A influência do Aporte Térmico na Resistência a Corrosão Intergranular**

As taxas de aquecimento e resfriamento terão efeito predominantes no comportamento de sensitização. O resfriamento rápido a partir da faixa de temperatura de sensitização em AIA, normalmente não resulta em precipitação de carboneto de cromo, desde que a seção transversal da peça de trabalho seja suficientemente pequena garantindo uma taxa de resfriamento uniformemente rápida em toda a liga. Em taxas de resfriamento mais rápidas, o tempo gasto na região de sensitização é insuficiente para precipitar carboneto de cromo e, portanto, o grau de sensitização é muito menor [17]. Com base nesses fatos, é indicado que soldas de AIA sejam feitas em baixo aporte térmico para que o tempo de resfriamento da zona da solda seja acelerado e, garantindo, desta maneira, que fases intermetálicas, como  $M_{23}C_6$  não se precipitem durante o processo de soldagem.

## **2.8 Ensaio de Tração**

O teste de tração (ou teste de tensão) é uma maneira de avaliar a resistência da solda e sua capacidade de suportar o carregamento. Uma seção transversal é cortada para que a amostra de tração seja orientada através da solda. Testes realizados nesses espécimes abrangerão o Metal de Solda (MS), a ZTA e o MB em cada extremidade. Em alguns casos, testes longitudinais ao longo do comprimento da solda, também podem ser úteis se mais dados forem necessários especificamente para o metal de solda.

Normas como *American Society for Testing and Materials* (ASTM) E8, *International Organization for Standardization* (ISO) 6892, E N 10002-1, e JIS Z 2241 definem como realizar o teste de tração adequado em materiais metálicos. Essas normas definem elementos, como o

equipamento necessário para executar o teste, como preparar os corpos de prova, medição adequada técnicas, velocidades de teste e parâmetros de controle, cálculo resultados e como reportar os resultados [50].

O ensaio de tração é realizado mediante o uso de uma carga de tração uniaxial em um corpo de prova, normalmente padronizado, onde as deformações são distribuídas de modo uniforme ao longo do corpo de prova até sua ruptura. A deformação gradativa ao longo do Corpo de Prova (CP) possibilita a obtenção de medidas muito precisas na deformação decorrente da força aplicada. A medição dessa variação é muito importante, pois é a partir dela que se elabora a curva de tensão-deformação da junta soldada.

## 2.9 Tipos de Fratura

Define-se fratura como sendo a ruptura de um objeto, em duas ou mais partes, devido a uma força estática. Classifica-se a fratura pela deformação plástica do material devido a uma tensão. Dessa forma, os modos de fratura são divididos em frágil e dúctil. Os materiais frágeis possuem a capacidade de absorver uma pequena quantidade de energia antes da sua fratura e é caracterizada pela rápida propagação de trinca, com nenhuma deformação macroscópica e muito pouca microdeformação. Por outro lado, os dúcteis possuem alta absorção de energia e deformação plástica extensa antes e durante a propagação de trincas [38].

### 2.9.1 Fratura dúctil

O fator preponderante para uma fratura ser definida como dúctil é a predominância da ocorrência de deformações plásticas em detrimento da propagação de trincas, ou seja, na fratura dúctil acontece uma lenta propagação de trincas e o material tensionado tende a se deformar plasticamente antes e durante a propagação da trinca. As fraturas dúcteis geralmente ocorrem de forma que a estrutura tensionada sofre uma gradual estrição na região de tensão. Posteriormente à estrição, inicia-se um processo de propagação de trincas que surgem a partir de uma tensão de cisalhamento que se origina em uma direção que forma um ângulo de aproximadamente  $45^\circ$  com a direção da tensão original, o que culmina na fratura denominada “taça e cone.

A Figura 7 apresenta um exemplo da superfície de fratura dúctil. Nesta, a fratura exhibe pequenas cavidades, chamadas de *dimples*, e extensa deformação plástica com aspecto fibroso [51].

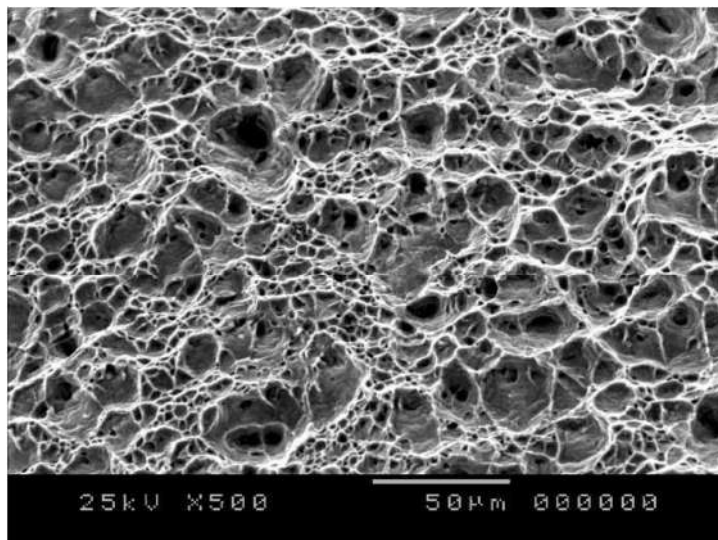


Figura 7 – Fractografia da superfície de fratura Dúctil, caracterizada pela presença de *dimples* [52].

### 2.9.2 *Fratura frágil*

A fratura frágil é marcada pela predominância da formação de trincas em relação à deformação plástica. Ocorre, nesse tipo de fratura, uma rápida formação e propagação das trincas, o que leva à rápida ruptura do material com a ocorrência de pouca ou nenhuma deformação plástica no processo. A fratura frágil pode ocorrer de duas formas: transgranular e intergranular. A fratura transgranular ou clivagem é caracterizada pela separação de planos atômicos, fato que faz com que essa cisão passe por dentro do grão que forma o material e faça com que a textura da superfície de fratura fique facetada. A fratura intergranular, por outro lado, é caracterizada pela separação dos grãos.

A Figura 8 mostra um exemplo de uma superfície de fratura frágil, na qual o corpo de prova sofre rompimento na direção dos planos de clivagem e a superfície não apresenta muitas cavidades profundas, e tem aspecto regular [51].

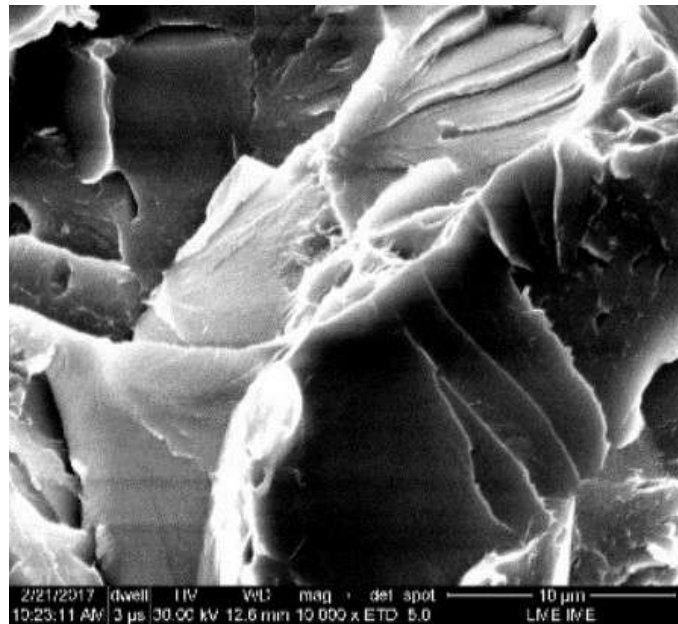


Figura 8 – Fractografia da superfície de fratura Frágil com rompimento na direção dos planos de clivagem [51].

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado nesta dissertação foi o aço inoxidável austenítico 316L nas formas de chapa e tubo. A Figura 9 apresenta o fluxograma dos processos realizados em cada material. Representadas em azul, estão as etapas do AIA 316L na forma de chapa e em salmão, as etapas realizadas no material em forma de tubo.

#### 3.1 Materiais

A composição química teórica do 316L é dada na Tabela 1. A chapa de 316L como recebida possuía dimensões iniciais de 150 mm x 150 mm x 6 mm. A chapa foi então cortada em 3 partes iguais, a fim de se obter corpos de prova com dimensões de 150 mm x 50mm x 6mm.

O Tubo de 316L com diâmetro externo de 19,15 mm e 2,15 mm de espessura, foi cortado em 6 pedaços com 150 mm de comprimento cada. Após o corte, os tubos foram faceados no torno mecânico para garantir o perfeito alinhamento dos mesmos. Dois a dois eles foram unidos para posteriormente realizar união permanente pelo processo de soldagem TIG autógeno.

Tabela 1 – Composição química teórica do Aço Inoxidável Austenítico 316L.

Material	Composição Química (% em peso)									
	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Fe	Mo	
AIA316L	0,03	1,36	0,045	0,03	1,00	17,77	12	68,70	2,19	



### 3.2 Métodos

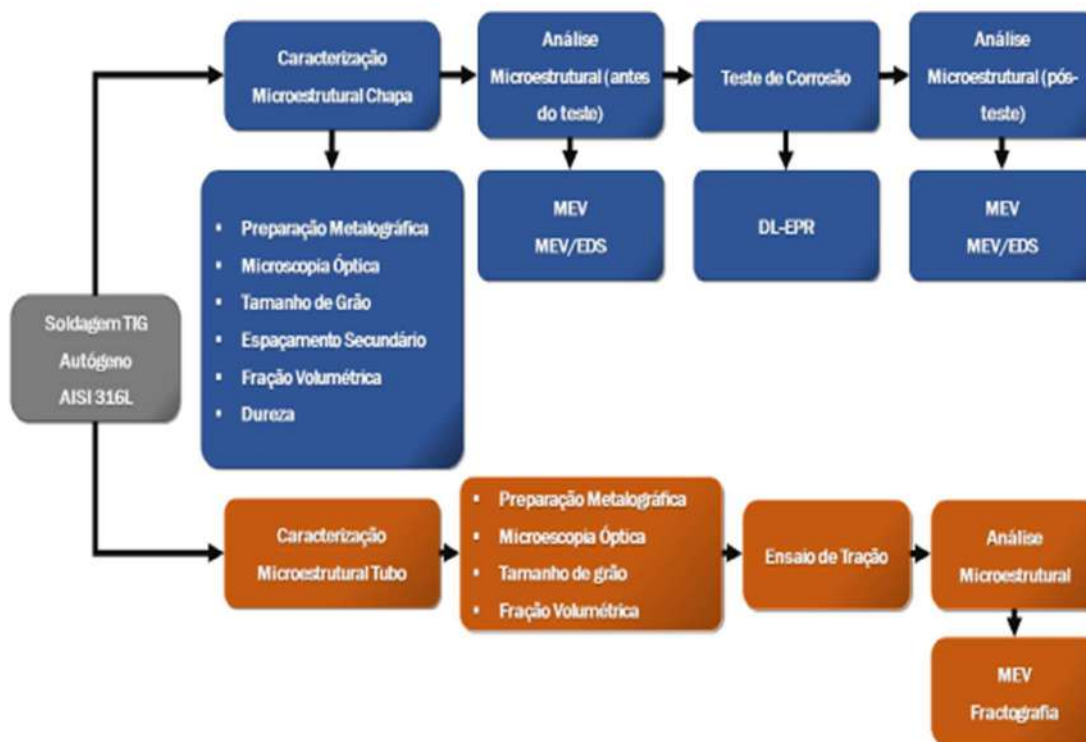


Figura 9: Fluxograma dos processos realizados no AIA 316L nas formas de chapa e tubo.

#### 3.2.1 Métodos Realizados no 316L em Forma de Chapa

Os seguintes procedimentos foram realizados: Soldagem do material através do processo TIG Autógeno, utilizando diferentes aportes térmicos. Após a soldagem, foi realizada a caracterização microestrutural da amostra analisando tamanho de grão médio do MB, espaçamento dendrítico secundário ( $\lambda_2$ ) da Zona Fundida (ZF) das amostras, além da quantificação das fases presentes na ZF e MB. Medidas de Microdureza Vickers foram realizadas nas três regiões (MB, ZTA e ZF), bem como no material como recebido. Finalmente, para se obter informações do comportamento corrosivo do aço, as amostras foram submetidas ao teste DL-EPR. A caracterização microestrutural das amostras como recebida e soldadas foram realizadas via Microscópio Ótico (MO) Nikon Eclipse LV150 (Nikon, Tóquio, Japão), Software NIS-Element D versão 3.2 e Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) EVO MA10 (Carl Zeiss, Stuttgart, Alemanha), acoplado com Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS). Após os testes eletroquímicos as amostras foram analisadas novamente via MO e MEV.

### 3.2.1.1. Soldagem dos corpos de prova

A Figura 10 mostra o equipamento de soldagem utilizado. O modelo foi o MigPulse 4001 DP da Eutectic Castolin. A soldagem de todas as placas foi realizada pelo processo TIG Autógeno, em um único passe de solda, formando um cordão de extensão média de 116 mm ao longo do comprimento das chapas. A proteção da poça de solda foi feita utilizando como gás de proteção o argônio puro com vazão de 16 L/min. O eletrodo utilizado foi o tungstênio Toriádo (WTH-2) com 2,4 mm de diâmetro e ângulo de apontamento de 60° e seu ponto de fusão é de 3410°C. A distância da ponta do eletrodo à peça foi de 2,0 mm, conforme mostra a Figura 11. A velocidade de soldagem utilizada foi 1,65 mm/s e o fator de rendimento adotado foi 0,8. Esses foram os parâmetros fixos adotados e a Tabela 2 apresenta uma síntese dos demais parâmetros de soldagem utilizados nas três placas do 316L. O cálculo do aporte térmico foi feito com base na Equação 6 em que  $H$  é o aporte térmico, medido em KJ/mm;  $\eta$  o rendimento;  $E$  a tensão, medida em Volts;  $I$  a corrente, medida em Amper e  $v$  a velocidade medida em mm/s.

Destaca-se que o aporte térmico para os AIA pode chegar a 2,5KJ/mm, mas se a solda for realizada em classes estabilizadas ou totalmente austenítica, níveis um pouco mais baixo devem ser utilizados, cerca de 1,5 KJ/mm no máximo, para, deste modo, evitar trincas de solidificação [53]. Com base nessas informações, três aportes térmicos foram escolhidos dentro desta faixa, afim de atingir a espessura da chapa, mas respeitando os limites recomendados. Devido a espessura de 6 mm das placas, o aporte máximo possível aplicado, sem danificar a chapa, foi de 1,6 KJ/mm, o menor aporte foi 0,4 KJ/mm e o intermediário 0,8 KJ/mm, como pode ser visto na Tabela 2. A amostra na condição como recebida, bem como as amostras soldadas nos aportes 1,6 KJ/mm, 0,8KJ/mm e 0,4KJ/mm serão retratadas como S316LCR, S316L16, S316L08 e S316L04 respectivamente.



Figura 10: Equipamento de soldagem MigPulse 4001 DP da Eutectic Castolin Fonte: EUTECTIC (2017).



Figura 11 – Chapa posicionada para soldagem com distância de trabalho de trabalho igual a 2mm.

Tabela 2 – Parâmetros de Soldagem TIG Autógeno

AIA 316L	Parâmetros de Soldagem		
	I(A)	E(V)	H (KJ/mm)
S316LCR	-	-	-
S316L16	211	15	1,6
S316L08	133	12	0,8
S316L04	68	11	0,4

### 3.2.1.2. Caracterização Microestrutural

Após a soldagem, foram retiradas três amostras de cada aporte térmico aplicado, cortadas sob refrigeração, com dimensões 50 mm x 10 mm x 6 mm. As mesmas foram lixadas na lixadeira manual em uma sequência granulométrica de lixas de carvão de silício até 4000 mesh. Posteriormente, foi realizado polimento mecânico utilizando como abrasivo pasta de diamante de granulometrias 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m. A limpeza das amostras foi realizada em dois passos: primeiro foi feita uma lavagem com água e detergente neutro e logo após utilizou-se com álcool etílico 100%. Logo após a limpeza foi feita a secagem com jato de ar quente para eliminar a possibilidade de possíveis manchas d'água nas amostras, e então, para a análise da microestrutura, as mesmas foram atacadas com reagente Behara modificado, para revelar as fases em cores diferentes e Água Régia, para melhor visualização e posterior determinação do espaçamento dendrítico na área da solda. As composições dos reagentes são apresentadas na Tabela 3. A análise microestrutural foi realizada via microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

Tabela 3 – Soluções utilizadas para ataque eletroquímico

Behara modificado		Água Régia	
Água destilada	80 ml	Água destilada	40 ml
HCl 37%	20 ml	HNO <sub>3</sub>	30 ml
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,5 g	HCl 37%	30 ml

Com o auxílio do Software ImageJ, foi mensurado o tamanho de grão médio para o MB, a partir da metodologia baseada na norma ASTM E112-10 [54], traçando-se linhas horizontais sob cinco micrografias da região e contando os interceptos dos contornos de grãos.

As medidas do espaçamento secundário ( $\lambda_2$ ) foram realizadas, segundo o método proposto por MacCartney e Hunt, 1981 [55], utilizado até os dias atuais [56]. O método se baseia em calcular o espaçamento pela média das distâncias entres os braços secundários adjacentes. Para esta análise, cinco micrografias via MO da ZF de cada amostra, atacadas com água régia, foram feitas, e com o auxílio do software ImageJ as medidas foram realizadas. A Figura 12 mostra como as medidas foram realizadas.

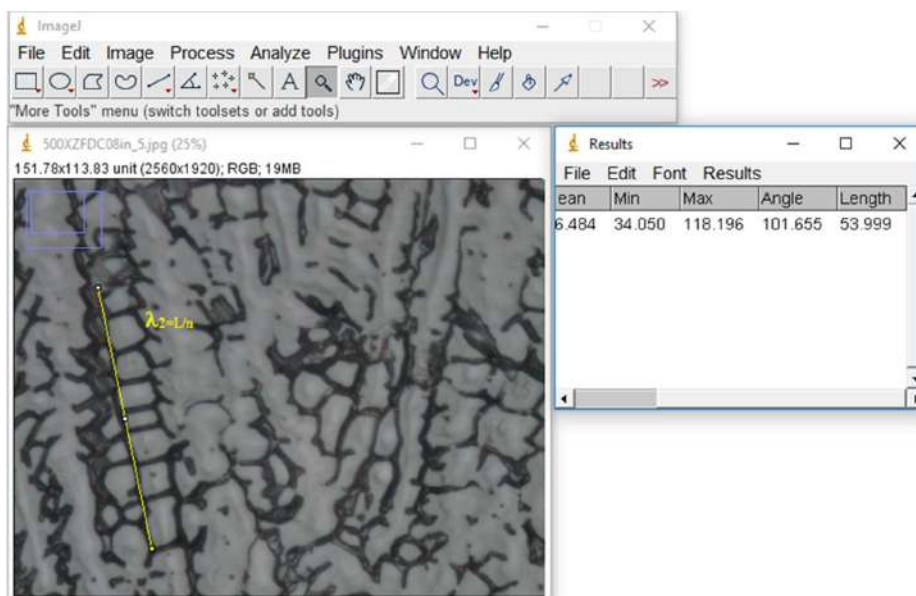


Figura 12– Medida do espaçamento dendrítico secundário realizada na chapa de 316L estudado

### 3.2.1.3. Teste DL-EPR e Análise da CIG

As medidas do DL-EPR foram conduzidas utilizando o Potenciostato Emstat3, com o auxílio do software PSTrace (PalmSensr, EmStat3+, Houtrn, Utrech, The Netherlands, como mostra a Figura 13. O teste DL-EPR é sensível o bastante para detectar mudanças na estrutura do material de forma simples e pode ser usado para testes não destrutivos para elucidar as propriedades e comportamento dos materiais [9].

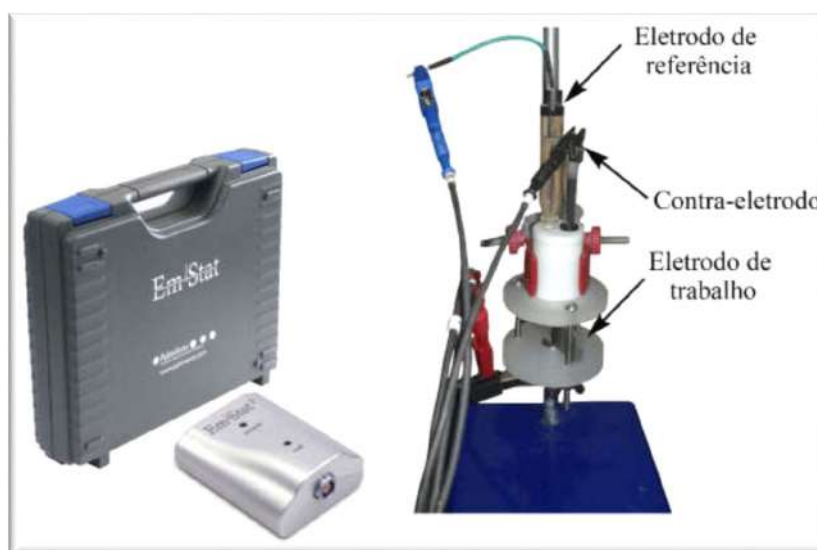


Figura 13 – Potenciostato utilizado no teste DL-EPR.

Uma solução de 2,0 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 1,5 M de HCl à 25°C e uma célula eletroquímica com área de contato de 1,0 mm<sup>2</sup>, com três eletrodos foram utilizados em cada teste. A concentração de 1,5 M de HCl foi aplicada com base no trabalho de Hong et al., 2013 [57] que considerou esta quantidade satisfatória para um fino balanço entre um ataque suficientemente agressivo e boa sensibilidade durante o teste. O eletrodo de trabalho foi o material testado. Os eletrodos contra e referência foram Platina e Prata/ Cloreto de Prata (Ag/AgCl) saturado, respectivamente. A velocidade de varredura de 1,67 mVs<sup>-1</sup> foi estabelecida de acordo com os trabalhos de A. Pardo et al., 2007 [9] e X. Qin et al., 2017 [8] que utilizaram essa taxa de varredura para o 316L Ti e 304L e obtiveram suficiente sensibilidade e reprodutividade. Em adição, J. Hong et al., 2013 [57] concluiu em seu trabalho, que velocidades de varredura inferiores à 1,5 mVs<sup>-1</sup>, danificam não somente a camada passiva, como também causa corrosão generalizada em toda a extensão em que foi realizado o teste.

Uma vez que o Potencial de Circuito Aberto E<sub>ocp</sub> foi alcançado, cerca de 2 min, o teste foi então iniciado na direção catódica até o potencial reverso à +400mVs<sup>-1</sup> em uma velocidade de 1,67 mVs<sup>-1</sup>. Então a varredura foi invertida na direção anódica, até que o E<sub>ocp</sub> foi realçado. Durante a varredura anódica e reversa, o pico de densidade de corrente de ativação (I<sub>a</sub>) e o pico de densidade de corrente de reativação (I<sub>r</sub>) foram medidos. O grau de sensitização (DOS) foi medido com o uso da relação R<sub>a</sub> apresentada na Equação 5 e o valor limite da sensitização foi 1% [7-8-9], ou seja, para que a microestrutura seja considerada sensitizada, o valor da relação R<sub>a</sub> tem que ser a partir de 1%. Após as medidas do DL-EPR a microestrutura foi analisada via MEV e MEV/EDS.

#### *3.2.1.4. Microdureza Vickers*

A fim de avaliar possíveis alterações da dureza nas regiões da solda, foi traçado um perfil de dureza em cada área e assim foi possível comparar com a dureza do material como recebido. A medida foi feita no Microdurômetro WPM LEIPZIG HPO 250. Quinze pontos foram tomados em cada área (MB, ZTA e ZF), com carga de 100g, aplicada durante 15s e o perfil de dureza foi traçado.

#### *3.2.1.5. Modo de Solidificação dos Aços Inoxidáveis Austeníticos e Quantificação da ferrita-δ.*

O modo de solidificação da microestrutura da solda do 316L foi determinado a partir dos teores de cromo e níquel equivalentes, conforme a literatura [1][58]. A composição química

do MB das amostras foi analisada por MEV/EDS em varreduras na microestrutura feitas em linha, a fim de identificar e quantificar os elementos químicos presentes. Essa análise possibilitou realizar, a partir das Equações 1 e 2, o cálculo da relação  $C_{req}/N_{ieq}$  e assim, definir o modo de solidificação da microestrutura da solda interceptando os valores no diagrama de Schaeffler [59]

A quantificação da ferrita- $\delta$  da Zona Fundidas das amostras, foi feita através da técnica metalográfica convencional em que a equação esteriológica, Equação 7, foi aplicada [60]. Nesta, a fração volumétrica ( $V_V$ ) é igual à fração de área ( $A_A$ ) ocupada pela fase na micrografia. Cinco micrografias foram obtidas em cada região. Em conjunto com esta técnica foi utilizado o Diagrama Welding Research Council (WRC) desenvolvido por D. J. Kotecki e T. A. Siewert, 1992, mostrado na Figura 14, utilizado para prever a quantidade de ferrita- $\delta$  a partir da composição química da liga [61]

$$VV = AA \quad (7)$$

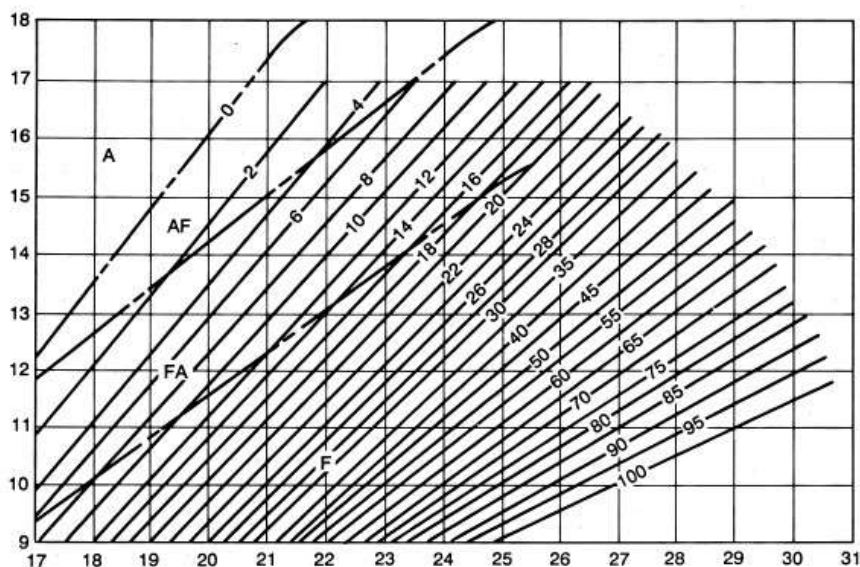


Figura 14 – Diagrama Welding Research Council (WRC) utilizado para prever o modo de solidificação e quantidade de ferrita delta [61].

### 3.2.2. Métodos Utilizados no 316L em forma de Tubo

Os seguintes procedimentos foram realizados: Soldagem do material através do processo TIG Autógeno, utilizando diferentes aportes térmicos. Após a soldagem, foi realizado um corte transversal nos tubos a fim de avaliar a solda. O corte foi feito conforme mostra a

Figura 15. Na caracterização microestrutural da amostra como recebida foi analisado tamanho de grão médio do MB e fração volumétrica de ferrita delta. Também foi feita quantificação de ferrita delta na área da solda. A análise microestrutural ocorreu via Microscópio Ótico, cujas especificações estão descritas na sessão 3.2.1 desta dissertação.

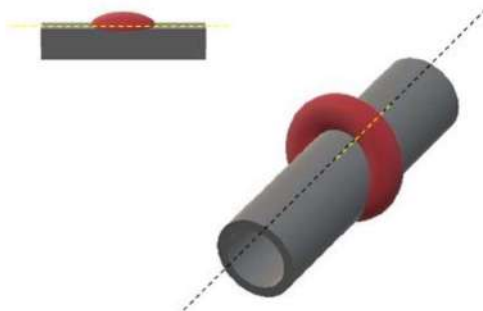


Figura 15- Ilustração esquemática do local de corte do tubo para análise das soldas.

Feita a caracterização microestrutural, corpos de prova foram retirados das paredes dos tubos soldados nos diferentes aportes térmicos, assim como da parede do tubo na condição como recebido para realização de ensaio de tração a fim de avaliar suas propriedades mecânicas e correlaciona-las com a fração volumétrica de ferrita delta. Posterior ao ensaio de tração, foi realizada Fractografia via microscopia eletrônica de varredura, afim de avaliar e tipificar a fratura apresentada por cada amostra ensaiada e correlacionar o tipo de fratura com as propriedades mecânicas apresentadas pelas mesmas e fração volumétrica de ferrita delta presente em cada amostra.

### *3.2.2.1. Soldagem dos Tubos de 316L*

O equipamento e a metodologia utilizados na soldagem do tubo, estão descritos na sessão 3.2.1.1. A soldagem dos tubos foi realizada pelo processo TIG Autógeno, em um único passe de solda. A tabela 4 mostra os parâmetros adotados e a Figura 16 apresenta o tubo antes e após a soldagem.



Tabela 4 – Parâmetros de Soldagem TIG Autógeno

AIA 316L	Parâmetros de Soldagem				Rendimento
	I(A)	E(V)	H (KJ/mm)	V (mm/s)	
S316LCR	-	-	-	-	-
S316LS1	51	10,6	0,18	2,30	0,8
S316LS2	50	11	0,21	2,05	-

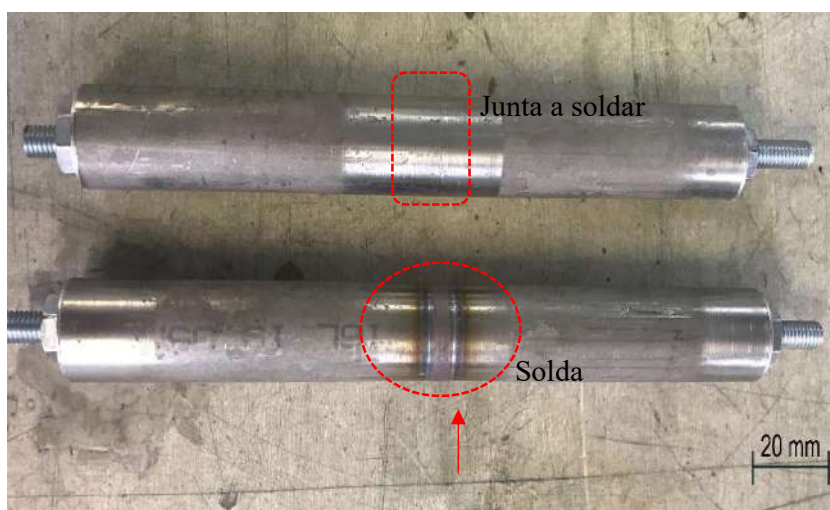


Figura 16 – Tubo 316L antes e após processo de soldagem.

Devido à muito fina espessura da parede do tubo (2,15mm), maiores alterações na tensão e corrente causaram severos danos na parede do mesmo. A Figura 17 mostra o efeito do aporte térmico no material quando foi utilizada uma corrente de 70A na tensão de 11V e velocidade de 2,05 mm/s, gerando um aporte de 0,3 KJ/mm o que inutilizou totalmente o tubo, pois o danificou severamente. Portanto, após vários testes e adequação dos parâmetros de soldagem, os aportes 0,18 e 0,21 KJ/mm foram os únicos que não danificaram o material e foram suficientes para atingir sua espessura, garantindo a penetração da junta.

O cálculo do aporte térmico foi realizado com o auxílio da Equação 6, conforme consta a sessão 2.7 da presente dissertação.



Figura 17 – Tubo 316L completamente danificado pelo processo de soldagem com aporte térmico de 0,3 KJ/mm.

### *3.2.2.2. Caracterização Microestrutural*

Após a soldagem, foram retiradas amostras de cada aporte térmico aplicado. A direção do corte foi apresentada na Figura 15. As mesmas foram embutidas a frio em Resina Epóxi, a fim de se evitar alterações microestruturais, e então lixadas na lixadeira manual em uma sequência granulométrica de lixas de carbetto de silício até 4000 mesh. Posteriormente, foi realizado polimento mecânico utilizando como abrasivo pasta de diamante de granulometrias  $3\mu\text{m}$  e  $1\mu\text{m}$ , e em fim, para a análise da microestrutura, as mesmas foram atacadas com Água Régia, cuja composição foi apresentada na Tabela 3, sessão 3.2.1.2 e então examinadas por MO e MEV.

### *3.2.2.3. Ensaio de Tração*

As práticas para o ensaio de tração foram realizadas segundo a norma ASTM E8/8M 13a, que diz que corpos de prova de tubos soldados devem ser retirados à  $90^\circ$  a partir da solda. Se a parede do tubo possuir espessura menor que 20 mm, o corpo de prova deve ter dimensão conforme os espécimes padrão apresentados na sessão 6.9.3 da referida norma [62]. Para o tubo apresentado nesta dissertação, foi adotado o espécime de número 3 tanto para as amostras soldadas, quanto para a amostra como recebida, cuja geometria é mostrada na Figura 18.

Os ensaios foram realizados a uma velocidade de 2mm/min, dentro dos limites estabelecidos pela American Society for Metals (ASM) International et al., 2000 [63], na máquina Universal de tração Instron Série 23 EMIC, mostrada na Figura 19, do Laboratório de Mecânica Aplicada da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda -

EEIMVR. É importante destacar que devido às dimensões e forma do corpo de prova, não foi possível a utilização de um extensômetro. Como dito anteriormente, o material ensaiado foi retirado da parede de um tubo com dimensões de acordo com as do espécime selecionado na norma ASTM E8/8M 13a, adequada para CPs de tração de solda em tubos. O extensômetro disponível no laboratório, trabalha apenas com CPs na forma de chapa e que tenham 50 mm de comprimento útil.

A Figura 20 (a) mostra o CP formado na parede do tubo antes do corte. A Figura 20 (b) e (c) mostra os CPs do material na condição como recebido e soldado respectivamente, extraídos da parede do tubo e prontos para ensaio.

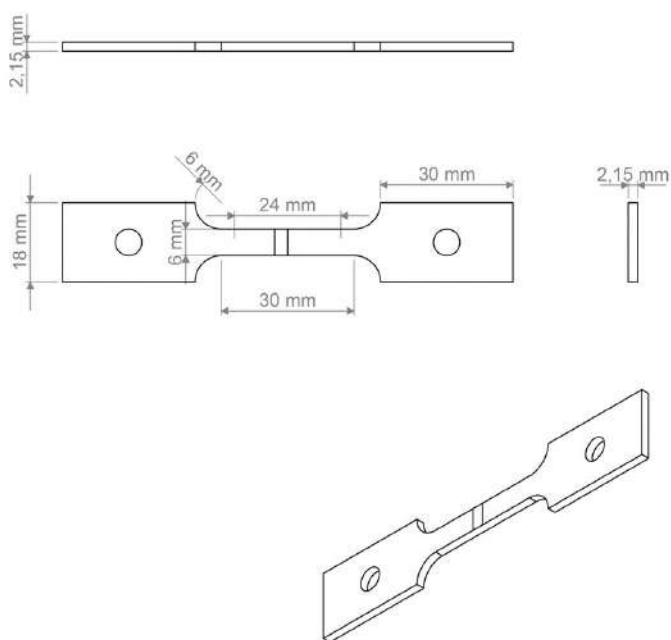


Figura 18 – Geometria do corpo de prova para ensaio de tração segundo norma ASTM E8/8M 13a.



Figura 19– Máquina Universal de tração Instron Série 23 EMIC.

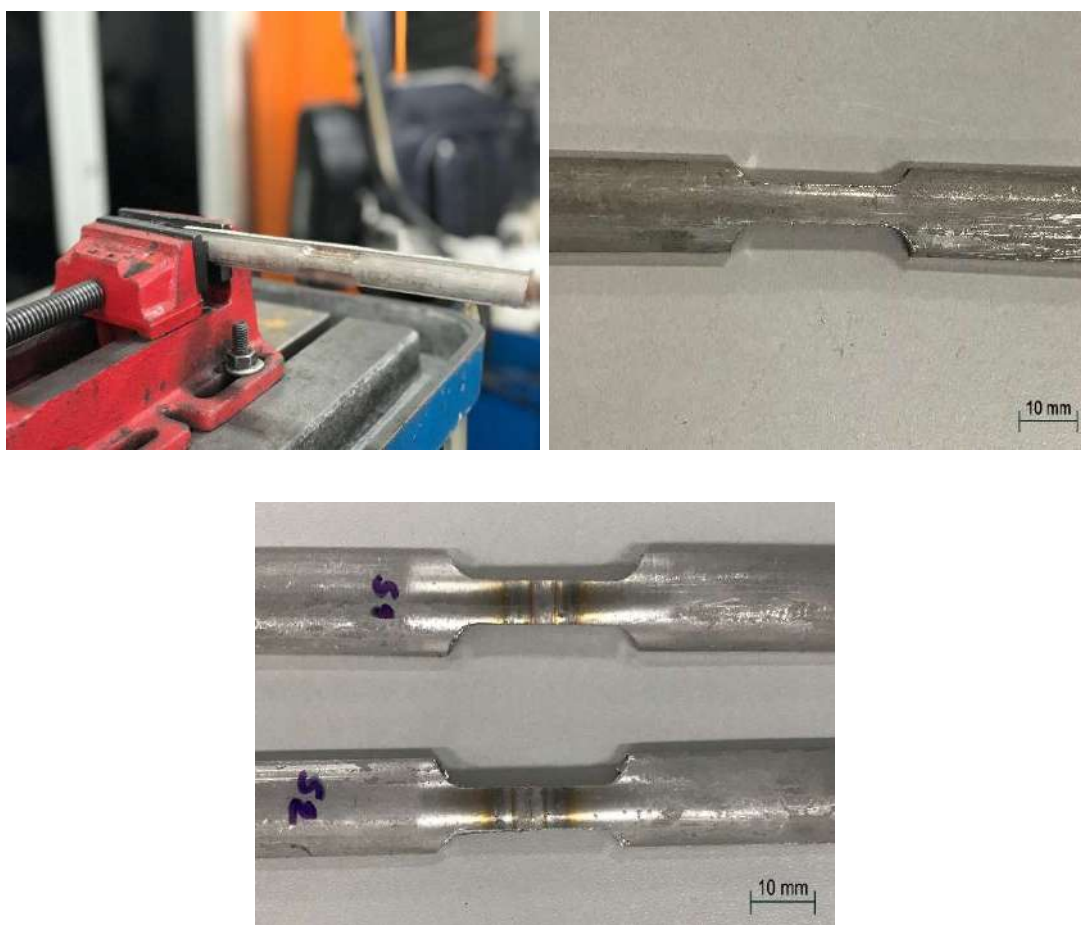


Figura 20 – Corpos de prova confeccionados: (a) CP formado na parede do tubo antes do corte, (b) CP do material na condição como recebido extraído da parede do tubo e (c) CPs do material soldado extraídos da parede do tubo.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Esse capítulo foi dividido em duas partes. As sessões de 4.1 a 4.6 retratam os resultados obtidos na soldagem da chapa de 316L e as sessões 4.7 a 4.10, os resultados obtidos na soldagem similar do tubo de 316L.

### 4.1. Caracterização Microestrutural do 316L na forma de chapa

A Figura 21 refere-se ao MB da amostra como recebida (S316LCR), atacada com reagente Água Régia. Observa-se uma microestrutura austenítica com presença de maclas de recozimento e grãos poligonais, típicos de uma estrutura cúbica de face centrada (CFC), bem como presença de pequenas bandas de ferrita- $\delta$ , assim como observaram também De Tiedra e Martín, 2013 [12]. Segundo a metodologia baseada na norma ASTM E112-10 [54], o tamanho de grão médio da austenita obtido para o MB foi de  $26 \pm 3 \mu\text{m}$ . O valor médio da dureza Vickers encontrado foi de  $174 \pm 9,0 \text{ HV}$  e a quantidade de ferrita- $\delta$  presente foi 6%, estando essa quantidade dentro do previsto pela literatura [64].

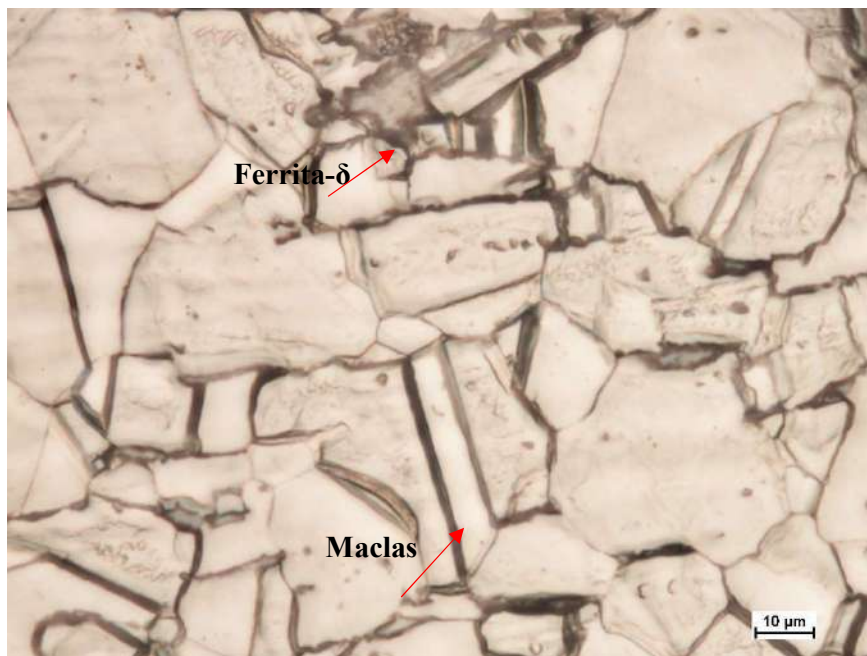


Figura 21– Microestrutura do MB da amostra S316LSCR evidenciando grãos austeníticos, maclas de recozimento e bandas de ferrita delta.

A Figura 22, mostra o MB das amostras soldadas atacado com Reagente Beraha modificado apresentando as mesmas características da microestrutura do S316LCR, Figura 21. Neste ataque a austenita é revelada em azul, e como é possível ver, se apresenta em predominância na microestrutura. Circulada em amarelo são as maclas de recozimento e situada nos contornos de grãos austenítico está a fase ferrita delta, na cor preta, presente em pequena quantidade.

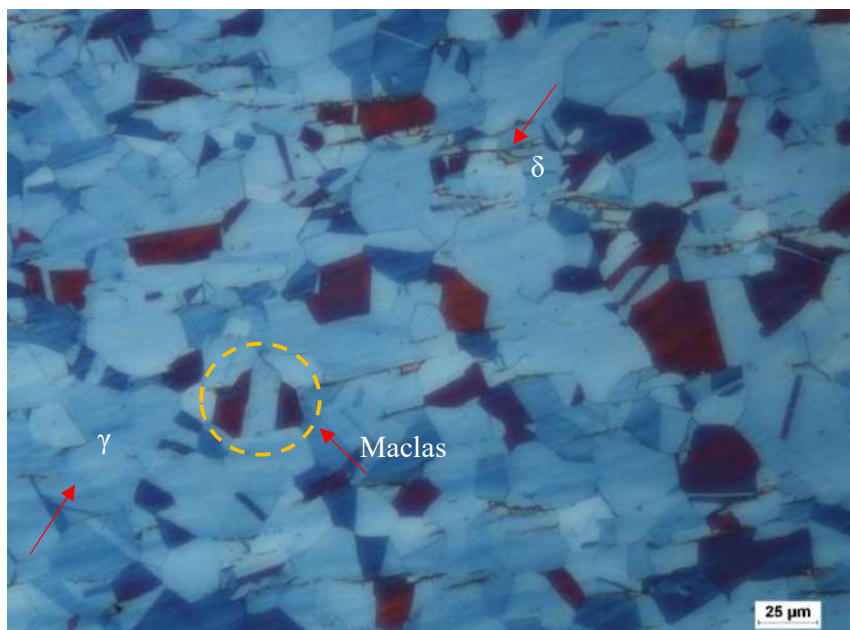


Figura 22– MB das amostras soldadas, atacado com Reagente Beraha modificado, apresentando as mesmas características da S316LCR.

A Figura 23, letras a, b e c, mostra as micrografias das amostras S316L04, S316L08 e S316L16 respectivamente. Elas evidenciam ZF com estrutura dendrítica para todos os aportes térmicos utilizados. As dendritas são formadas por austenita e ferrita delta.

Observa-se que as dendritas se apresentam, ao longo da microestrutura, com estrutura colunar (DC), em que a austenita (fase revelada em azul no ataque com Reagente Beraha), envolve a ferrita delta, presente nos seus limites. De acordo com a literatura, para os aços inoxidáveis do sistema Fe-Cr-Ni o processo de solidificação tem início com formação de dendritas de ferrita e/ou austenita, dependendo principalmente da composição química. Melo et al., 2007 [65] e Okamoto e Kishitake, 1975 [66] dizem que o crescimento dendrítico é a forma mais comum encontrada em materiais fundidos. Essa mesma microestrutura dendrítica do 316L soldado foi encontrada por Guilherme, 2011 [67].



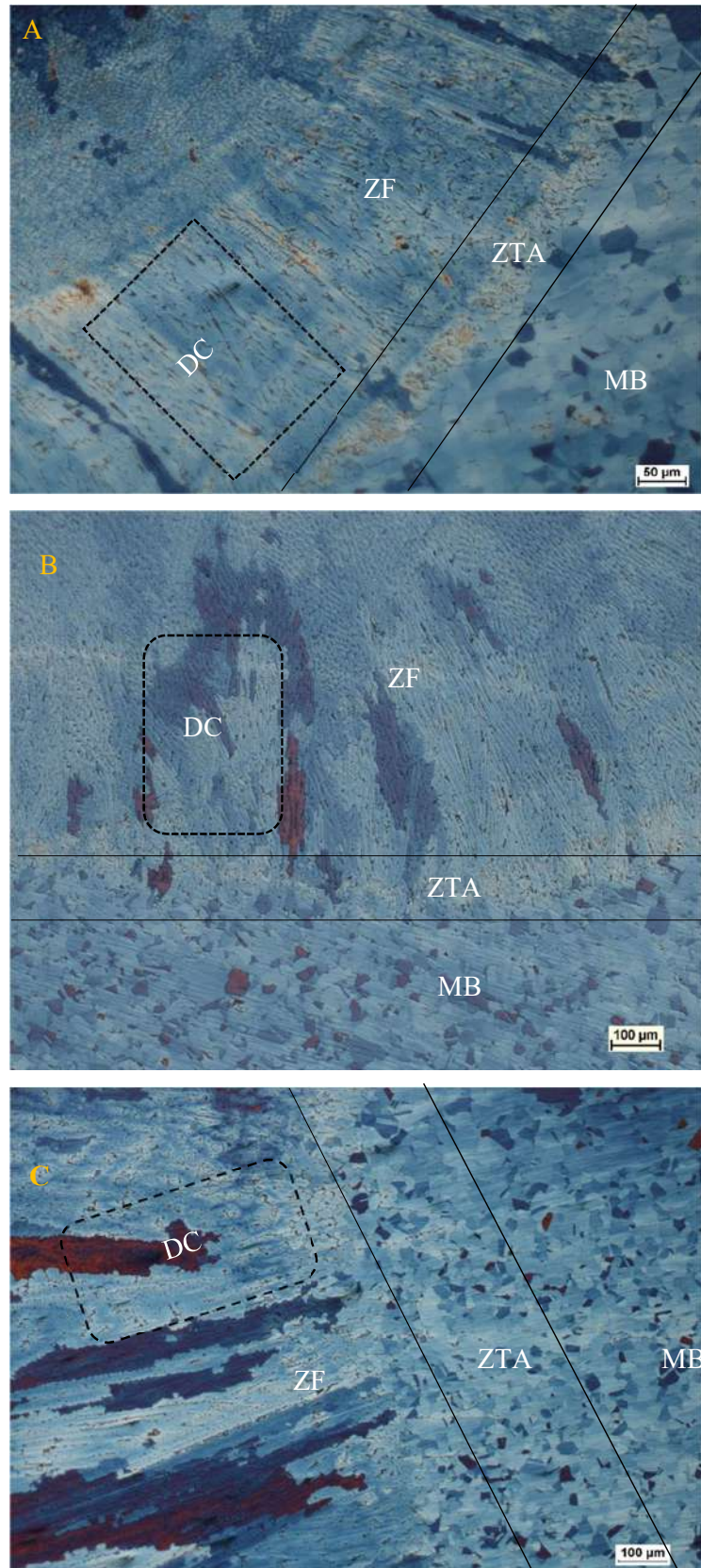


Figura 23– Micrografia do 316L das áreas da solda: MB, ZTA e ZF. (a) S316L04 (b) S316L08 e (c) S316L16.

O grau de refinamento das dendritas influencia nas propriedades mecânicas, na resistência à corrosão e nos tratamentos térmicos posteriores dos produtos fundidos. Para o caso das ligas metálicas que apresentam uma estrutura dendrítica, as propriedades dos produtos fundidos dependem dos espaçamentos primários e secundários [65]. Ressalta-se que neste trabalho foi abordado somente o espaçamento secundário.

O espaçamento secundário refere-se à distância entre os braços da dendrita e indica a velocidade de solidificação da microestrutura soldada. Quanto mais próximos os braços dendríticos estiverem um do outro, mais rápido significa que o material solidificou. O comportamento do 316L, analisado no presente trabalho frente aos diferentes aportes térmicos, apresentou conformidade com a literatura. Analisando os resultados, segundo a Tabela 5, foi possível observar que quanto menor o aporte térmico praticado, menor foi o espaçamento apresentado pela amostra, significando assim, resfriamento mais rápido da microestrutura, resultando em solidificação precoce. Por outro lado, observou-se que quanto maior o aporte térmico, maior foi o espaçamento. Esse fato deu-se à maior energia de soldagem imposta à amostra, expondo a microestrutura a uma temperatura mais elevada, o que conferiu tempo para a formação da austenita e assim acarretando em menor quantidade de dendritas ferríticas, proporcionando mais espaço na microestrutura. O aumento do espaçamento dendrítico secundário com o aumento do aporte térmico pode ser observado nas figuras 24, 25 e 26. Para esta análise foi utilizado o Reagente Água Régia, cuja composição encontra-se na Tabela 3, para melhor visualização da fase ferrita na microestrutura.

Tabela 5– Espaçamento Dendrítico Secundário

<b>Espaçamento Dendrítico (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	
<b>Amostra</b>	<b>Espaçamento Secundário (<math>\lambda_2</math>)</b>
S316L04	4,39 $\pm$ 1,1
S316L08	6,77 $\pm$ 1,2
S316L16	13,09 $\pm$ 1,1





Figura 24 – Microestrutura  $\gamma / \delta$  da ZF da amostra S316L04 evidenciando presença de  $\delta$  em morfologia Lathy e pequeno espaçamento dendrítico secundário.

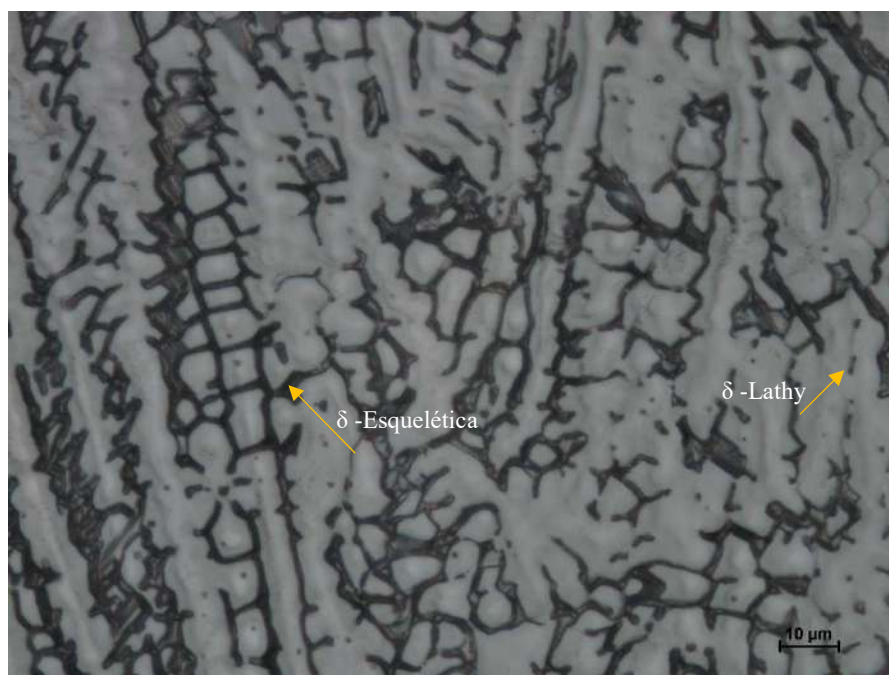


Figura 25 – Microestrutura  $\gamma / \delta$  da ZF da amostra S316L08 evidenciando presença de  $\delta$  em morfologia transitente entre Lathy e Esquelética com apreciável aumento do espaçamento secundário.



Figura 26– Microestrutura  $\gamma/\delta$  da ZF da amostra S316L16 evidenciando presença de  $\delta$  em morfologia Esquelética com evidente aumento do espaçamento secundário com o aumento do aporte térmico.

#### 4.2. Modo de Solidificação da microestrutura da solda do 316L

Através da Microscopia Eletrônica de Varredura utilizando a técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva - MEV/EDS, varreduras em linha foram realizadas para análise química das amostras onde se obteve, por meio das equações 1 e 2, o valor de 21% de cromo e 12% de níquel equivalentes. Interceptando esses resultados nos diagramas WRC [61], Figura 27, e Schaeffler [59], Figura 28, foi constatado que a microestrutura de solidificação do AIA 316L, ocorreu no modo FA, ou seja, a ferrita- $\delta$  é a fase primária, na forma dendrítica, e a austenita se forma posteriormente na interface ferrita/líquido, por intermédio de uma reação peritética [1] [68] na qual a ferrita é envolvida por austenita até o processo de solidificação se completar [30]. Mesmo modo de solidificação foi encontrado para o 316L por Kozuh et al., 2009 [64] e Melo et. al., 2007 [65] encontrou microestrutura ferrítica-austenítica para o AIA 304, significando que a solidificação se iniciou com precipitação de ferrita- $\delta$  e posteriormente, ocorreu sua transformação em austenita. Ademais, Brooks e Thompson, 1991 [1] dizem que os AIA com relação  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  de aproximadamente 1,5 ou mais solidificam como ferrita- $\delta$  primária. Corroborando com essa afirmativa, o valor da relação  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  para o 316L estudado foi de 1,75 atestando o modo FA de solidificação e confirmando o que esses autores afirmam ao dizerem que se  $1,48 < Cr_{eq}/Ni_{eq} < 1,95$  a solidificação ocorre no modo FA. Ainda em uso desses

marcadores e traçando-os no diagrama WRC [58] previu-se uma quantidade de 12 à 14% de ferrita- $\delta$  retida à temperatura ambiente na microestrutura das amostras analisadas, esperando ao final da solidificação uma microestrutura formada por uma fina mistura entre  $\delta$  e  $\gamma$ , como encontrou também Kozuh et al., 2009 [64]. Deve-se mencionar, contudo, que a ferrita- $\delta$  presente na microestrutura da solda do AIA à temperatura ambiente não é uma fase de equilíbrio, mas sim uma ferrita retida que não teve oportunidade cinética para mudar para austenita durante o resfriamento [31][69]. As Figuras 24, 25 e 26, apresentadas na sessão 4.1, exibiram a microestrutura da ZF ferrítica-austenítica apresentada por todas as amostras soldadas e atacadas com água régia.

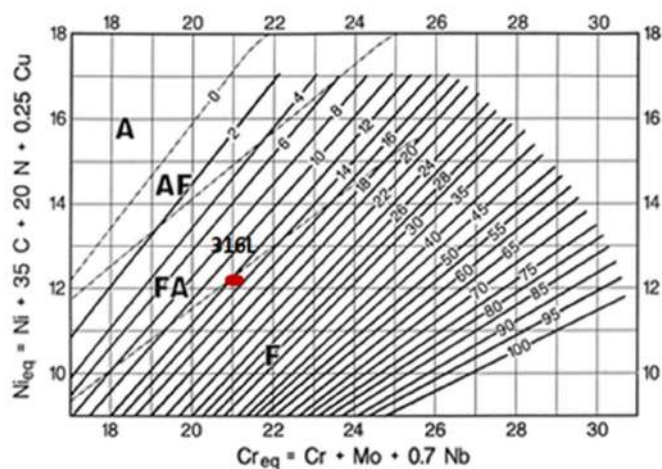


Figura 27– Diagrama WRC mostrando o modo de solidificação do 316L soldado por TIG Autógeno [58].

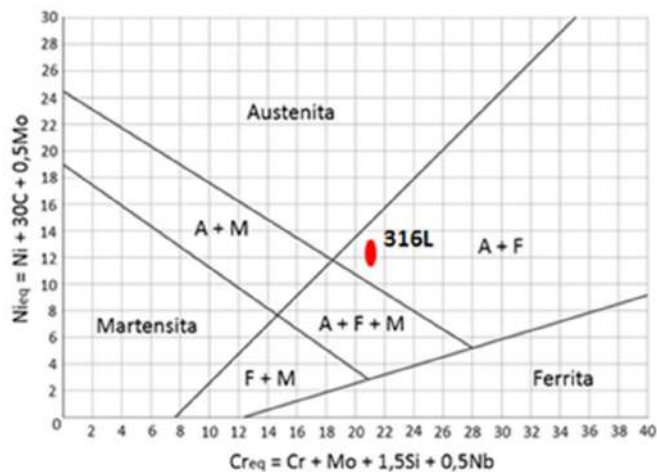


Figura 28– Diagrama de Schaeffler mostrando a microestrutura final do 316L composta por austenita e ferrita delta após solidificação.

### 4.3. Quantificação da Ferrita- $\delta$

As micrografias da ZF feitas por MO, das amostras soldadas e atacadas com Água Régia revelam uma fase escura e a uma fase clara, conforme mostram as Figuras 24, 25 e 26. Ocorre que neste ataque a ferrita- $\delta$  se revela escura e a austenita clara. Corroborando com essa análise, a técnica MEV/EDS quantificou em média  $20,1\% \pm 2,1$  em peso de cromo e baixa contagem de níquel ( $7,3 \pm 1,6$ ), para a fase escura, conforme mostra a Figura 29 e Tabela 6, o que confirmou ser realmente ferrita- $\delta$ , pois ela é rica em cromo e empobrecida de níquel.

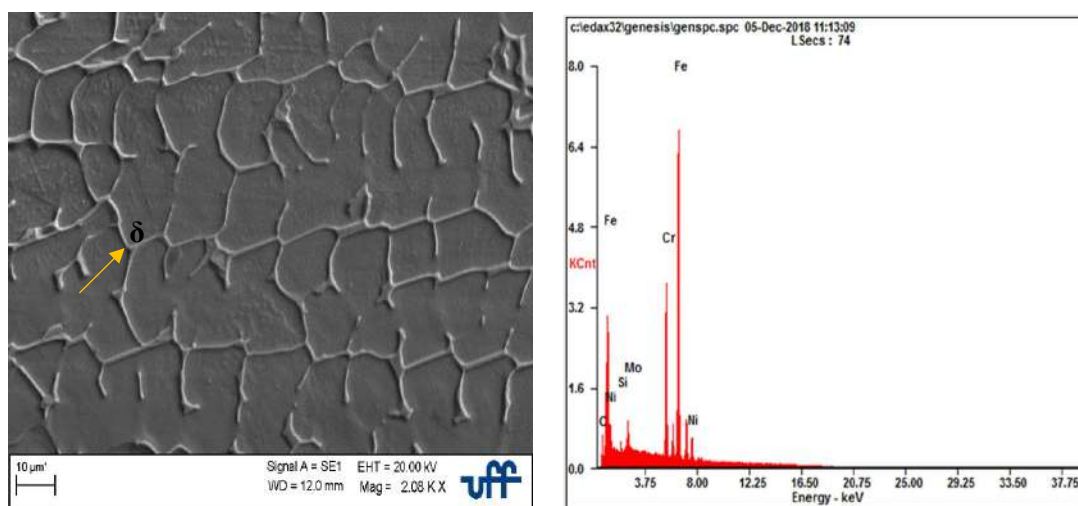


Figura 29 – Técnica MEV/EDS do núcleo da dendrita ferrítica apontando média de  $20,1\% \pm 2,1$  em peso de Cromo e baixa contagem de Níquel.

Tabela 6 – Análise da Composição da Dendrita

Elemento	Peso em Massa
Ferro	$68,8 \pm 2,1$
Cromo	$20,1 \pm 2,2$
Níquel	$7,3 \pm 1,6$
Molibdênio	$2,5 \pm 0,8$

Analisando a fração volumétrica de ferrita- $\delta$  em relação ao aporte térmico, a Figura 30 mostra que quando o processo de soldagem usou o menor aporte, houve uma evidente retenção da fase escura na região da solda. Isso pode ser visto na micrografia do S316L04, Figura 24, que experimentou o menor aporte térmico com maior taxa de resfriamento, mostrando notável

quantidade de ferrita- $\delta$ , se comparado com a amostra S316L16, Figura 26. De acordo com a literatura [70], a baixa energia de soldagem, proporciona uma ferritização acentuada, devido à alta velocidade de resfriamento, o que causa repressão da transformação da ferrita- $\delta$  em austenita. Assim, a presença da ferrita- $\delta$  era de fato esperada ser em considerável quantidade. Outro fator igualmente relevante com relação à quantidade de ferrita- $\delta$  é a composição química da liga. A microestrutura do 316L solidificou no modo FA, com alta relação  $C_{req}/N_{req}$ , tendo 21% de cromo e 12% Níquel. O cromo é um elemento promotor de ferrita, forte influenciador da quantidade que estará presente na microestrutura solidificada após a solda. Outro destaque se dá paralelamente, à presença do Mo na composição do 316L, sendo este também, um elemento alfacênico. De acordo com a literatura, os elementos de liga estabilizadores de ferrita e austenita são ajustados para produzir um metal de solda com 5 a 10% de ferrita- $\delta$  a fim de evitar trincas de solidificação a quente [34-35]. Contudo em aplicações recentes verificou-se que AIA forjados e solubilizados, contendo Mo, apresentavam fração de ferrita- $\delta$  acima do esperado, fato evidenciado inicialmente pelo comportamento ferromagnético das amostras analisadas [12]. O 316L estudado, apresentou, para o menor aporte térmico (0,4 KJ/mm),  $16\pm 4\%$  de ferrita- $\delta$ , amostra S316L04, como pode ser observado na Figura 30, estando esta quantidade ligeiramente superior à esperada, se confrontado com o que reporta a literatura citada acima, [71][11]. No entanto, associa-se essa quantidade justamente ao aporte térmico aplicado na amostra, sendo este o menor entre os três aportes térmicos utilizados, com alta taxa de resfriamento dificultando assim a cinética da transformação da ferrita em austenita. Desta maneira, cabe ressaltar que a quantidade de ferrita- $\delta$ , para a mostra S316L04 foi superior à faixa de 5 à 10% [11], porém ainda uma quantidade adequada e suficiente para evitar trincas de solidificação a quente, como concorda Lippold e Kotecki, 2005 [14] que recomendam uma quantidade de 3 à 20% de ferrita- $\delta$  no metal de solda, uma vez que elas são um dos maiores problemas associados com a soldagem dos AIA [72]. Como pode ser visto, nenhuma trinca foi observada nas micrografias, como também não foram observadas fases deletérias na microestrutura, o que muito provavelmente se deu devido ao curto período de tempo que o material foi exposto à temperatura elevada da soldagem, condição recomendada para a soldagem dos AIA, pois segundo Kain & De, 2003 [73] o que leva à tendência da formação de fases intermetálicas fragilizantes, principalmente fase sigma é o envelhecimento, ou seja, a exposição à trabalhos prolongados de juntas soldadas em temperaturas acima de aproximadamente 315°C o que não ocorreu neste caso, pois para os AIA recomenda-se utilizar baixo aporte térmico para que o resfriamento seja rápido justamente para não fragilizar a microestrutura, como abordado nas sessões anteriores. Portanto, o aporte térmico apresentou

influência direta na fração volumétrica de ferrita- $\delta$  retida na microestrutura de solda do 316L. Para maiores valores de aporte térmico 0,8 KJ/mm e 1,6 KJ/mm, houve queda na quantidade de ferrita- $\delta$ , uma vez que a taxa de resfriamento mais lenta favoreceu a cinética da transformação ferrita/austenita, como concluíram também Silva et al., 2017 [70] e Fonseca et al., 2017[74] em seu trabalho.

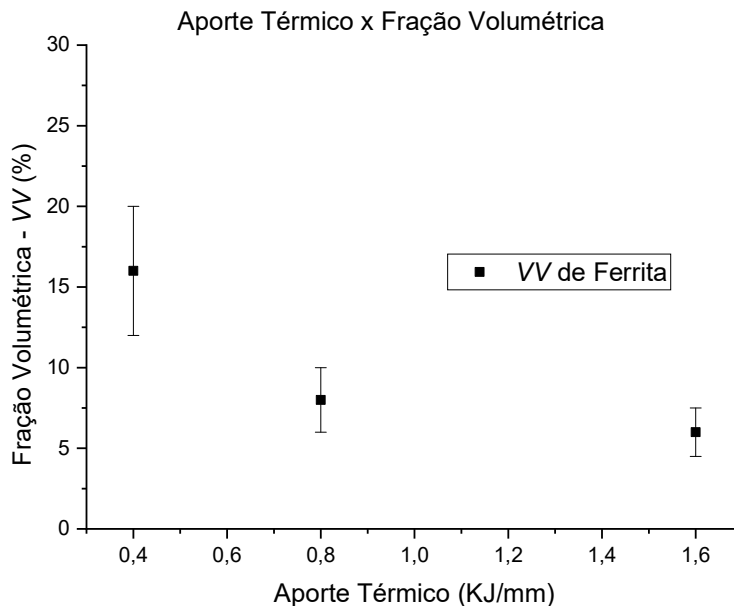


Figura 30 – VV de Ferrita-  $\delta$  da área da solda das amostras mostrando redução da quantidade de ferrita delta com o aumento do aporte térmico.

#### 4.4. Morfologia da Ferrita Delta

A literatura prevê pelo menos duas morfologias diferentes para a ferrita-  $\delta$  dos AIA. Uma com curvas e formas suaves nomeada esquelética ou vermicular e a outra em formas semelhantes a ripas (Lathy). A ferrita- $\delta$  da ZF do S316L04 apresentou morfologia Lathy, Figura 24. A ZF do S316L08, Figura 28 apresentou ferrita-  $\delta$  com ambas morfologias, o que também é previsto pela literatura, pois Takalo et. al., 1976 [75] diz que muitas vezes ambas morfologias existem lado a lado na mesma solda. A microestrutura da ZF da amostra S316L16, por sua vez, apresentou ferrita- $\delta$  de morfologia totalmente esquelética, como pode ser visto na Figura 26. Galvis, E. e Hormaza, 2011 [76] e Fonseca et al., 2017 [74] também encontraram essas duas morfologias para ZF do AIA 304.

De acordo com a literatura, existe claramente uma relação direta entre fração volumétrica e a morfologia da ferrita. Quando a quantidade de ferrita é baixa a morfologia

esquelética é dominante e quando a quantidade é alta, maior que 13%, a Lathy predomina [75]. Assim, analisando esses resultados, foi possível observar uma evolução gradativa da morfologia da ferrita-  $\delta$ . Com o aumento do aporte térmico a fração volumétrica da ferrita foi sendo reduzida, uma vez que para resfriamentos mais lentos a austenita tende a consumir a ferrita reduzindo sua quantidade, como pode ser visto na Figura 30, e assim a morfologia foi se transformando paulatinamente de Lathy para esquelética, passando de subestruturas mais finas para uma subestrutura de solidificação mais grosseira e mais amplamente espaçada, como pode ser visualmente identificado ao longo das Figuras 24 à 26.

#### 4.5. Microdureza Vickers das amostras soldadas

A Figura 31 apresenta o perfil de dureza realizado nas áreas ZF, ZTA e MB para todos os aportes térmicos. Analisando o gráfico, é possível observar que houve uma elevação do valor da dureza nas áreas da solda em relação ao MB com dureza média de  $173 \pm 9,0$  HV, sendo a amostra S316L04, a que apresentou maior diferença entre suas áreas e entre as demais amostras. Examinando as curvas individualmente e comparando as suas diferentes regiões, observa-se na amostra S316L04, curva azul, um pico de 266 HV na ZTA, sendo este valor maior que o máximo pico encontrado na ZF desta mesma amostra, que foi de 262 HV. Esse maior pico pode ser justificado, pelo fato de que a ZTA possui menor espaçamento entre as dendritas de ferrita e por tanto a medida da propriedade dureza pode ter sido realizada em cima de uma ilha de ferrita delta, fato que fez com que elevasse o seu valor. Especificamente nesta amostra, nota-se uma discrepância (salto) entre o último ponto medido no MB e o primeiro ponto medido na área da solda. A diferença de valor de dureza entre a região da solda (ZTA + ZF), com média de  $236 \pm 15$  HV e o MB, com média de  $173 \pm 9$  HV, deve-se à presença da ferrita delta em maior quantidade nessas áreas (ZTA + ZF), do que no MB, como discutido na sessão 4.1 que quantificou apenas 6% de ferrita delta no MB e a sessão 4.3, Figura 30, que encontrou 16% de ferrita delta para a área da solda da amostra S316L04.

A amostra S316L08 obteve em média dureza de  $189 \pm 9$  HV na área da solda, não estando esse valor distante do maior pico encontrado no MB 191 HV, com média geral de  $173 \pm 9$  HV. O maior pico encontrado na ZTA foi de 226 HV, se igualando com o pico encontrado na ZF 227 HV. O significado desses picos encontra-se também na presença da ferrita delta nessas áreas, sendo a microestrutura da solda formada por 8% de ferrita delta que não obteve tempo suficiente para ser transformar em austenita.

A amostra S316L16, curva cinza, por sua vez, apresenta um perfil de dureza ainda mais uniforme, pouco variando entre o MB e as áreas da solda. A área da solda obteve média de  $183\pm 7\text{HV}$ , sendo o maior pico de  $203\text{HV}$  e maior vale de  $170\text{HV}$ . Esse fato se explica pelo motivo de haver mais grãos austeníticos formados, pois como essa amostra experimentou o maior aporte térmico, o resfriamento ocorreu de forma consideravelmente mais lenta do que a amostra S316L04 e S316L08, dando tempo hábil para que a fase austenita consumisse a ferrita, ocupando seu lugar por direito na matriz, gerando menor quantidade de ferrita ao final da solidificação e maior espaçamento dendrítico, como apresentado na Tabela 5 e de fácil visualização na Figura 26, apresentada anteriormente na sessão 4.1, reduzindo assim o valor da dureza.

Em fim comparando as curvas entre si, observa-se que a amostra S316L04 apresentou maior valor de dureza, chegando em média a  $236\pm 16\text{HV}$  na área da solda. Assume-se que essa diferença se deu tanto pelo resfriamento que ocorreu mais rapidamente nesta amostra, do que o ocorrido nas amostras S316L08 e S316L16 quanto pela maior quantidade de ferrita presente na sua microestrutura [77], e também pelo menor espaçamento dendrítico apresentado pela mesma [48]. Assim, entende-se que o aporte térmico manipula essa propriedade nas partes soldadas porque a estabilidade austenita/ferrita é relacionada com a taxa de resfriamento, uma vez que quanto maior a taxa, mais reprimida será a transformação ferrítica/austenita, assim como concorda o trabalho de Mohammed et al., 2017 [48] e uma maior quantidade de ferrita permanecerá na microestrutura aumentando a dureza. A conformidade dos resultados do presente trabalho com a literatura, se revelou íntegra, pois de acordo com os valores obtidos, quanto maior o aporte térmico aplicado, menor foi a quantidade de ferrita-  $\delta$  e menor foi a dureza das áreas. A amostra S316L16 obteve média de dureza de  $183\pm 7\text{HV}$  na área da solda, ao passo que a amostra S316L04, de menor aporte térmico e maior quantidade de ferrita-  $\delta$ , obteve média de  $236\pm 16\text{HV}$ . Sendo assim, foi possível concluir que o aumento no aporte térmico, causou redução na dureza do material, assim como um baixo aporte térmico, eleva a mesma, o que está de acordo com o resultado obtido por Dong et al., 2014 [78].



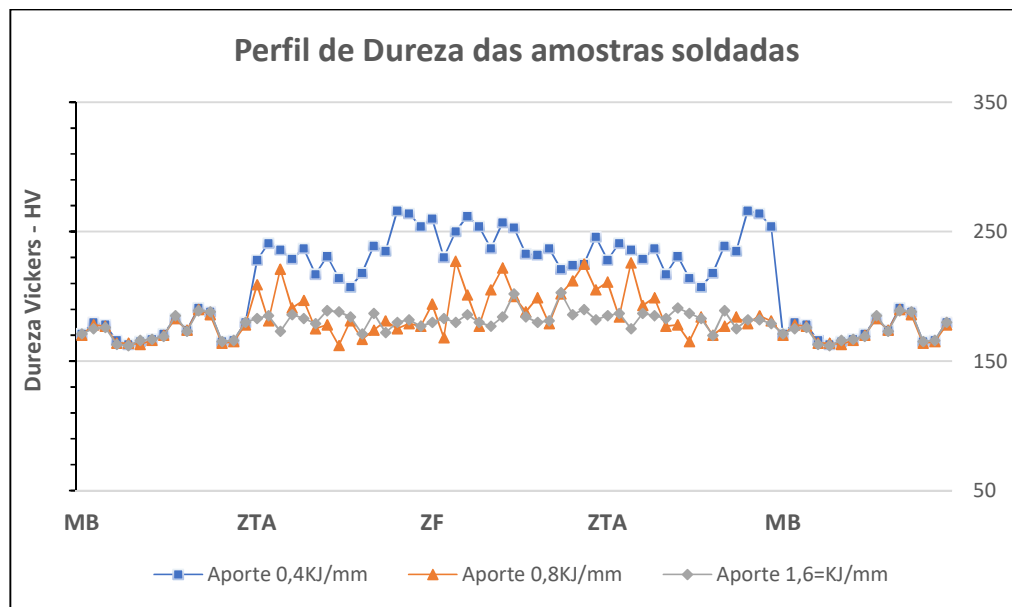


Figura 31 Perfil de dureza das amostras soldadas

#### 4.6. Teste DL-EPR e Análise da CIG

Durante o teste DL-EPR o eletrodo de trabalho foi imerso em uma solução de 2M  $H_2SO_4$  + 1,5 M HCl a fim de simular um ambiente de extrema agressividade. Em cada amostra o teste foi feito pelo menos três vezes a fim de garantir a reprodutividade dos resultados. As curvas do DL-EPR são mostradas na Figura 32 e 33 e os valores de DOS apresentados na tabela 7. A máxima corrente de ativação ( $I_a$ ) é gerada quando o filme passivo se forma na varredura inicial. A redução de  $I_a$  ocorre com a formação do filme de passivação. Na região de passivação, um filme óxido protetor se forma como resultado da reação entre os íons metálicos liberados da superfície da amostra e a água. Quando o potencial de varredura decresce na região ativa durante o processo de varredura reversa, o pico de corrente de reativação ( $I_r$ ) aparece com a quebra do filme protetor do contorno de grão. De acordo com Qin et al., 2017 [8], a formação de  $I_r$  resulta da quebra do filme passivo nas regiões empobrecida de cromo no processo de polarização anódica.

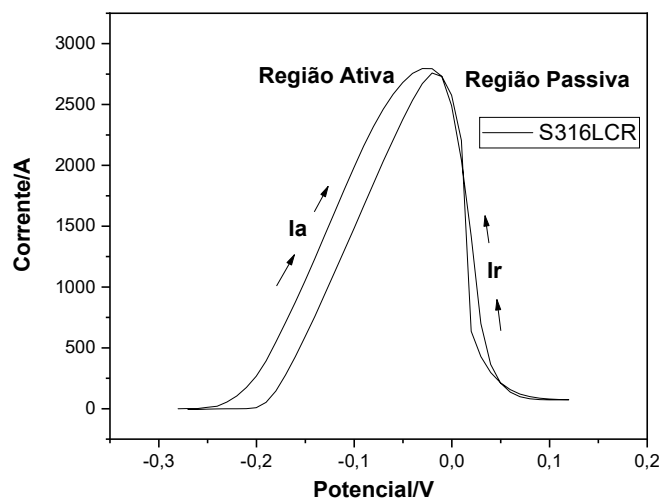


Figura 32– Curva típica do DL-EPR do material como recebido.

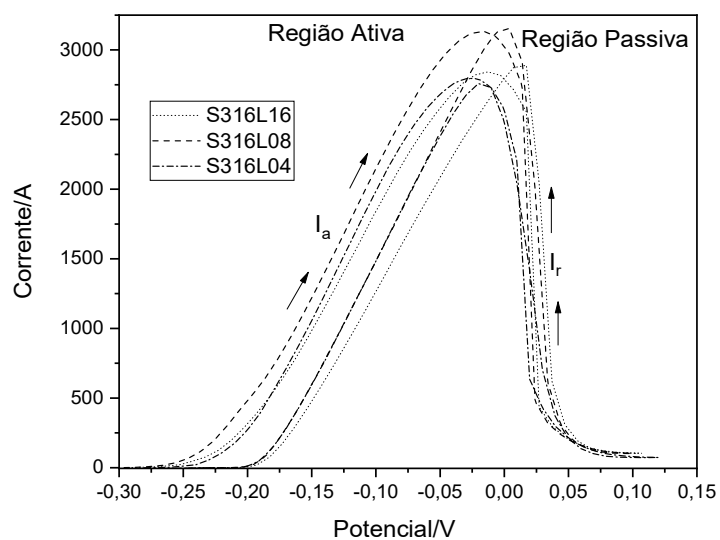


Figura 333 – Curva típica do DL-EPR das amostras soldadas.

Tabela 7- Valor de DOS pelo teste DL-EPR para a amostra S316LCR e amostras soldadas por TIG autógeno

Amostra	Corrente de Ativação $I_a$ (A/cm <sup>2</sup> )	Corrente de Reativação $I_r$ (A/cm <sup>2</sup> )	DOS ( $R_a=I_r/I_a$ )
S316LCR	$2.76 \times 10^{-1}$	$2.80 \times 10^{-1}$	1.01
S316L04	$2.11 \times 10^{-1}$	$2.14 \times 10^{-1}$	1.02
S316L08	$3.13 \times 10^{-1}$	$3.15 \times 10^{-1}$	1.00
S316L16	$2.84 \times 10^{-1}$	$2.89 \times 10^{-1}$	1.02

Analisando os resultados e o efeito da solução sobre a microestrutura, as Figuras 32 e 33 mostram que as curvas dos gráficos se igualaram gerando DOS de 100%, Tabela 7, significando na teoria, elevado grau de sensibilização e ocorrência de CIG. Contudo, ao analisar via microscopia eletrônica de varredura, a microestrutura antes do teste, Figuras de 34 a 40 e após o teste DL-EPR, foi possível observar que depois do teste houve de fato a quebra do filme passivo em toda a extensão tanto do material como recebido, Figura 41 quanto do material soldado, Figuras de 42 a 47. Porém duas observações precisam ser feitas: (1) analisando o material como recebido, Figura 41 é possível observar que a superfície ficou rugosa em toda extensão que ficou em contato com a solução, porque houve a quebra da camada passiva, no entanto, tanto o núcleo dos grãos quanto seus contornos permaneceram íntegros. Não houve surgimento de valas nos contornos de grãos, o que classificaria o material como sensibilizado, caso esse fenômeno ocorresse [7][4]. Além do mais, o ataque nos contornos de grãos acontece mais facilmente quando há quantidade de cromo abaixo de aproximadamente 12% [17] o que não ocorreu neste caso, pois a técnica MEV/EDS feita no material como recebido após o teste de corrosão, realizada em uma varredura em linha, revelou 18,3% em peso de cromo para toda a área analisada, conforme mostram a figura 48 e Tabela 8. (2) analisando a micrografia da ZTA, Figuras de 42 a 44; e ZF, Figuras de 45 a 47, em um primeiro olhar percebe-se um ataque bastante agressivo para todos os aportes térmicos aplicados. Porém, em um olhar mais crítico, observa-se que apenas a austenita foi corroída pela solução.

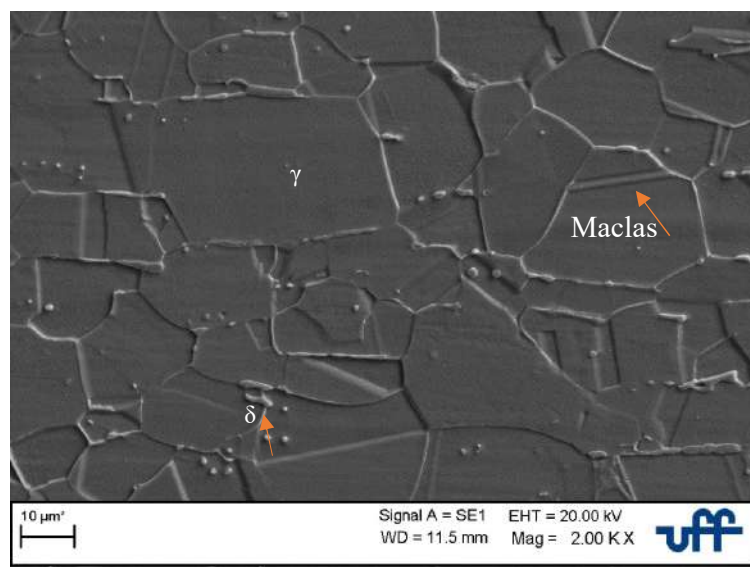


Figura 34— Micrografia da amostra S316LCR antes do teste DL-EPR, evidenciando grãos austeníticos, presença de ferrita delta nos contornos de grãos e maclas de recozimento.

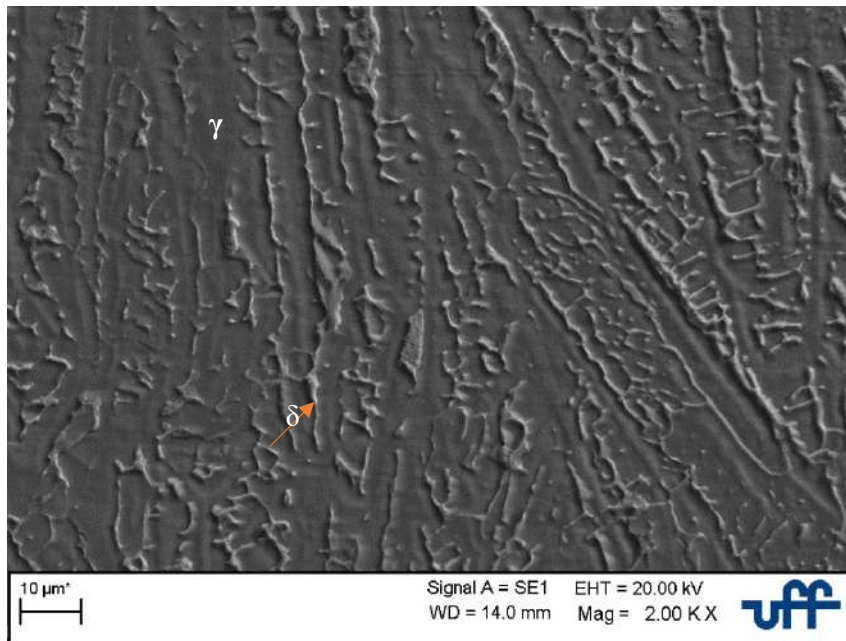


Figura 35– Micrografia da ZF da amostra S316L04 antes do teste DL-EPR apresentando integridade das fases austenita e ferrita delta.

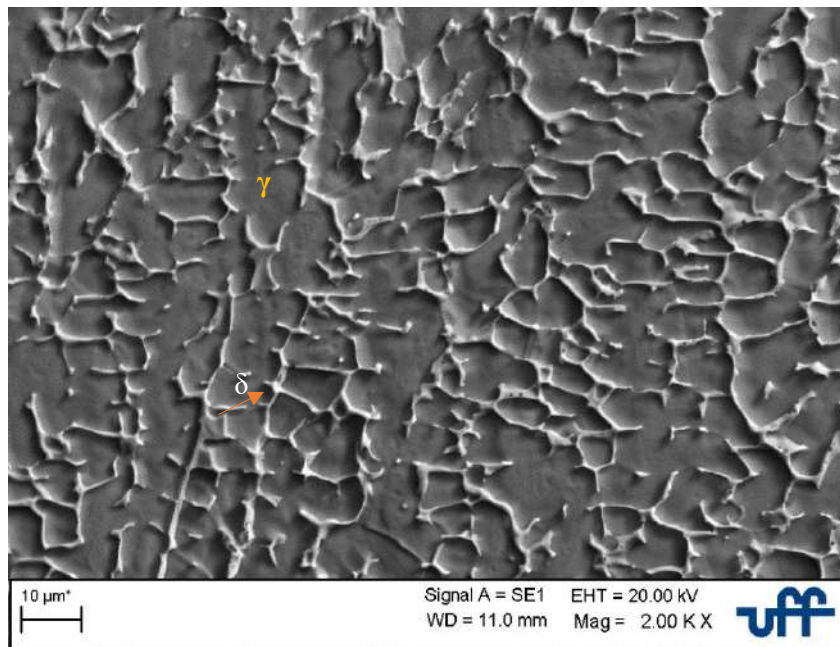


Figura 36– Micrografia da ZF da amostra S316L08 antes do teste DL-EPR apresentando integridade das fases austenita e ferrita delta.

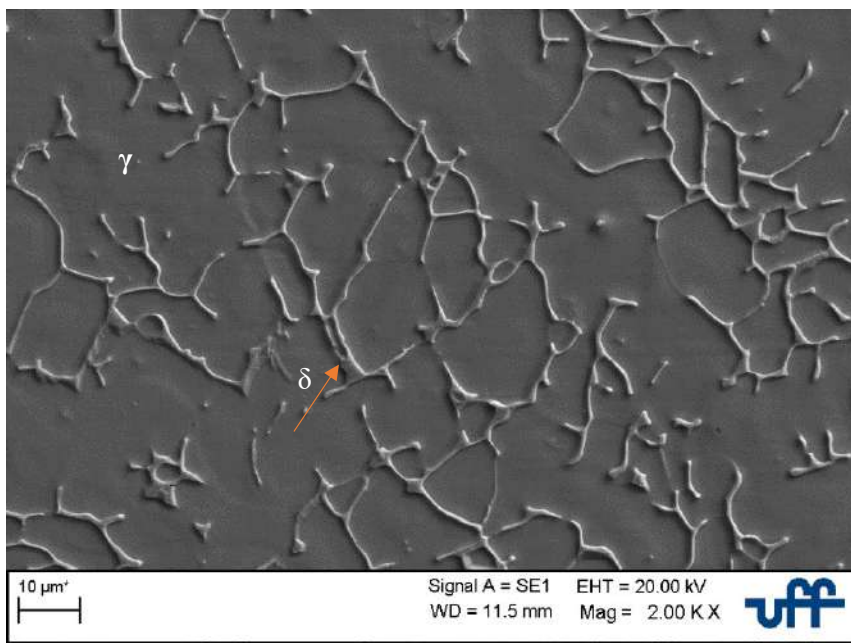


Figura 37– Micrografia da ZF da amostra S316L16 antes do teste DL-EPR apresentando integridade das fases austenita e ferrita delta.

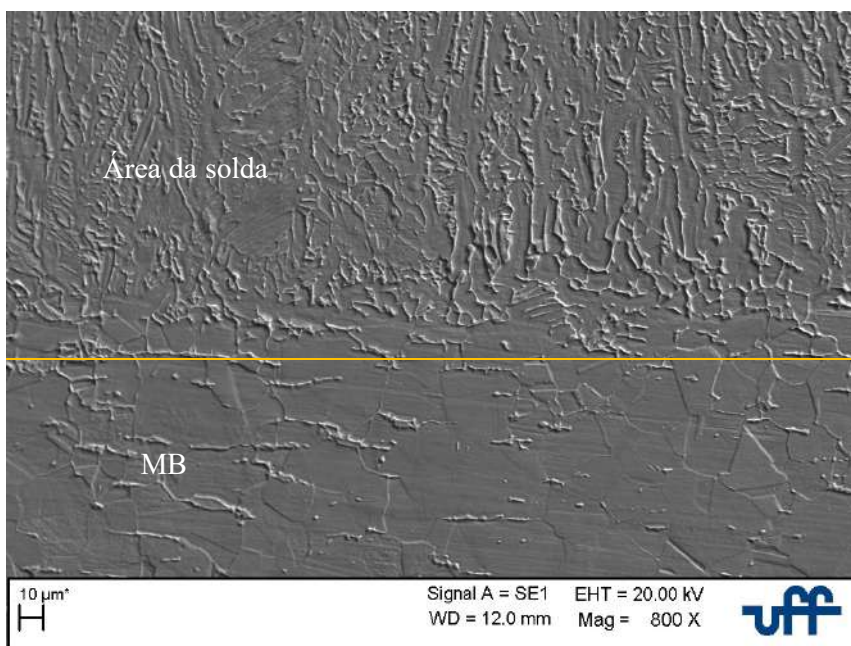


Figura 38 – Micrografia da ZTA da amostra S316L04 antes do teste DL-EPR apresentando integridade da microestrutura



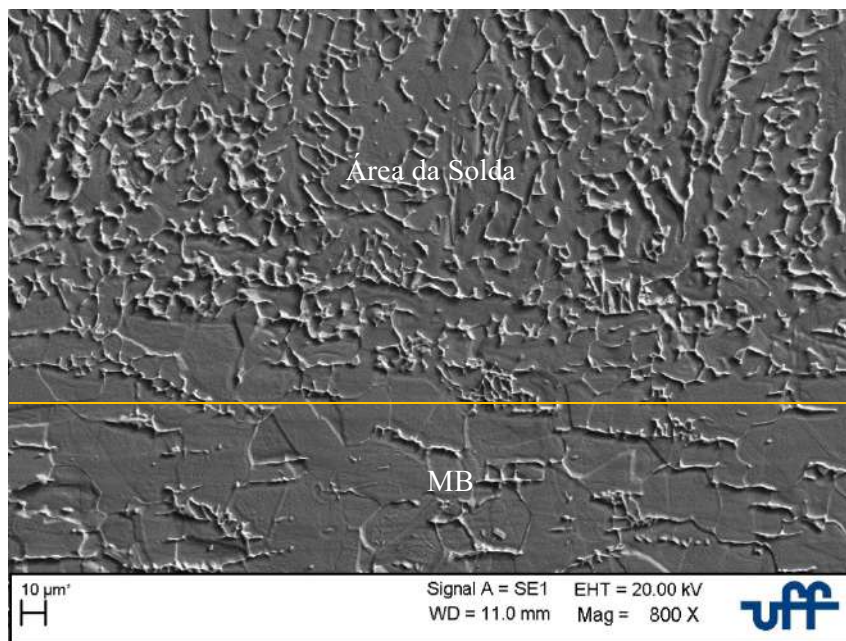


Figura 39– Micrografia da ZTA da amostra S316L08 antes do teste DL-EPR apresentando integridade da microestrutura.

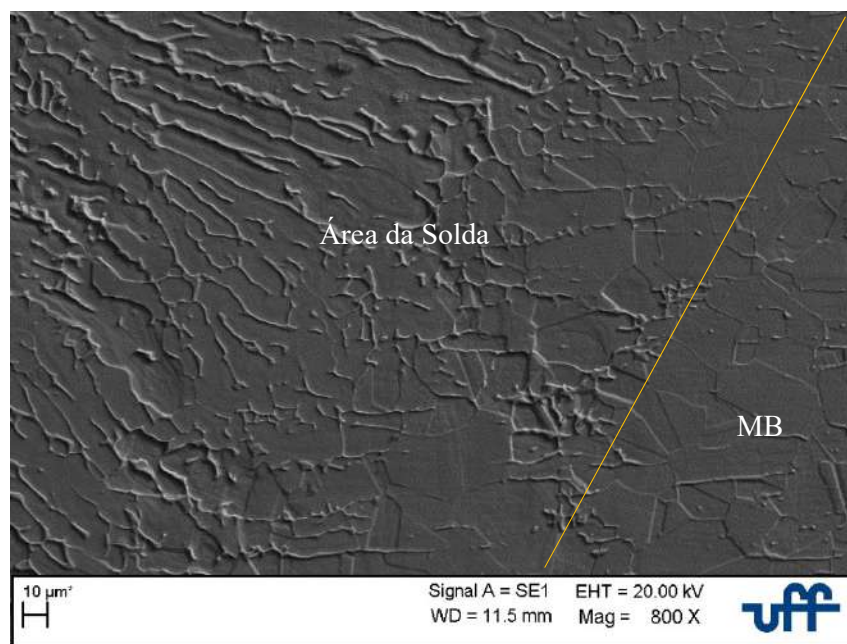


Figura 40– Micrografia da ZTA da amostra S316L16 antes do teste DL-EPR apresentando integridade da microestrutura.

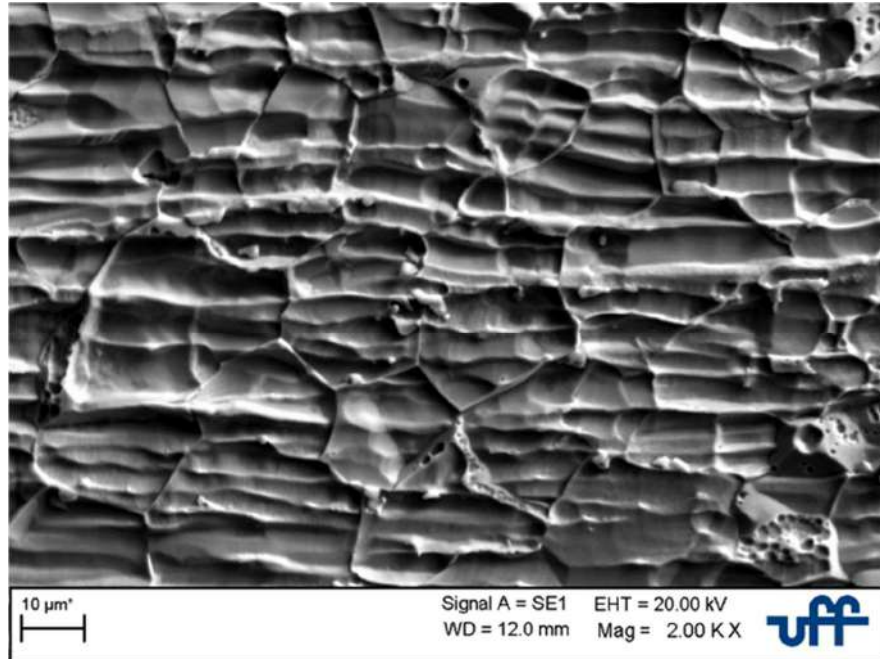


Figura 41– Micrografia do MB da amostra S316LCR após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva.

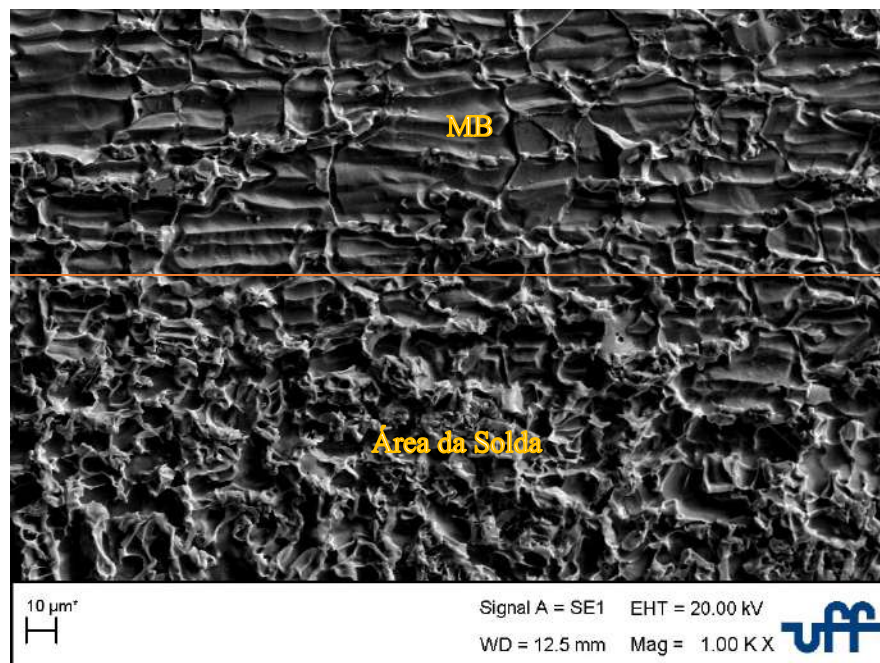


Figura 42– Micrografia da amostra S316L04 após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva no MB e corrosão uniforme no grão austenítico na região da solda.

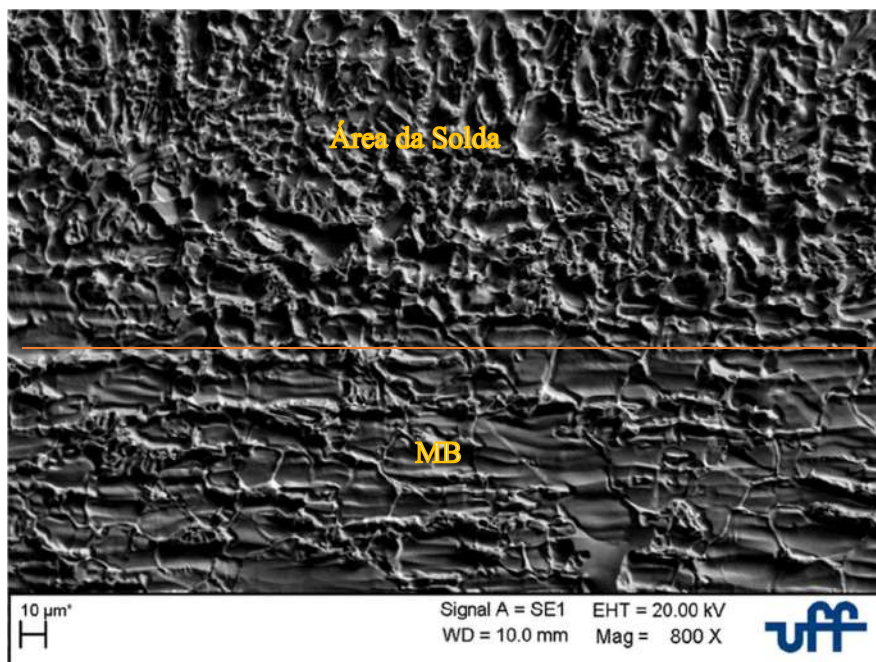


Figura 43— Micrografia da amostra S316L08 após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva no MB e corrosão uniforme no grão austenítico na região da solda

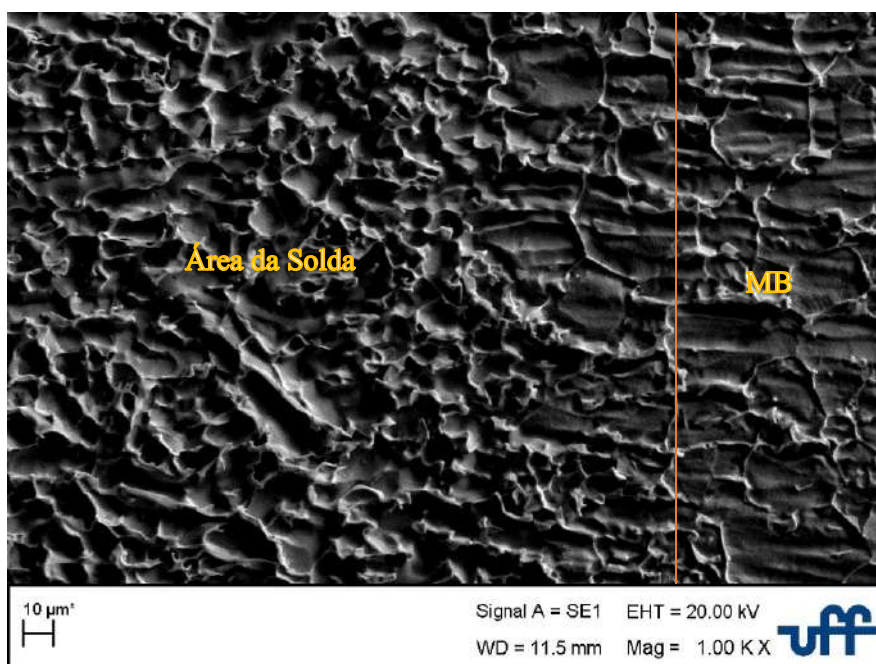


Figura 44— Micrografia da amostra S316L16 após o teste DL-EPR apresentando quebra da camada passiva no MB e corrosão uniforme no grão austenítico na região da solda.



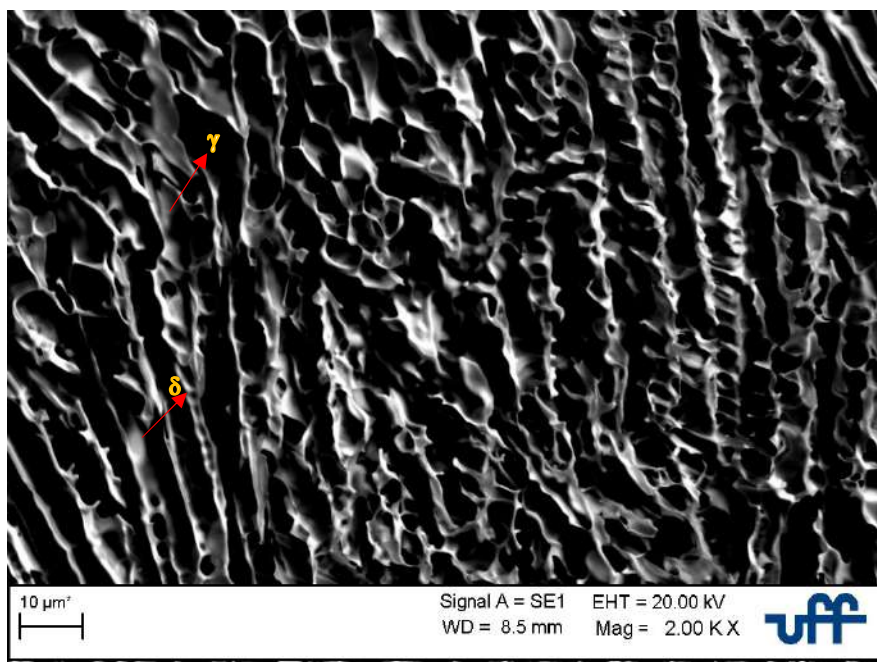


Figura 45– Micrografia da ZF da amostra S316L04 após teste DL-EPR apresentando corrosão uniforme no grão austenítico e integridade da fase ferrita delta.

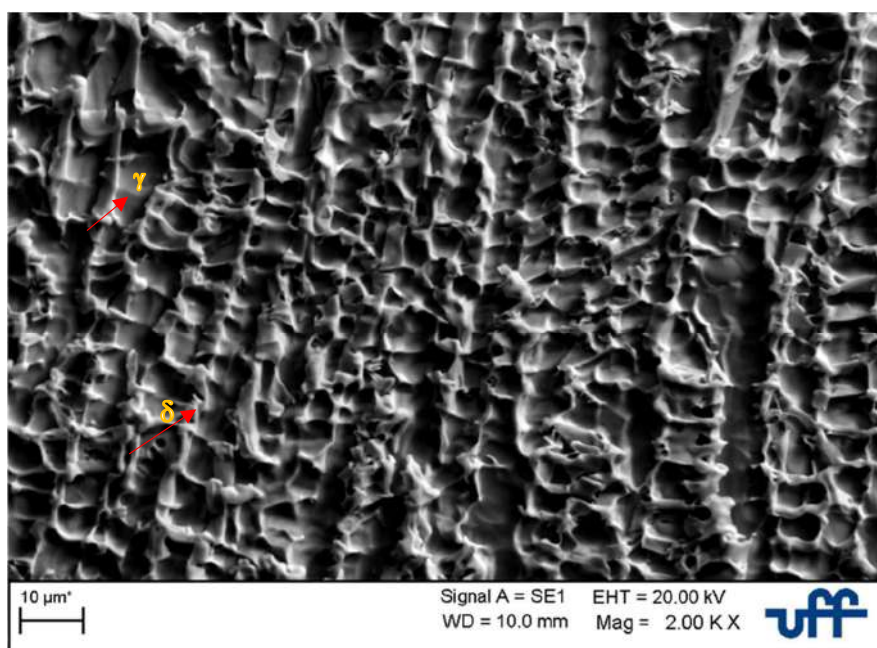


Figura 46– Micrografia da ZF da amostra S316L08 após teste DL-EPR apresentando corrosão uniforme no grão austenítico e integridade da fase ferrita delta.

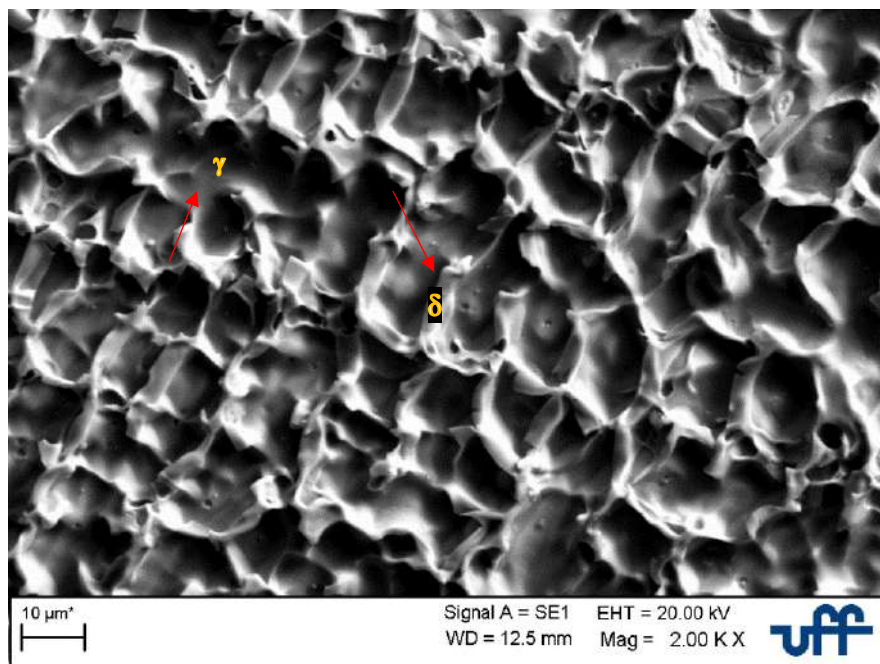


Figura 47– Micrografia da ZF da amostra S316L16 após teste DL-EPR apresentando corrosão uniforme no grão austenítico e integridade da fase ferrita delta.

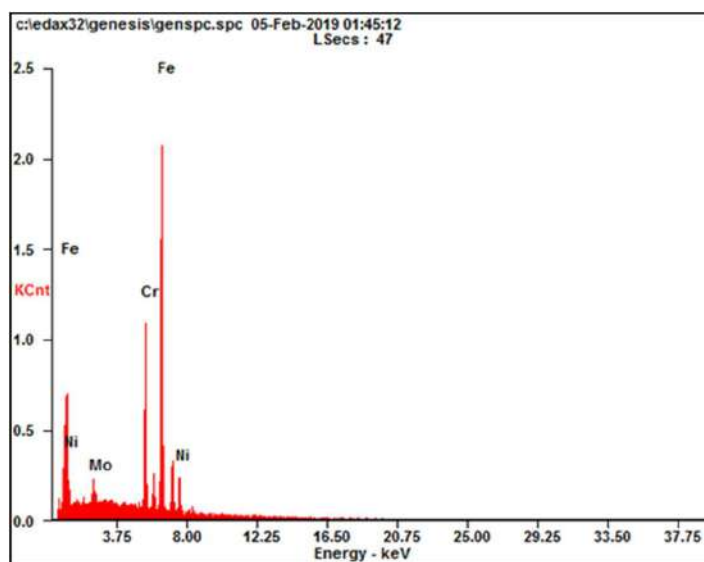


Figura 48– MEV/EDS da amostra como recebida após teste DL-EPR

Tabela 8 – Análise da Composição da amostra S316L16 após teste DL-EPR

Elemento	Peso em massa
Ferro	69.9± 3,8
Cromo	18.3± 1,9
Níquel	09.2± 2,4
Molibdênio	02.2± 1,2

A Figura 49, mostra a interface da microestrutura que separa a região onde o teste foi realizado e a região onde não havia contato com a solução. Na Região 1,  $\gamma$  e  $\delta$  coexistem em um fino balanço e na Região 2, percebe-se a  $\gamma$  já corroída pela solução e a  $\delta$  resistente ao ataque.

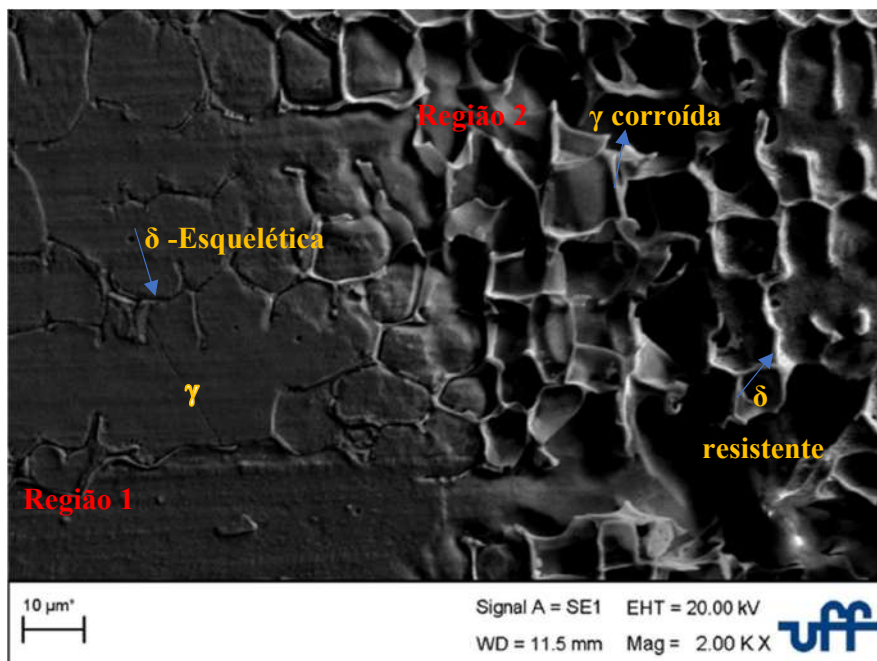


Figura 49– Região 1:  $\gamma$  e  $\delta$  esquelética conservadas e Região 2:  $\gamma$  corroída pela solução e  $\delta$  esquelética resistente.

Assim, buscando investigar e entender o motivo que levou a austenita a ser corroída e a ferrita não sofrer corrosão, uma nova análise via MEV/EDS foi realizada com o objetivo de quantificar a porcentagem de cromo presente em cada uma dessas fases. A técnica quantificou para a ferrita- $\delta$  da ZF e ZTA em média  $23,1\% \pm 2,1$  de Cr, conforme Figura 50 e Tabela 9 e para a austenita  $17,2\% \pm 1,1$  de Cr, conforme Figura 51 e Tabela 10. Com esses resultados, foi possível entender o porquê a ferrita- $\delta$  se manteve íntegra diante da solução e o porquê a austenita foi extensamente corroída. Raja e Rao, 1992 [79] dizem que por causa da condição de não-equilíbrio de resfriamento, no caso de soldas, a larga diferença composicional existente entre regiões adjacentes às fases ferrita e austenita, o limite interfacial entre as mesmas, se torna o local mais susceptível ao ataque corrosivo, ou seja, na interfase entre as duas fases, aquela cuja composição possuir menor quantidade de cromo, será preferencialmente corroída. Diante disso, pode-se sugerir que o motivo pelo qual a ferrita- $\delta$  não foi corroída e a austenita foi severamente consumida pelo ataque corrosivo, ocorreu por diferença de potencial eletroquímico entre a matriz, com menor quantidade de cromo, agindo como região anódica, e a fase ferrita- $\delta$ , com maior quantidade de cromo, agindo como região catódica abundantemente

presente na microestrutura da solda do 316L. J. Biehler, 2017 [32] também observou em seu trabalho, essa baixa estabilidade da austenita com relação a ferrita- $\delta$  em ambientes corrosivos.

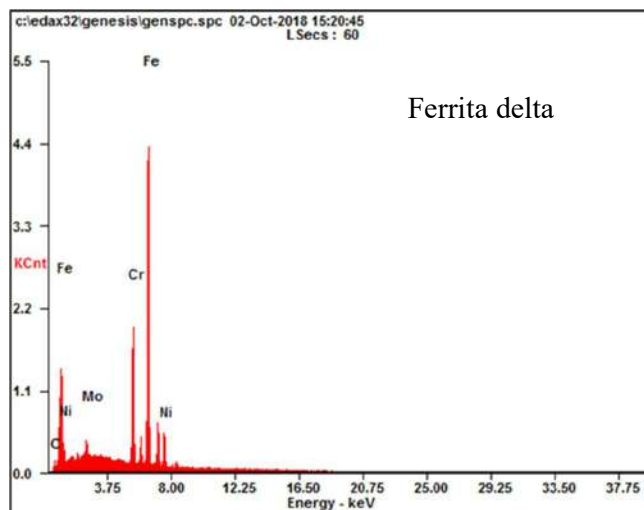


Figura 50– Espectro da técnica MEV/EDS realizada na Dendrita Ferrítica, evidenciando os elementos Fe, Cr, Ni e Mo.

Tabela 9: Análise da Composição da Dendrita Ferrítica

Elemento	Peso em Massa
Fe	69,90 3,0
Cr	23,1± 1,1
Ni	05,94 1,8
Mo	03,63 0,9

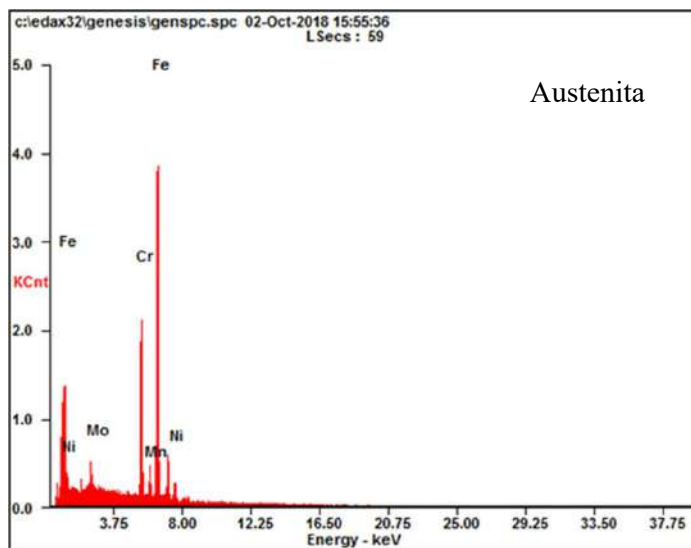
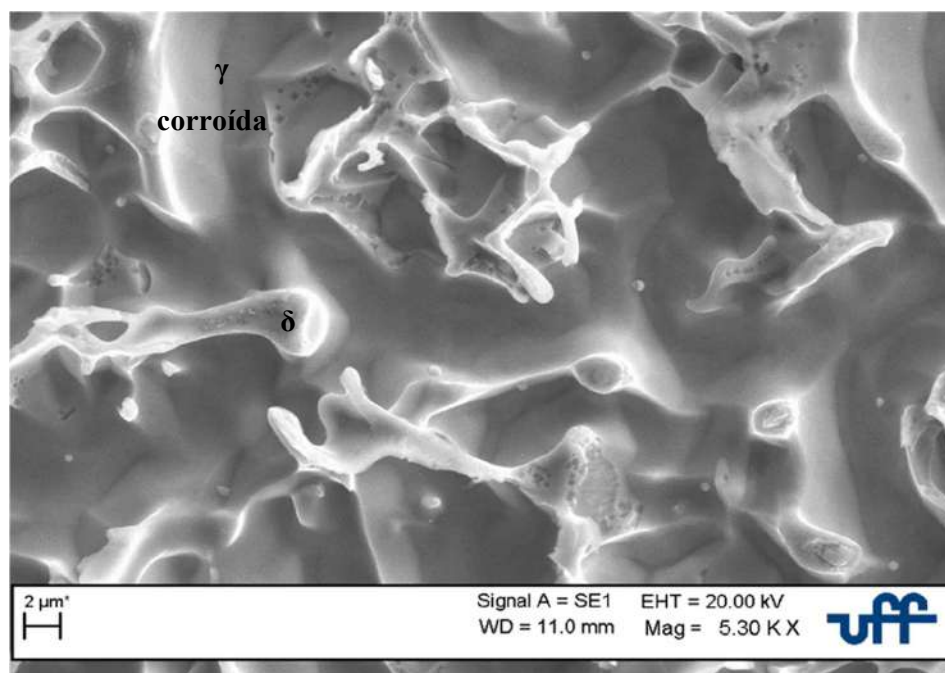


Figura 51– Espectro da técnica MEV/EDS realizada na fase austenita, evidenciando os elementos Fe, Cr, Ni e Mo.

Tabela 10 – Análise da Composição da Austenita

Elemento	Peso em Massa
Ferro	65,97 2,1
Cromo	17,2 ±1,1
Níquel	14,53 2,0
Molibdênio	02,05 1,0

Portanto, retomando a análise do comportamento do 316L frente ao teste DL-EPR que obteve alto grau de DOS indicando sensitização, Figuras 32 e 33 e Tabela 7, faz-se necessário destacar que a literatura considera a microestrutura como sensitizada quando há em conjunto nucleação e crescimento de carbonetos ricos em cromo nos contornos de grãos [5] com consequente empobrecimento de cromo [4][9][57], porém esse fato não ocorreu no caso do 316L aqui estudado, pois como pode ser visto em detalhe na Figura 52 não há presença de precipitados na microestrutura.

Figura 52– Detalhe dos braços das dendritas de  $\delta$  sem evidências de precipitados.

A não ocorrência dos precipitados é, de fato, esperada para essa liga devido à baixa quantidade de carbono, sendo este o método mais efetivo para a prevenção da CIG [4], e à presença do molibdênio que, por sua vez, melhora a resistência CIG porque facilita a tendência à passivação [10] e retarda a cinética da precipitação de carbonetos ao longo dos contornos de grãos [9].

Nestas condições para ocorrer CIG um maior empobrecimento de cromo é exigido [10]. Em adição, Wasnik et al., 2002 afirma que para que ocorra sensitização no 316L, longos tempos de exposição em altas temperaturas são necessários [7]. Pardo et al., 2007 [9] estudando o 316Ti concluiu que a baixa quantidade de carbono exigiu para ocorrência de sensitização o mínimo de 50h de tempo de exposição à altas temperaturas. Recordando, a soldagem do 316L estudado, foi realizada em baixos aportes térmicos com rápida taxa de resfriamento, não expondo o material a tempos prolongados em altas temperaturas, excluindo-o, deste modo, da situação acima citada, confirmando que as condições do processo de soldagem aplicado, não expuseram a microestrutura a condições favoráveis ao surgimento de carbonetos. Portanto o aumento do pico de corrente de reativação na varredura reversa ocorreu gerando DOS elevado, não por incidência de carbonetos nos contornos de grãos e sim por existência de duas regiões com diferentes quantidades de cromo, coexistindo na mesma área da microestrutura. Kin et. al., 2011 [4] também observou e concluiu que Ir foi gerado a partir de regiões empobrecidas de cromo e não por ocorrência de precipitados. Desta forma com base nas informações supracitadas, conclui-se que o teste DL-EPR para 316L estudado obteve um resultado falso negativo tendo DOS de 100% classificando o material como sensitizado e não resistente a CIG, porque: (1) Como não houve ocorrência de precipitados, não houve empobrecimento de cromo nos contornos de grãos (fato comprovado pela técnica MEV/EDS), pois a condição básica para haver empobrecimento de cromo é o surgimento de precipitados [80]; (2) não havendo empobrecimento de cromo nos contornos de grãos, não há corrosão intergranular, excluindo então a sensitização e (3) ainda que a fase austenita tenha sido corroída, a ferrita, posicionada nos contornos dos grãos, permaneceu resistente ao ataque corrosivo, mostrando sua estabilidade diante do teste de corrosão, Figura 52. Assim, conclui-se que a geração de Ir em elevado grau ocorreu a partir da extensa região corroída e este foi um resultado gerado pela solução utilizada, ou seja, a agressividade da solução foi severa, porém severa apenas na fase com menor quantidade de cromo, causando nesta fase, corrosão galvânica que corroeu todo o grão austenítico, e não corrosão intergranular, pois esta, se propaga ao longo dos contornos de grãos [6] causando uma vala (*Dicth*) entre os mesmos [4] e não consome todo o grão, como ocorreu no 316L estudado. A ferrita- $\delta$ , por sua vez, presente em grande quantidade, resistiu ao ataque.

Comparando o MB da amostra como recebida, Figura 41 com as amostras soldadas, Figuras 42 a 47, sugere-se que no MB não houve corrosão da austenita porque como praticamente toda a microestrutura é formada por austenita (94%), com apenas 6% de ferrita- $\delta$  presente, presume-se que essa quantidade foi insuficiente para gerar diferença de potencial



eletroquímico, condição necessária para haver corrosão eletroquímica [81]. Assim, houve apenas a quebra da camada passiva devido agressividade da solução.

Comparando a ZTA, Figuras 42 a 44 com a ZF, Figuras 45 a 47, a austenita foi igualmente consumida pela solução, devido à diferença de composição química entre as fases, gerando a mesma diferença de potencial eletroquímico ocorrido na ZF.

#### 4.7. Caracterização Microestrutural do Tubo de 316L

Amostras na condição como recebida, bem como as amostras soldadas nos aportes 0,18 KJ/mm e 0,21 KJ/mm serão a partir daqui retratadas como S316LCR, S316LS1, S316LS2 respectivamente.

A Figura 53 apresenta a amostra S316LCR, atacada com reagente Água Régia. Assim como na chapa, Figura 21, observa-se as mesmas características de uma microestrutura austenítica com presença de maclas de recozimento e grãos poligonais, típicos de uma estrutura CFC, bem como presença de pequenas bandas de ferrita- $\delta$ . O tamanho de grão médio da austenita obtido para o MB foi de  $35 \pm 2 \mu\text{m}$  e a quantidade de ferrita- $\delta$  presente foi 6%.

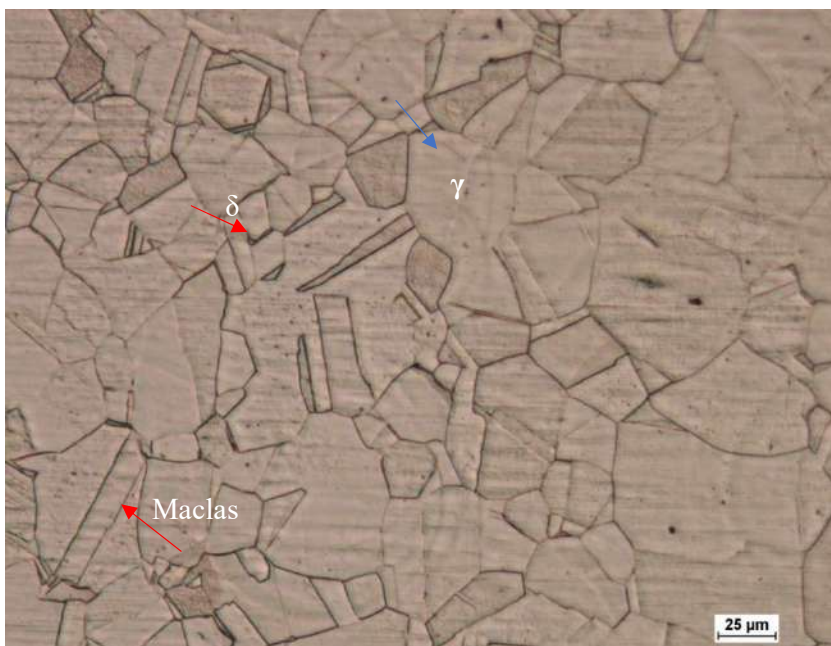


Figura 53– Micrografia da amostra S316LCR evidenciando grãos austeníticos poligonais, maclas de recozimento e presença de ferrita delta.

As Figuras 54 e 55 apresentam as micrografias das amostras soldadas S316LS1 e S316LS2 respectivamente. Observa-se ZF com estrutura dendrítica para ambos aportes

térmicos aplicados. Os resultados seguem coerentes com a literatura [65-66], pois ela diz que crescimento dendrítico é a forma mais comum encontrada em materiais fundidos.

Ambas amostras não apresentaram ZTA bem definida, porém a amostra S316LS2, Figura 55, apresentou uma região visível de crescimento de grãos austeníticos. Esse fato pode ser explicado pelo maior aporte térmico imposto à essa amostra, possibilitando aos grãos austeníticos, maior tempo hábil para crescimento, se comparado a mostra S316LS1 que resfriou mais rapidamente.



Figura 54– Micrografia da amostra S316LS1 evidenciando ZF dendrítica.

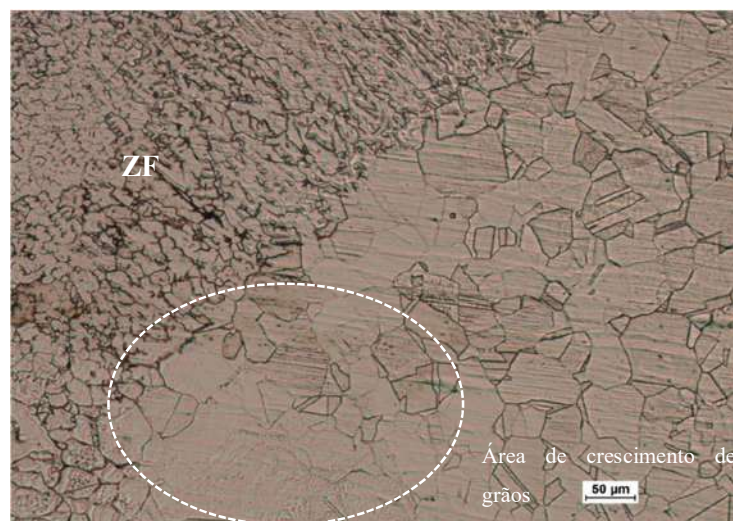


Figura 55– Micrografia da amostra S316LS2 evidenciando ZF dendrítica, MB e uma área de crescimento de grãos.



#### 4.8. Quantificação e Morfologia da ferrita- $\delta$

A fração volumétrica encontrada para a amostra S316LS1 foi de 5%, significando que 95% da microestrutura é ocupada pela fase matriz, austenita. Para a amostra S316LS2, foi encontrado apenas 4% de ferrita retida que não teve oportunidade cinética para mudar para austenita durante o resfriamento. Nota-se que ambas obtiveram baixa quantidade de ferrita retida. A amostra S316LS1 possui quantidade mínima de ferrita para evitar a formação de trincas de solidificação à quente e a amostra S316LS2, possui quantidade insuficiente para evitar as mesmas, pois segundo a literatura, é necessário haver de 5 a 10% de ferrita-  $\delta$  para que não ocorram trincas de solidificação [1]. Logo, percebeu-se aqui, que o processo de soldagem possivelmente empobreceu o material em termos de propriedades mecânicas, pois a redução da quantidade de ferrita, causada pelo aumento do aporte térmico, reduz a resistência mecânica da junta soldada.

A ferrita- $\delta$  de ambas amostras possui morfologia transiente de *Lathy* (ripas) para esquelética, conforme mostram as Figuras 56 e 57. Porém, percebe-se que a amostra S316LS2, Figura 57, apresenta morfologia esquelética um pouco mais acentuada, exibindo alguns ramos com espaçamento secundário visíveis entre seus braços. De acordo com a literatura [24], a morfologia da ferrita da microestrutura de solda é fortemente dependente dos parâmetros de soldagem. Um baixo aporte térmico é acompanhado por taxa de resfriamento mais rápida e, portanto, promove a formação de subestruturas mais finas que fornecem uma rede de ferrita mais fina, porém com o aumento do aporte térmico a fração volumétrica da ferrita é reduzida, uma vez que para resfriamentos mais lentos a austenita tende a consumir a ferrita reduzindo sua quantidade e assim sua morfologia muda de *Lathy* para esquelética, passando de subestruturas mais finas para uma subestrutura de solidificação mais grosseira e mais amplamente espaçada. Portanto, como o aporte térmico imposto a microestrutura da amostra S316LS2 foi maior que o aporte da amostra S316LS1, a quantidade de ferrita diminuiu dando condições para o modelamento da morfologia esquelética, pois quanto maior o aporte térmico imposto, melhores são as condições para tal modelamento.

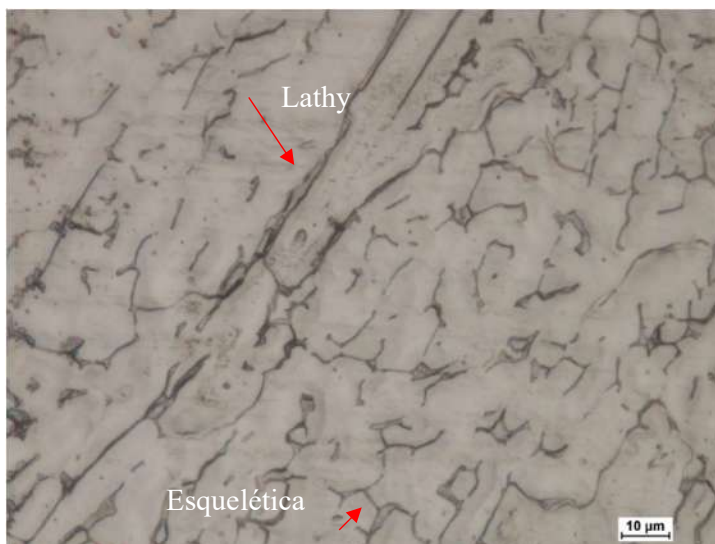


Figura 56– Amostra S316LS1 apresentando morfologia transiente entre Lathy e Esquelética.

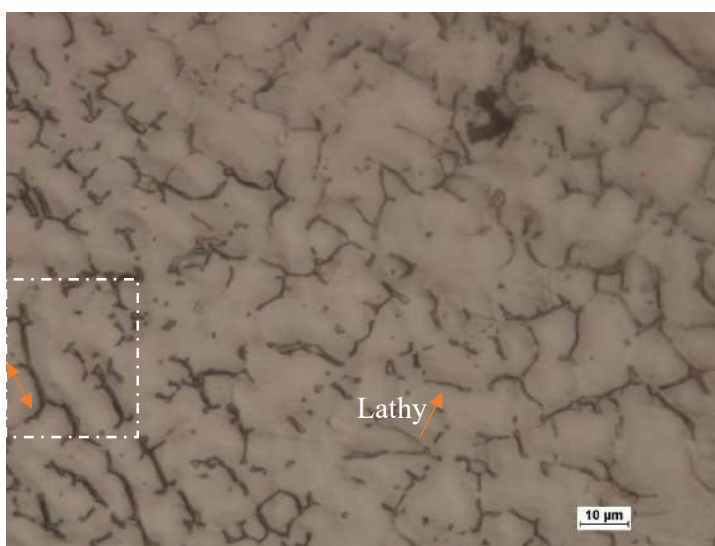


Figura 57– Amostra S316LS2 apresentando morfologia transiente, com morfologia Esquelética um pouco mais acentuada, exibindo alguns ramos com espaçamento secundário entre seus braços.

#### 4.9. Ensaio de tração

O comportamento e desempenho dos aços está diretamente associado com a sua microestrutura, ou seja, presença de fases intermetálicas, carbonetos, distribuição de fases, fração volumétrica, tamanho de grão e morfologia.

Como destacado na sessão 3.2.2.1, Tabela 4, os materiais foram expostos a dois diferentes aportes térmicos visando avaliar, os efeitos e importância da ferrita delta em sua microestrutura. Segundo Leitnaker, 1982 a presença da ferrita delta tende a aumentar o limite de resistência a tração em detrimento da ductilidade [82]. A Figura 58 mostra os diagramas

Tensão x Deformação das amostras S316LCR, S316LS1 e S316LS2. A amostra S316LCR atingiu o maior limite de resistência à tração (LRT), 481 MPa, ao passo que a amostra S316LS1 suportou uma tensão máxima de 470MPa. A amostra S316LS2, por sua vez, Figura 58(c), suportou um pouco menos, 383 Mpa.

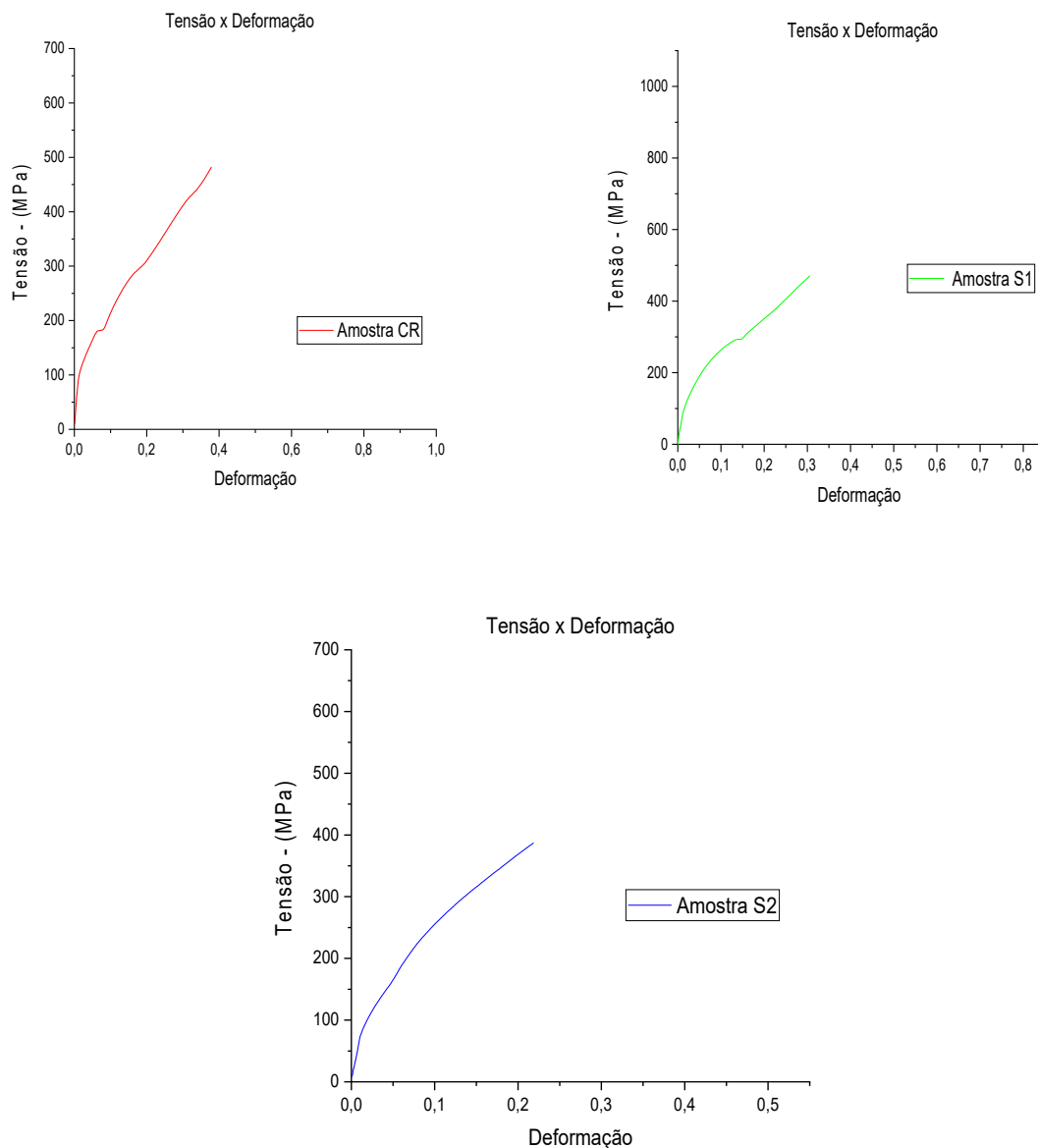


Figura 58– Diagrama Tensão x Deformação: (a) S316LCR, (b) S316LS1, e (c) S316LS2.

A Figura 59 traz uma comparação entre as curvas das três amostras ensaiadas. Visivelmente a curva da amostra na condição como recebida, apresentada em vermelho, atingiu maior LRT. Sugere-se que esse resultado se deu devido à maior quantidade de ferrita- $\delta$  presente

em sua microestrutura, 6%, quantificada na sessão 4.7. De fato, era esperado que a amostra S316LCR obtivesse maior LRT, pois de acordo com a literatura, a ferrita- $\delta$  aumenta a resistência mecânica do material [82]. Ao longo da realização dos ensaios, verificou-se a veracidade das informações, pois quanto menor a quantidade de ferrita- $\delta$  retida na microestrutura das amostras, menor foi o LRT alcançado, a prova disto está na amostra S316LS2, com menor quantidade de ferrita- $\delta$ , que atingiu tensão máxima de apenas 383 MPa, o menor valor entre as três condições estudadas. Altieri, 2017 [83] estudando a solda das ligas 316L e 317L, concluiu que os corpos de prova com maior porcentagem de ferrita- $\delta$ , obtiveram os maiores valores quanto ao limite de resistência a tração, concordando com os resultados e afirmações aqui manifestadas. Deve se destacar que além da menor quantidade de ferrita outro fator que possivelmente reduziu o LTR da amostra S316LS2, foi a área de crescimento de grãos ocorrida na ZTA desta amostra, uma vez que grãos maiores reduzem a resistência mecânica do material.

Os resultados do ensaio de tração exprimem forte relação entre quantidade de ferrita- $\delta$  retida na microestrutura e Limite de Resistência a Tração, esse tendo seus valores melhorados para maiores porcentagens de ferrita- $\delta$  retida.

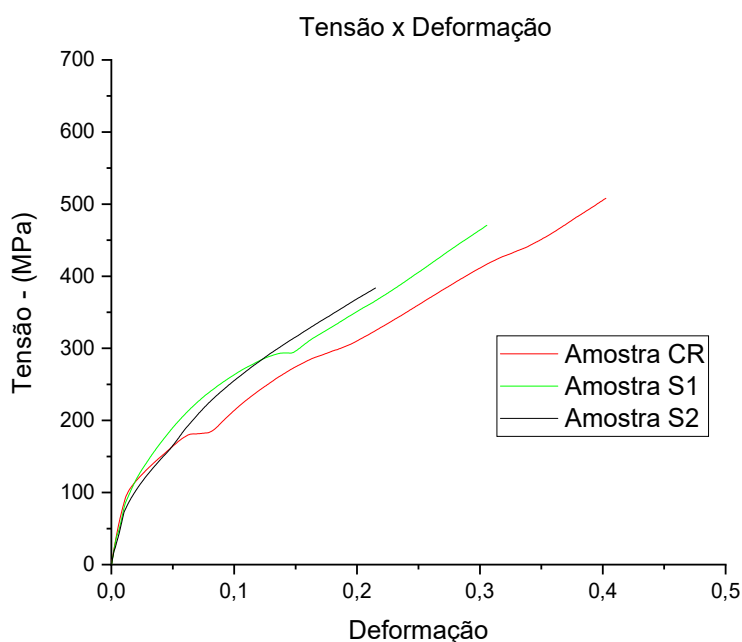


Figura 59– Gráfico comparativo entre as três condições aplicadas.

#### 4.10. Análise da Superfície de Fratura

Observações macroestruturais evidenciaram que os corpos de prova romperam no centro da zona fundida, portanto, a fim de identificar o tipo de fratura apresentada pelas três condições de material avaliadas, foi realizada Fractografia via microscopia eletrônica de varredura para assim, correlacionar o tipo de fratura com as propriedades mecânicas apresentadas pelas mesmas com a fração volumétrica de ferrita delta presente em cada uma delas. As análises das superfícies de fratura mostram que o corpo de prova do material como recebido, Figura 60, apresentou modo de falha dúctil, caracterizado pela presença de microcavidades (*dimples*) e extensa deformação plástica, além de um aspecto fibroso, em toda a superfície de fratura, indicando a ocorrência somente de fratura dúctil, decorrente de rompimento apenas mecânico.

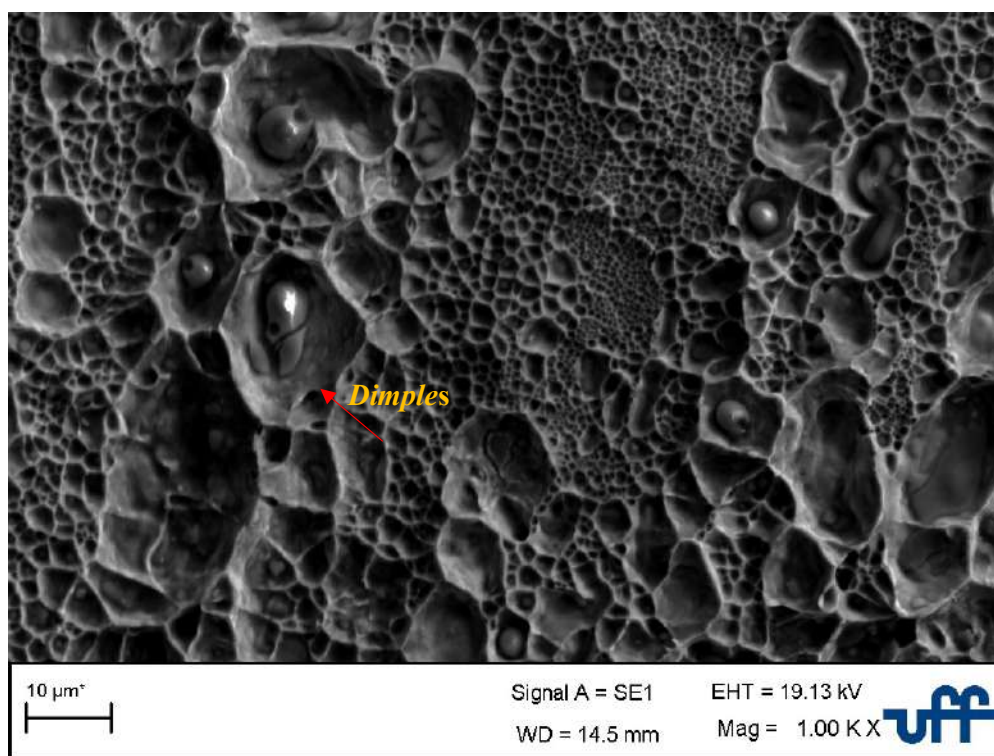


Figura 60– Fractografia da amostra S316LCR apresentando superfície de fratura dúctil.

Já as amostras S316LS1 e S316LS2 tiveram seu modo de falha sensivelmente alterado pela redução da quantidade de ferrita delta. Verificou-se que o tipo de fratura apresentado para a amostra S316LS1, consistiu na verdade de uma combinação dos modos dúctil e frágil, pois como é possível observar na Figura 61, duas regiões distintas podem ser visualizadas: Região 1 com predominância de *dimples*, caracterizando fratura dúctil e Região 2 com ausência de

microcavidades, tipificando a fratura como frágil. A amostra S316LS2, Figura 62, por outro lado, ainda que em meio a extensa região fraturada de forma frágil observa-se o que parece ser microcavidades, em sua totalidade a microestrutura apresenta aspecto frágil, pois há ausência de microcavidades profundas em toda a sua extensão, caracterizando, portanto, a fratura como frágil.

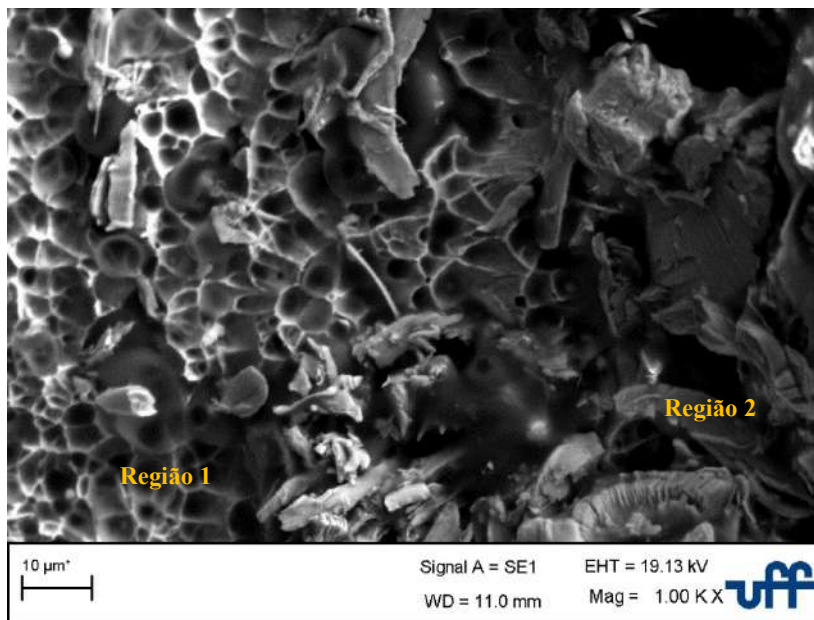


Figura 61– Fractografia da amostra S316LS1 apresentando superfície de fratura transiente entre dúctil e frágil.

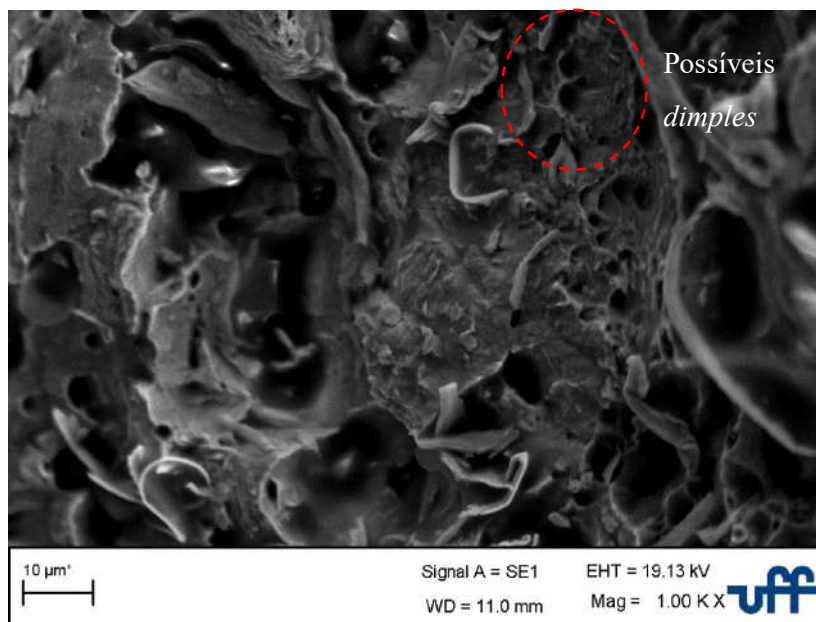


Figura 62– Fractografia da amostra S316LS2 apresentando superfície de fratura frágil.

Observa-se, portanto que conforme a fração volumétrica de ferrita foi reduzida, a resistência do material igualmente diminuiu e o tipo de fratura também se modificou. A amostra na condição como recebida S316LCR com 6% de ferrita delta, apresentou fratura totalmente dúctil. Já a amostra S316LS1, com 5% de ferrita, apresentou tipo de fratura transiente entre dúctil e frágil. E a amostra S316LS2, com menor quantidade de ferrita, apenas 4%, obteve fratura frágil.

Esses resultados mostram a forte influência e importância da ferrita delta, em quantidade adequada, na microestrutura de solda do material, pois observou-se que a redução de sua quantidade abaixo da necessária, de fato causou grande efeito prejudicial, pois o material perdeu resistência mecânica e ductilidade. Porém, uma análise mais criteriosa precisa ser feita. Se, segundo a literatura, a presença da ferrita delta tende a aumentar o limite de resistência a tração em detrimento da ductilidade [82], por que o material como recebido com maior quantidade de ferrita delta e maior LRT se comportou de maneira dúctil e não frágil e aqueles com menor quantidade de ferrita e menor LRT se comportaram de maneira frágil? Para essa análise, salienta-se que também de acordo com a literatura, a presença da ferrita delta só será maléfica se esta estiver em quantidade exagerada, ou seja, se sua quantidade for superior àquela suficiente para evitar trincas de solidificação, 5-10%, segundo Brooks, 1991 [1] e 3-20%, segundo Lippold e Kotecki, 2005 [14]. De acordo com os resultados obtidos, a ferrita delta presente na microestrutura do material como recebido corresponde a 6% e esta quantidade está dentro da faixa correspondente àquela que evita o surgimento de trincas de solidificação e possivelmente foi a preservação da quantidade de ferrita que fez com a amostra se comportasse de maneira dúctil, sofrendo apenas rompimento mecânico. As amostras S316LS1 e S316LS2, por sua vez, obtiveram baixa quantidade de ferrita e por essa razão não foram capazes de manter sua ductilidade fraturando de maneira parcial e totalmente frágil. Então a amostra S316LCR, apesar de possuir o maior valor de LRT e maior quantidade de ferrita delta, se comportou de maneira dúctil em relação às outras duas amostras com menor valor de LRT e menor quantidade de ferrita, porque na sua microestrutura não havia quantidade de ferrita inadequada ou prejudicial, ao contrário, havia a quantidade suficiente para evitar a fragilização da mesma. Portanto a presença da ferrita de fato aumenta o LRT, porém presume-se que a redução da ductilidade acontecerá apenas quando sua quantidade for superior àquela suficiente para evitar trincas de solidificação ou inferior à necessária para evita-las. Sendo assim, acredita-se o que ocorreu com o tubo de 316L aqui avaliado, foi que a quantidade insuficiente de ferrita possivelmente causou redução da ductilidade das amostras S316LS1 e S316LS2, porque a diminuição da quantidade de ferrita além de reduzir a resistência mecânica das amostras,

modificou negativamente o tipo de fratura apresentada pelas mesmas, passando de dúctil para frágil.



## 5. CONCLUSÃO

Baseado nos resultados obtidos neste trabalho, no qual foi analisada a influência do aporte térmico na microestrutura do AIA 316L, na forma de chapa, e sua resistência à corrosão intergranular em meio agressivo, foi possível concluir que:

- A solidificação da microestrutura de solda do 316L ocorreu no modo FA, onde a ferrita- $\delta$  se apresentou como fase primária e ao final da solidificação a microestrutura se deu em uma fina mistura entre ferrita- $\delta$  e austenita.
- O espaçamento dendrítico foi maior para o maior aporte térmico, 1,6 KJ/mm, fato evidenciado pela maior energia de soldagem imposta à amostra, causando redução na quantidade de dendritas e proporcionando mais espaço na microestrutura.
- A quantidade de ferrita- $\delta$  é inversamente proporcional ao aporte térmico, uma vez que quanto maior o aporte, menor a velocidade de resfriamento e menor a quantidade de ferrita- $\delta$  retida na microestrutura.
- A presença da ferrita- $\delta$  contribuiu para o aumento da dureza das áreas da solda. Quanto maior a quantidade, maior foi o valor de dureza apresentado.
- O 316L se mostrou resistente ao ataque intergranular mesmo em um ambiente de extrema agressividade, porém o grão austenítico da ZF e ZTA sofreu corrosão galvânica devido à diferença de potencial eletroquímico entre sua composição química e a composição da ferrita- $\delta$ .

Em relação ao AIA 316L na forma de tubo, no qual foi analisada a influência e importância da ferrita delta na microestrutura de solda do material, os resultados obtidos foram:

- Ambas amostras apresentaram morfologia transiente entre Lathy e Esquelética, porém a amostra S316LS2 obteve melhores condições para modelamento da ferrita esquelética. Contudo, não se pode dizer que a morfologia influenciou no LRT, justamente porque as duas amostras apresentaram, em conjunto, ferrita Lathy e esquelética, não tendo um parâmetro diferencial justificável, entre elas, para se fazer tal comparação.
- Do ensaio de tração concluiu-se que existe uma relação direta entre fração volumétrica de ferrita delta e LRT, pois as amostras com maiores quantidades dessa fase, obtiveram maiores valores.
- A amostra S316LCR, apesar de possuir o maior valor de LRT e maior quantidade de ferrita delta, se comportou de maneira dúctil em relação às outras duas amostras, porque

na sua microestrutura não havia quantidade de ferrita inadequada ou prejudicial para reduzir a ductilidade da mesma.

- O processo de soldagem empobreceu o material em termos de propriedades mecânicas, pois a redução da quantidade de ferrita delta, causada pelo aumento do aporte térmico, reduziu a resistência mecânica da junta soldada e fez com que a solda se tornasse o ponto mais frágil da microestrutura.
- Sugere-se que a melhor condição de soldagem é aquela que mantenha a quantidade de ferrita delta acima de 5%, pois de acordo com os resultados, com 5% o material apresentou parte de sua microestrutura com fratura frágil e com 4% o tipo de fratura foi frágil. Portanto, a hipótese levantada aqui é que a melhor condição de soldagem para o material estudado, seria um aporte térmico intermediário entre 0,18 e 0,21 KJ/mm, pois assim, a espessura total do tubo será atingida, garantindo a completa união da junta e a quantidade de ferrita delta mantida acima de 5%, para que não haja empobrecimento de propriedades mecânicas.

## 6. REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

- [1] BROOKS, J. A.; THOMPSON, A. W. Microstructural Development and Solidification Cracking Susceptibility of Austenitic Stainless Steel Welds. *International Materials Reviews*, v. 36, n. 1, p. 16–44, jan. 1991.
- [2] DE O.; OTUBO, J. A Influência da Ferrita Delta em Aços Inoxidáveis Austeníticos Forjados. *Rem: Revista Escola de Minas*, v. 63, n. 1, p. 57–63, mar. 2010.
- [3] DAVIS, J. R. (ED.). *Corrosion of Weldments*. Materials Park, OH: ASM International, 2006.
- [4] KIM, J. K. et al. New findings on intergranular corrosion mechanism of stabilized stainless steels. *Electrochimica Acta*, v. 56, n. 4, p. 1701–1710, Jan. 2011.
- [5] REVIE, R. W.; UHLIG, H. H. *Corrosion and Corrosion Control: An Introduction to Corrosion Science and Engineering*. 4th ed ed. Hoboken, N.J: Wiley-Interscience, 2008.
- [6] GENTIL, V. *Corrosão*. 5. Ed. ed. Rio de Janeiro: LTC- Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2007.
- [7] WASNIK, D. N. et al. Resistance to Sensitization and Intergranular Corrosion Through Extreme Randomization of Grain Boundaries. *Acta Materialia*, v. 50, n. 18, p. 4587–4601, out. 2002.
- [8] QIN, X. et al. Erosion-wear and Intergranular Corrosion Resistance Properties of AISI 304L Austenitic Stainless Steel After Low-Temperature Plasma Nitriding. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 698, p. 1094–1101, mar. 2017.
- [9] PARDO, A. et al. Influence of Ti, C and N Concentration on the Intergranular Corrosion Behaviour of AISI 316Ti and 321 Stainless Steels. *Acta Materialia*, v. 55, n. 7, p. 2239–2251, abr. 2007.
- [10] MUDALI, U. K. et al. Influence of Thermal Aging on the Intergranular Corrosion Resistance of Types 304LN and 316LN Stainless Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 27, n. 10, p. 2881–2887, out. 1996.
- [11] RAJA, K. S.; RAO, K. P. Effect of Applied Potentials on Room Temperature Stress Corrosion Cracking of Austenitic Stainless Steel Weldments. *CORROSION*, v. 48, n. 8, p. 634–640, ago. 1992a.
- [12] DE TIEDRA, P.; MARTÍN, Ó. Effect of welding on the Stress Corrosion Cracking Behaviour of Prior Cold Worked AISI 316L Stainless Steel Studied by Using the Slow Strain Rate Test. *Materials & Design*, v. 49, p. 103–109, ago. 2013.
- [13] GHOSH, S. et al. Role of Residual Stresses Induced by Industrial Fabrication on Stress Corrosion Cracking Susceptibility of Austenitic Stainless Steel. *Materials & Design*, v. 32, n. 7, p. 3823–3831, ago. 2011.
- [14] LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*. Hoboken, NJ: John Wiley, 2005
- [15] CALLIARI, I. et al. Investigation of Microstructure and Properties of a Ni–Mo Martensitic Stainless Steel. [s.l: s.n.]. v. 29
- [16] GUO, D. H. et al. Application Key Technologies of Ferritic Stainless Steel for Traffic Sign Substrate Plate. *Advanced Materials Research*, v. 510, p. 227–232, abr. 2012.
- [17] KHATAK, H. S.; RAJ, B. (EDS.). *Corrosion of Austenitic Stainless Steels: Mechanism, Mitigation and Monitoring*. Cambridge: Woodhead Publ. [u.a.], 2002.

- [18] BLONDEAU, R. (ED.). *Metallurgy and Mechanics of Welding: Processes and Industrial Applications*. London: Hoboken, NJ: ISTE; John Wiley & Sons, 2008.
- [19] ESKANDARI, M.; NAJAFIZADEH, A.; KERMANPUR, A. Effect of Strain-Induced Martensite on the Formation of Nanocrystalline 316L Stainless Steel After Cold Rolling and Annealing. *Materials Science and Engineering: A*, v. 519, n. 1–2, p. 46–50, ago. 2009.
- [20] LEONE, C. L.; KERR, H. W. The Ferrite to Austenite Transformation in Stainless Steels. p. 10, 1982.
- [21] TAKALO, T.; SUUTALA, N.; MOISIO, T. Austenitic Solidification Mode in Austenitic Stainless Steel Welds. *Metallurgical Transactions A*, v. 10, n. 8, p. 1173–1181, ago. 1979
- [22] KOSEKI, T.; FLEMINGS, M. C. Solidification of undercooled Fe-Cr-Ni alloys: Part II. Microstructural evolution. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 27, n. 10, p. 3226–3240, out. 1996.
- [23] S.A. DAVID. Ferrite Morphology and Variations in Ferrite Content in Austenitic Stainless Steel Welds. p. 63- S-71- S, 1981.
- [24] LIPPOLD, J. C.; SAVAGE, V. F. Solidification of Austenitic Stainless Steel Weldments: Part 2—The Effect of Alloy Composition on Ferrite Morphology. AWS 60th Annual Meeting held, p. 48s–58s, fev. 1980.
- [25] BROOKS, J. A.; THOMPSON, A. W.; WILLIAMS, C. A Fundamental Study of the Beneficial Effects of Delta Ferrite in Reducing Weld Cracking. p. 13, [s.d.].
- [26] SHANKAR, V. et al. Solidification Cracking in Austenitic Stainless Steel Welds. *Sadhana*, v. 28, n. 3–4, p. 359–382, jun. 2003.
- [27] KATAYAMA, S.; FUJIMOTO, T.; MATSUNAWA, A. Correlation Among Solidification Process, Microstructure, Microsegregation and Solidification Cracking Susceptibility in Stainless Steel Weld Metals (*Materials, Metallurgy & Weldability*). v. 14, 1 Jul. 1985
- [28] RAJASEKHAR, K. et al. Microstructural Evolution During Solidification of Austenitic Stainless Steel Weld Metals: A color Metallographic and electron microprobe analysis study. *Materials Characterization*, v. 38, n. 2, p. 53–65, fev. 1997.
- [29] BELLEZZE, T. et al. Corrosion Behaviour of Austenitic and Duplex Stainless Steels in an Industrial Strongly Acidic Solution: Corrosion Behaviour of Austenitic and Duplex Stainless Steels in Acidic Solution. *Materials and Corrosion*, v. 67, n. 8, p. 831–838, ago. 2016.
- [30] DAVID, S. A.; GOODWIN, G. M. Solidification Behavior of Type 308 Stainless Steel Filler Metal. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<http://www.osti.gov/servlets/purl/6395596/>>. Acesso em: 24 jun. 2019.
- [31] VITEK, J. M.; DASGUPTA, A.; DAVID, S. A. Microstructural Modification of Austenitic Stainless Steels by Rapid Solidification. *Metallurgical Transactions A*, v. 14, n. 9, p. 1833–1841, set. 1983.
- [32] BIEHLER, J.; HOCHÉ, H.; OECHSNER, M. Corrosion Properties of Polished and Shot-peened Austenitic Stainless Steel 304L and 316L with and without Plasma Nitriding. *Surface and Coatings Technology*, v. 313, p. 40–46, mar. 2017.
- [33] MCCAFFERTY, E. *Introduction to Corrosion Science*. New York, NY: Springer New York, 2010.
- [34] SISTANINIA, M.; RAVARI, F. B.; DADGARINEZHAD, A. Experimental Investigation on Corrosion Inhibition of Thiourea on Aluminum Surface in 0.5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Acid Solution. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, v. 53, n. 5, p. 950–955, set. 2017.

- [35] ALIOFKHAZRAEI, M. et al. Effect of Cerium Ion Addition on Corrosion and Wear Characteristics of Plasma Electrolytic Oxidation Coating of CP-Ti. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, v. 52, n. 6, p. 1093–1099, Nov. 2016.
- [36] ABOLHASSANI, A. et al. Effect of Iron Sulfate as Electrolyte Additive on Plasma Electrolytic Oxidation of Aluminum Alloy. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, v. 52, n. 4, p. 658–664, Jul. 2016.
- [37] SHREIR, L. L.; BURSTEIN, G. T.; JARMAN, R. A. (EDS.). *Corrosion*. Oxford; Boston: Butterworth-Heinemann, 1994.
- [38] CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 8th ed ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2010.
- [39] CHAWLA, S. L. et al. *Materials Selection for Corrosion Control*. Materials Park, Ohio: ASM International, 1993.
- [40] IORGA, S. et al. Influence of the Carbo-Chromization Process on the Microstructural, Hardness, and Corrosion Properties of 316L Sintered Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 45, n. 7, p. 3088–3096, jun. 2014.
- [41] NICHOL, T. J.; DATTA, A.; AGGEN, G. Embrittlement of Ferritic Stainless Steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 11, n. 4, p. 573–585, abr. 1980.
- [42] THOMPSON, N. G.; SYRETT, B. C. Relationship Between Conventional Pitting and Protection Potentials and a New, Unique Pitting Potential. *CORROSION*, v. 48, n. 8, p. 649–659, ago. 1992.
- [43] CRAMER, S. D.; COVINO, B. S. (EDS.). *Stress-Corrosion Cracking*. In: *Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*. [s.l.] ASM International, 2003. p. 346–366.
- [44] SEDRIKS, A. J. *Corrosion of stainless steels*. 2nd ed ed. New York: Wiley, 1996.
- [45] SEDRIKS, A. J. *Stress Corrosion Cracking Test Methods*. Houston, TX: NACE, 1990.
- [46] CRAMER, S. D.; COVINO, B. S. (EDS.). *Introduction to Corrosion in the Nuclear Power Industry*. In: *Corrosion: Environments and Industries*. [s.l.] ASM International, 2006. p. 339–340.
- [47] UMEMURA, F.; AKASHI, M.; KAWAMOTO, T. Evaluation of IGSCC Susceptibility of Austenitic Stainless Steels Using Electrochemical Reactivation Method. *CORROSION ENGINEERING*, v. 29, n. 4, p. 163–169, 1980.
- [48] MOHAMMED, G. et al. Effects of Heat Input on Microstructure, Corrosion and Mechanical Characteristics of Welded Austenitic and Duplex Stainless Steels: A Review. *Metals*, v. 7, n. 2, p. 39, 30 jan. 2017.
- [49] SUN, J. The Effect of Welding Heat Input on the Weldpool Behavior in MIG Welding. *Science in China Series E*, v. 45, n. 3, p. 291, 2002.
- [50] SHAFFER, J. *Understanding Destructive Testing*. p. 3, [s.d.].
- [51] ROCHA, G. et al. *Análise Fractografia em MEV – Fratura Dúctil x Fratura Frágil*. v. 33, p. 3, 2016.
- [52] SCHVARTZMAN, M. M. A. M.; MATIAS, A.; CRUZ, J. R. B. *Avaliação da Corrosão Sob Tensão em Aço Inoxidável AISI 321 em Ambiente de Reator Nuclear*. *Matéria* (Rio de Janeiro), v. 15, n. 1, p. 40–49, 2010.
- [53] PECKNER, D.; BERNSTEIN, I. M. (EDS.). *Handbook of stainless steels*. New York: McGraw-Hill, 1977.

- [54] E04 COMMITTEE. ASTM E112-10 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. [s.l.] ASTM International, nov. 2010. Disponível em: <<http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E112-10>>. Acesso em: 23 jan. 2019.
- [55] MCCARTNEY, D. G.; HUNT, J. D. Measurements of cell and Primary Dendrite Arm Spacings in Directionally Solidified Aluminium Alloys. *Acta Metallurgica*, v. 29, n. 11, p. 1851–1863, nov. 1981.
- [56] NASCIMENTO, M. S. et al. Correlação entre Variáveis Térmicas de Solidificação, Microestrutura e Resistência Mecânica da Liga Al-10%Si-2%Cu. *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 22, n. 1, 2017.
- [57] HONG, J. et al. Evaluation of Aged Duplex Stainless Steel UNS S32750 Susceptibility to Intergranular Corrosion by Optimized Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation Method. *Corrosion Science*, v. 68, p. 249–255, mar. 2013.
- [58] DELONG, W. T. Report Interprets the Nature, Role, Measurement and Control of Ferrite Based on a Summary of Present Information. p. 14, [s.d.].
- [59] SCHAEFFLER, A. Constitution diagram for stainless steel weld metal. 1949.
- [60] RUSS, J. C.; DEHOFF, R. T. Practical stereology. 2. ed ed. New York, NY: Kluwer Academic/Plenum Publ, 2000.
- [61] D. J. KOTECKI; T. A. SIEWERT. WRC-1992 Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metals: A Modification of the WRC-1988 Diagram. p. 171- s 178- s, maio 1992.
- [62] E28 COMMITTEE. Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. [s.l.] ASTM International, [s.d.]. Disponível em: <<http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E8E8M-13A>>. Acesso em: 22 Jul. 2019.
- [63] ASM INTERNATIONAL; KUHN, H.; ASM INTERNATIONAL (EDS.). Mechanical Testing and Evaluation. [11. ed.], 1. print ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 2000.
- [64] KOŽUH, S.; GOJIC, M.; KOSEC, L. Mechanical Properties and Microstructure of Austenitic Stainless Steel After Welding and Post-Weld Heat Treatment. *Kovove Mater.*, p. 10, 2009.
- [65] MELO, M. DE L. N. M. et al. Análise dos Modelos Utilizados para a Previsão dos Parâmetros Microestruturais Obtidos Durante a Solidificação Direcional do Aço Inoxidável Austenítico AISI 304. *Revista Escola de Minas*, v. 60, n. 1, p. 135–140, mar. 2007.
- [66] OKAMOTO, T.; KISHITAKE, K. Dendritic Structure in Unidirectionally Solidified Aluminum, Tin, and Zinc Base Binary Alloys. *Journal of Crystal Growth*, v. 29, n. 2, p. 137–146, jun. 1975.
- [67] GUILHERME, L. H. Estudo da corrosão em junta tubo-espelho soldada por SATG entre as ligas AISI 316L e AISI 444. São Paulo: [s.n.].
- [68] SUUTALA, N.; TAKALO, T.; MOISIO, T. Ferritic-austenitic Solidification Mode in Austenitic Stainless Steel Welds. *Metallurgical Transactions A*, v. 11, n. 5, p. 717–725, maio 1980.
- [69] SUUTALA, N.; TAKALO, T.; MOISIO, T. Single-phase Ferritic Solidification Mode in Austenitic-ferritic Stainless Steel Welds. *Metallurgical Transactions A*, v. 10, n. 8, p. 1183–1190, ago. 1979.
- [70] SILVA, M. A.; BARBOSA, R. P.; AMARAL, E. C. Avaliação da Influência do Aporte Térmico na ZTA de Juntas Soldadas de Aço Inox Duplex em Comparação entre os Processos

de Soldagem TIG e FCAW. Anais do Enemet - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, p. 1577–1584, set. 2017.

[71] LIPPOLD, J. C.; SAVAGE, V. F. Solidification of Austenitic Stainless Steel Weldments Part I- A Proposed Mechanism. p. 362s–374s, dez. 1979.

[72] DEVENDRANATH RAMKUMAR, K. et al. Metallurgical and Mechanical Characterization of Dissimilar Welds of Austenitic Stainless Steel and Super-Duplex Stainless Steel – A comparative study. Journal of Manufacturing Processes, v. 19, p. 212–232, ago. 2015.

[73] KAIN, V.; DE, P. K. Transformation of Delta Ferrite During High Heat Input Welding of Austenitic Stainless Steels. [s.l: s.n.]. v. 42

[74] FONSECA, C. S.; SILVA, I. P. P.; BRANT, G. S. C. Influência do Aporte Térmico sobre a Microestrutura em Juntas Soldadas de Aço Inoxidável AISI 304. Engevista, v. 19, n. 1, p. 1, 30 jan. 2017.

[75] TAKALO, T.; SUUTALA, N.; MOISIO, T. Influence of Ferrite Content on its Morphology in Some Austenitic Weld Metals. Metallurgical Transactions A, v. 7, n. 10, p. 1591–1592, out. 1976.

[76] GALVIS E, A. R.; HORMAZA, W. Characterization of Failure Modes for Different Welding Processes of AISI/SAE 304 Stainless Steels. Engineering Failure Analysis, v. 18, n. 7, p. 1791–1799, out. 2011.

[77] R. GHASEMI; B. BEIDOKHTI; M. FAZEL-NAJAFABADI. Effect of Delta Ferrite on the Mechanical Properties of Dissimilar Ferritic-austenitic Stainless Steel Welds. Institute of Metallurgy and Materials Science of Polish Academy of Sciences, 6 mar. 2018.

[78] DONG, H.; HAO, X.; DENG, D. Effect of Welding Heat Input on Microstructure and Mechanical Properties of HSLA Steel Joint. Metallography, Microstructure, and Analysis, v. 3, n. 2, p. 138–146, abr. 2014.

[79] RAJA, K. S.; RAO, K. P. Effect of Applied Potentials on Room Temperature Stress Corrosion Cracking of Austenitic Stainless Steel Weldments. CORROSION, v. 48, n. 8, p. 634–640, ago. 1992b.

[80] ZHENG, L. G. et al. Evaluation of the Susceptibility to Intergranular Corrosion for a Novel Cr-Mn-N Austenitic Stainless Steel Using DL-EPR. Advanced Materials Research, v. 631–632, p. 192–197, jan. 2013.

[81] BUCHARD, T. J.; LEHWING, C. R. Princípios de Tratamentos de Águas Industriais. São Paulo: Drew Produtos Químicos, 1979.

[82] LEITNAKER, J. M. Prevention of Chi and Sigma Phases Formation in Aged 16-8-2 Weld Metal. Weld. J. (Miami); (United States), v. 61:1, 1 jan. 1982.

[83] ALTIERI, W. M. Estudo da Relação Microestrutural/Propriedades Mecânicas e Tratamento Térmico dos Aços Inoxidáveis AISI 316L e 317L soldados pelo processo GTAW, em termos de Ferrita Delta. São Paulo: Universidade Presbiteriana Mackenzie, 2017.