



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA DE MATERIAIS

HELILTON MORAIS REGO LIMA FILHO

**ANÁLISE DE ATAQUES QUÍMICOS PARA REVELAÇÃO DE
MICROESTRUTURA DE SOLDAS DISSIMILARES DE AÇOS
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E FERRÍTICOS**

FORTALEZA – CE

DEZEMBRO, 2013

HELILTON MORAIS REGO LIMA FILHO

ANÁLISE DE ATAQUES QUÍMICOS PARA REVELAÇÃO DE
MICROESTRUTURA DE SOLDAS DISSIMILARES DE AÇOS
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E FERRÍTICOS

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará como parte dos requisitos para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Orientador: Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva.

FORTALEZA – CE
DEZEMBRO, 2013

HELILTON MORAIS REGO LIMA FILHO

ANÁLISE DE ATAQUES QUÍMICOS PARA REVELAÇÃO DE
MICROESTRUTURA DE SOLDAS DISSIMILARES DE AÇOS
INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E FERRÍTICOS

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará como parte dos requisitos para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Aprovada em __/__/____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva (Orientador)
Universidade Federal do Ceará – UFC

Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva
Universidade Federal do Ceará – UFC

Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu
Universidade Federal do Ceará – UFC

Aos meus pais, Cristina e Helilton
Às minhas irmãs Sheila e Lana e
À meus sobrinhos Rodrigo e Fernanda

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais Helilton e Cristina, por todas as dificuldades que passaram para me dar a possibilidade de estudar;

As minhas irmãs Sheila e Lana, por sempre estarem olhando por mim em todos os momentos da minha vida;

As meus sobrinhos Rodrigo e Fernanda, que todos os dias me fazem sorrir e lembrar que tudo vale a pena;

A minha parceira Pâmella Fernanda, pela inspiração e motivação;

Aos meus cunhados Paulo e Odilardo, que estão sempre me motivando e me aconselhando;

Aos meus amigos e futuros sócios Mateus Alves, Fernando Viana, Thiago Ivo, Francisco Nocy, Romulo Souza, Abraão Danilo, Rodrigo Ramos, Alfredo Leão e Emerson Miná, que irão me ajudar a provar que todos esses anos valeram a pena;

Ao meu amigo e orientador Cleiton Carvalho, por toda a paciência, incontáveis conselhos e disponibilidade sempre que foi solicitado;

Ao eterno professor, amigo e sócio Alex Maia por toda motivação e ajuda nos momentos mais importantes de minha vida profissional;

A todos os professores do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais pelos inúmeros ensinamentos;

A todos que de alguma forma contribuíram para minha formação acadêmica;

“Não há conhecimento que não seja poder.”

Ralph Waldo Emerson

LIMA FILHO, H.M.R ANÁLISE DE ATAQUES QUÍMICOS PARA REVELAÇÃO DE MICROESTRUTURA DE SOLDAS DISSIMILARES DE AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E FERRÍTICOS

RESUMO

Os aços inoxidáveis austeníticos cada vez mais estão sendo substituídos por outros materiais. Seu alto custo motiva a busca por tecnologias e materiais que viabilizem essa substituição. Os materiais mais estudados para substituição deste tipo de aço são os aços inoxidáveis ferríticos. Além possibilitar a substituição integralmente nos componentes, esse tipo de aço também pode ser utilizado para realizar manutenções e reparos. Sabendo disso, profissionais das áreas de metalurgia, soldagem e de materiais buscam entender o funcionamento do mecanismo de soldagem dissimilar entre aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos. Esses mecanismos são muito amplos e partem desde da escolha do processo a ser utilizado à influência nas características estruturais do material soldado. O conhecimento da microestrutura do material assim como de sua modificação é de fundamental importância para a compreensão do seu comportamento. Buscando possibilitar a análise dessas modificações microestruturais, foram utilizadas uma série de reagentes químicos analisando a estrutura preferencial atacada assim como sua influência nas distintas estruturas presentes em juntas dissimilares de aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos soldados pela técnica de Friction Stir Welding (FSW).

ABSTRACT

Austenitic steels has been replaced by others materials in the last feel years. Principle because their cost. Many researcher are studying new technologies and materials to make possible that change. The most important material for this replacement is the ferritic stainless steel.. This kind of steel may be used to replace every component made by austenitic steel, may also be used to do maintenance and repairs parts of austenitic steels. Knowing that, professionals of metallurgical, welding and materials areas seek to understand the mechanism of dissimilar welding between ferritic and austenitic stainless steels. The knowledge of that mechanism is important to guarantee that replacement with the expected quality. That mechanism start with which may be choose and goes to the influence in their microstructure. To make possible the study of their microstructure, this work seek an analysis of the influence of some etching on the structure of dissimilar compounded by ferritic and austenitic stainless steel welded with Friction Stir Welding technique (FSW).

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Técnicas de caracterização de Materiais.	4
Figura 2 – Seções de corte transversal e longitudinal.	5
Figura 3 – Relação entre a profundidade da deformação, matéria e método de corte.	6
Figura 4 – Amostras preparadas com a) Apenas lixamento 220 e atacada b) Apenas lixamento 600 e atacada c) Devidamente Lixada e polida.	7
Figura 5– Corte esquemático de uma amostra (er) Espessura rugosa (ed) espessura deformada (eT) Espessura polida.	8
Figura 6– Contrastes criados devido a ataques químicos.....	10
Figura 7– Influência da composição química dos reagentes no contraste de AISI 4340 a) Nital 2% b) Solução aquosa de Metabissulfito de sódio 10% c) Reativo Lepera.....	10
Figura 8 – Influencia do percentual de cromo na taxa de corrosão de um Aço Inoxidável.....	11
Figura 9 – Camada protetora de óxido de cromo.....	12
Figura 10– Efeito da Adição de Níquel nas ligas Fe-Cr.....	12
Figura 11– a) Passividade dos aços-cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial; b) Efeito do cromo na resistência dos aços a altas temperaturas.	13
Figura 12– Influência do Ni e Cr em ligas Fe-Cr-Ni.....	14
Figura 13– Diagrama de Schaeffler – Delong	16
Figura 14 – Microscopia – Estrutura ferrítica.....	18
Figura 15 – Diagrama de Equilíbrio Fe-Cr.....	18
Figura 16 - Microscopia - Estrutura Austenítica	19

Figura 17 – Influência dos elementos carbono e nitrogênio no campo austenítico a) Influência do Carbono b) Influência do Nitrogênio	19
Figura 18 – Ligas formadas a partir do aço inoxidável 304.	20
Figura 19 – Figura esquemática de soldagem FSW.	21
Figura 20– Chapas soldadas em topo – a) 304L b) 410S	23
Figura 21– Chapas soldadas em Overlap – a) 316L b)444	23
Figura 22 – Lixas cortadas nos formatos ideais	24
Figura 23 – Equipamento de corte cutoff – COR80 – Fabricante Arotec	26
Figura 24 – Lixadeira e Politriz – Arotec Modelo Aropol.....	26
Figura 25 – Microscópio ótico – Fabricante Olympus – Modelo CKX41	26
Figura 26 –Junta de topo – 410S - Atacado com Carpenter a) 200X b) 500X	27
Figura 27- Junta de topo – ZTMA 410S - Atacado com Carpenter a) 200X b) 500X27	
Figura 28- Junta de topo – 304L - Atacado com Carpenter a) 200X b) 500X	28
Figura 29- Junta de topo – Região de Mistura - Atacado com Carpenter 200X	28
Figura 30 - Junta overlap – Atacado com Carpenter a) Interface Austenítico (acima) Ferrítico (abaixo) – 200X b) estrutura Ferrítica - 200X.....	29
Figura 31 - Junta overlap – Atacado com Carpenter 50X	30
Figura 32- Junta de topo – 410S - Atacado com HNO3 a) 200X b) 1000X.....	31
Figura 33 - Junta de topo – ZTMA 410S - Atacado com HNO3 a) 200X b) 1000X ..	31
Figura 34 - Junta de topo – Região da Mistura - Atacado com HNO3 a) 200X b) 1000X.....	31
Figura 35 - Junta de topo – Região da Mistura - Atacado com HNO3 a) 200X b) 1000X.....	32
Figura 36 - Junta overlap –316L - Atacado com HNO3 a) 200X b) 500X.....	32

Figura 37 - Junta overlap – Região de Mistura - Atacado com HNO ₃ a) 50X b) 500X	33
Figura 38 – Junta overlap – Região de Mistura - Atacado com HNO ₃ - 200X	33
Figura 39 – Junta de topo – 410S - Atacado com Vilella a) 50X b) 500X.....	34
Figura 40 - Junta de topo – 304L - Atacado com Vilella a) 200X b) 1000X.....	34
Figura 41 – Junta de topo – Região de Mistura - Atacado com Vilella a) 50X b) 1000X.....	35
Figura 42 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Vilella a) 200X	36
Figura 43 – Mecanismo de formação de pilhas eletrolíticas na superfície da amostra.	36
Figura 44 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Vilella a) 200X	36
Figura 45 – Junta de topo – 304L - Atacado com Ácido Oxálico a) 200X b) 1000X.	37
Figura 46– Junta de topo – Região de mistura - Atacado com Ácido Oxálico a) 304L 200X b) 410S 200X.....	37
Figura 47 - Junta de topo –ZTMA – 410S- Atacado com Ácido Oxálico a) 200X b) 500X.....	38
Figura 48 - Junta de topo – 410S - Atacado com Oxálico a) 200X b) 500X.....	38
Figura 49 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Ácido Oxálico 10% a) 200X b) 200X.....	39
Figura 50 – Junta overlap – Região de Mistura - Atacado Ácido Oxálico 10% - 200X	39
Figura 51 - Junta de overlap – 316 - Atacado com Ácido Oxálico 10% a) 200X b) 200X.....	39
Figura 52 - Junta de topo – 304L - Atacado com Ácido Oxálico a) 50X b) 200X	40
Figura 53 - Junta de topo –ZTMA – 410S- Atacado com Kalling's a) 500X b) 1000X	41

Figura 54 - Região de Mistura –ZTMA – 410S- Atacado com Kalling’s a) 50X b) 304L 200X.....	41
Figura 55 - Junta de topo – Atacado com Kalling’s depois HNO3 40% a) Metal base 410S 200X b) ZTMA 200X	42
Figura 56 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Kalling’s N.2 a) 200X b) 1000X. 42	
Figura 57 - Junta de overlap - Atacado com Kalling’s N.2 a) Região de Mistura 200X	43
Figura 58 - Junta de topo – 410S - Atacado com Glicerégia a) 50X b) 200X.....	43
Figura 59 - Junta de topo – 410S - Atacado com Glicerégia a) 50X b) 200X.....	44
Figura 60 - Junta de topo – 410S - Atacado com Glicerégia 200X	44
Figura 61 - Junta overlap – Interface - Atacado Glicerégia – 50X.....	45
Figura 62 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Glicerégia a) 200X b) 500X	45
Figura 63 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Glicerégia a) Metal Base 316L - 200X b) Região de mistura - 200X	46
Figura 64 - Junta de topo – 410S - Atacado com Ralph’s a) Metal base 50X b) ZTMA 200X.....	46
Figura 65 - Junta de topo – 304L - Atacado com Ralph’s 200X.....	47
Figura 66 - Junta de topo – Região de mistura - Atacado com Ralph’s a)200X b) 500X.....	47
Figura 67 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Ralph’s a) 200X b) 500X.....	48
Figura 68 - Junta de overlap – 316L - Atacado com Ralph’s a) 200X b) 500X.....	48
Figura 69 - Junta de overlap – Região de mistura - Atacado com Ralph’s a) 200X b) 500X.....	49
Figura 70 - Junta de topo – 304L - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X.....	49
Figura 71 - Junta de topo – 410L - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X.....	50

Figura 72 - Junta de topo – Região da Interface - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X.....	50
Figura 73 - Junta de overlap – 316L - Atacado com Ácido Crômico 10% a) 200X b) 500X.....	51
Figura 74 - Junta de overlap – Região da Interface - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X.....	51
Figura 75 – Fluxogramas de combinações de ataques utilizados.....	52
Figura 76 – Junta de topo atacada a primeiro momento com Vilella e depois com Crômico 10%.....	54
Figura 77 - Junta Overlap atacada a primeiro momento com Glicerégia e depois com Crômico 10%.....	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química para chapas de AISI 304L, 316L, 410S e 444	23
Tabela 2 – Parâmetros de soldagem para duas geometrias de juntas.	23
Tabela 3 – Reagentes com suas respectivas composições químicas e seu método de ataque.	25
Tabela 4 – Reagentes em função da estrutura que revela em função da composição	52

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	1
1.1 Objetivos.....	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 Metalografia.....	3
2.1.1 Escolha da seção.....	5
2.1.2 Corte metalográfico.....	5
2.1.3 Preparação da Superfície.....	7
2.1.4 Ataque.....	9
2.2 Aços Inoxidáveis.....	11
2.2.1 Influência dos elementos de liga.....	13
2.2.2 Classificação dos aços inoxidáveis.....	17
2.3 Friction Stir Welding (FSW).....	20
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	23
3.1 Materiais.....	23
3.1.1 As amostras.....	23
3.1.2 Lixas e Panos.....	24
3.1.3 Reagentes.....	24
3.2 Equipamentos.....	24
3.2.1 Corte.....	24
3.2.2 Lixamento e Polimento.....	26
3.2.3 Aquisição de imagens.....	26
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	27
4.1 Carpenter.....	27
4.1.1 Junta de Topo.....	27
4.1.2 Junta Overlap.....	29
4.2 HNO ₃ 40%.....	30

4.2.1 Junta de Topo	30
4.2.2 Junta overlap	32
4.3 Vilella.....	33
4.3.1 Junta de Topo	33
4.3.2 Junta Overlap.....	35
4.4 Oxálico – 10%.....	36
4.4.1 Junta de topo.	36
4.4.2 Junta Overlap.....	38
4.5 Kalling’s N.2	40
4.4.1 Junta de topo	40
4.5.2 Junta Overlap.....	42
4.6 Glicerégia.....	43
4.6.1 Junta de topo	43
4.6.1 Junta Overlap.....	44
4.7 Ralph’s	46
4.7.1 Junta de topo.	46
4.7.2 – Junta Overlap.....	47
4.8 Ácido Crômico 10%	49
4.8.1 Junta de topo.	49
4.8.2 Junta Overlap.....	51
4.9 Junta de topo	53
4.10 Junta Overlap	53
5. CONCLUSÕES	56
6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS	57

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVO

O nível de bem-estar de uma sociedade está intimamente relacionado à sua capacidade de produzir bens de consumo, modais de transporte assim como a estrutura para utilização destes. Com o objetivo de suprir essa necessidade a indústria vem aumentando seu nível de tecnologia buscando novas técnicas de fabricação de materiais.

Para se fabricar um bem de consumo existem diversos materiais assim como técnicas que podem produzir resultados similares do ponto de vista tecnológico, a escolha do processo de fabricação vai recair sobre aquele que for mais econômico.

Dentre todos os processos de fabricação, a união de materiais pode ser considerada a mais dinâmica e versátil, pode ser utilizada para fabricar desde peças eletrônicas pequenas a estruturas gigantescas como plataformas de petróleo ou naves espaciais.

Na fabricação/manutenção equipamentos metroviários e ferroviários os aços inoxidáveis são um dos mais utilizados principalmente na estrutura dos carros e vagões. A técnica mais utilizada neste setor é a soldagem. A soldagem possibilita tanto a fabricação quanto a manutenção destes componentes de forma ágil e relativamente simples.

A utilização destes materiais está ligada a sua característica de suportar a oxidação e corrosão nos ambientes mais variados. Existem diversos tipos de aços inoxidáveis que se enquadram nestas características, os quais podem ter elementos de ligas diferentes que buscam uma microestrutura ou propriedade específica.

A falta de conhecimento a respeito do comportamento das outras classes de aços inoxidáveis faz com que os aços inoxidáveis austeníticos ainda sejam os mais utilizados. O alto custo deste tipo de material motiva a engenheiros e pesquisadores a buscar materiais que possam substituí-lo de forma satisfatória. Devido suas características serem semelhantes aos dos aços inoxidáveis austeníticos, os aços inoxidáveis ferríticos são os mais estudados para essa substituição.

A utilização dos aços inoxidáveis ferríticos é limitada em algumas aplicações principalmente devido a alterações metalúrgicas indesejadas, por esse motivo são

mais utilizados em situações nas quais não se busca alto desempenho tanto de resistência a corrosão quanto de propriedades mecânicas. Essas alterações metalúrgicas são intensificadas quando aços inoxidáveis ferríticos são utilizados principalmente para produtos soldados.

A Metalografia é uma importante ferramenta para o conhecimento destas transformações. O conhecimento da microestrutura assim como seus microconstituintes é de extrema importância para prever o comportamento do material em determinadas aplicações, garantindo assim o seu desempenho.

O processo de caracterização microestrutural consiste em diversos métodos e técnicas que dependem, principalmente, do tipo de informação que será obtida. A aplicação da técnica adequada assim como a escolha do método a ser utilizado é imprescindível para a interpretação correta das características do material.

Para que seja possível uma análise microestrutural uma superfície de um material deve ser submetida a uma técnica de contraste (Químico, ótico ou mecânico) que possibilitará sua visualização. Ataques químicos são uma das técnicas que criam estes contrastes.

Os ataques químicos são realizados utilizando reagentes que corroem de forma localizada alguns constituintes da superfície do material. A escolha do reagente é de extrema importância para uma correta análise das características do material. Existe uma infinidade de reagentes e combinações que podem ser utilizadas com esse objetivo. Cada reagente poderá criar ou não contrastes preferenciais em uma determinada estrutura ou estruturas.

1.1 Objetivo

O presente trabalho tem como objetivo possibilitar análise metalográfica de uma junta dissimilar composta por aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos, soldadas pelo processo FSW, utilizando ataques químicos diferentes e analisando as influências destes ataques na estrutura. Propondo assim uma combinação de ataque que possibilite a melhor análise da estrutura.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Metalografia

Metalografia é o ramo da metalurgia física que examina e determina a constituição e a estrutura subjacente dos constituintes em metais, ligas e materiais (ASM, 2004). A análise metalográfica tem importância tanto quando se busca prever o comportamento do material quanto em análises de falhas.

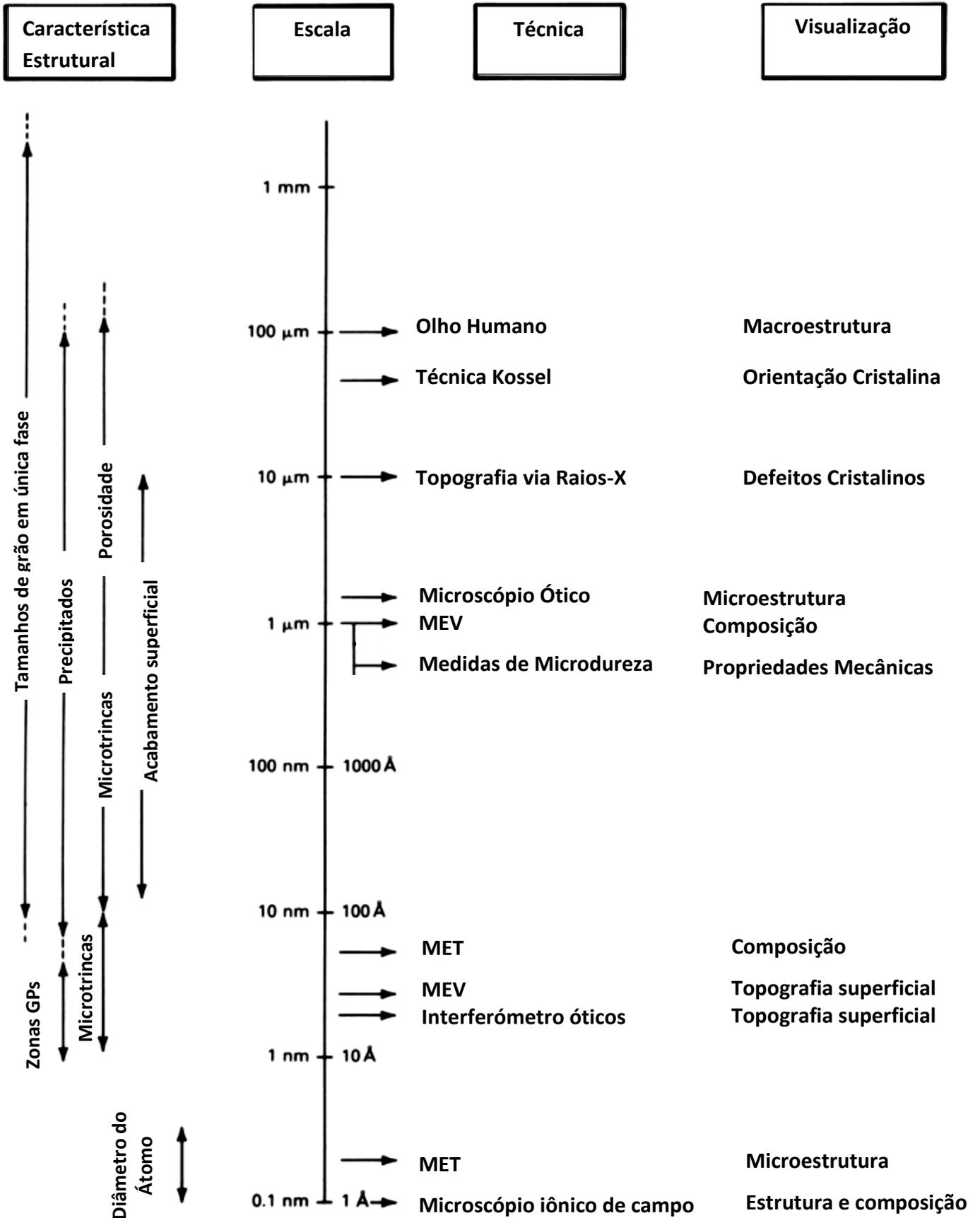
A análise da estrutura pode ser tanto para pequenos aumentos (inspeção a olho nu ou com auxílio de lupas) quanto para aumentos maiores de um milhão de vezes (utilizando microscópios eletrônicos). Ainda podemos incluir nas análises metalográficas o estudo da estrutura cristalina utilizando técnicas de difração de raios-x. A técnica metalográfica mais utilizada é a visualização com auxílio de microscópio ótico que tem capacidade de ampliar entre 50 – 1000X.

A análise da estrutural pode ser feita tanto macroscopicamente quando microscopicamente. A Macrografia consiste no exame de uma seção plana devidamente polida, em geral ataca por um reagente apropriado, com ampliação máxima de 10X. Para ampliações maiores podemos utilizar o termo micrografia. (COLPAERT, 2008) Para análise micrográfica geralmente são utilizados microscópios óticos e assim como na Macrografia a seção deve ser polida e atacada por um reagente apropriado.

Para possibilitar a caracterização de um material foram criadas técnicas tanto para preparação da amostra quanto para geração dos dados. Na *Figura 1* *Figura 1 – Técnicas de caracterização de Materiais.* é possível verificar alguns métodos de caracterização microestrutural existentes assim com sua respectiva escala. A escolha do da técnica a ser utilizada vai depender do objetivo da análise. Dependendo da análise a ser realizada a amostra deverá passar por um processo de preparação específico. No presente trabalho buscaremos a análise micrográfica utilizando as seguintes etapas de preparação.

- Escolha da Seção a ser estudada;
- Corte Metalográfico;
- Preparação da superfície (Lixamento e Polimento);
- Ataque;
- Visualização via Microscópio;

Figura 1 – Técnicas de caracterização de Materiais.



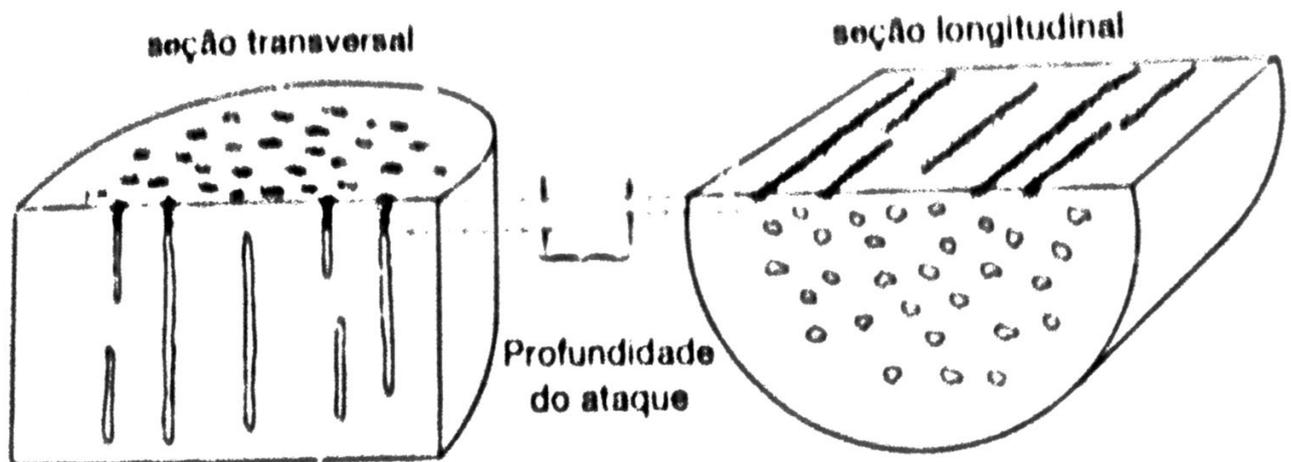
Fonte: Adaptado de ASM, 2004.

2.1.1 Escolha da seção

Seccionar é por definição remover uma amostra de tamanho conveniente e representativa de uma amostra de maior magnitude. Esta é a primeira operação de preparação de amostras metalográficas. (ASM, 2004)

A escolha correta da seção a ser estudada é de extrema importância para a análise, uma escolha equivocada da seção pode levar a uma falsa interpretação das características do material ou do defeito. Podemos exemplificar utilizando *Figura 2 a)* onde a seção transversal nos leva a pensar que os defeitos no material são pontuais não sendo possível ter ideia da real profundidade dos defeitos. No caso da *Figura 2 b)* a seção longitudinal nos mostra o real comprimento do defeito nos levando a uma interpretação completamente diferente de suas características.

Figura 2 – Seções de corte transversal e longitudinal.



Fonte: (COLPAERT, 2008).

2.1.2 Corte metalográfico

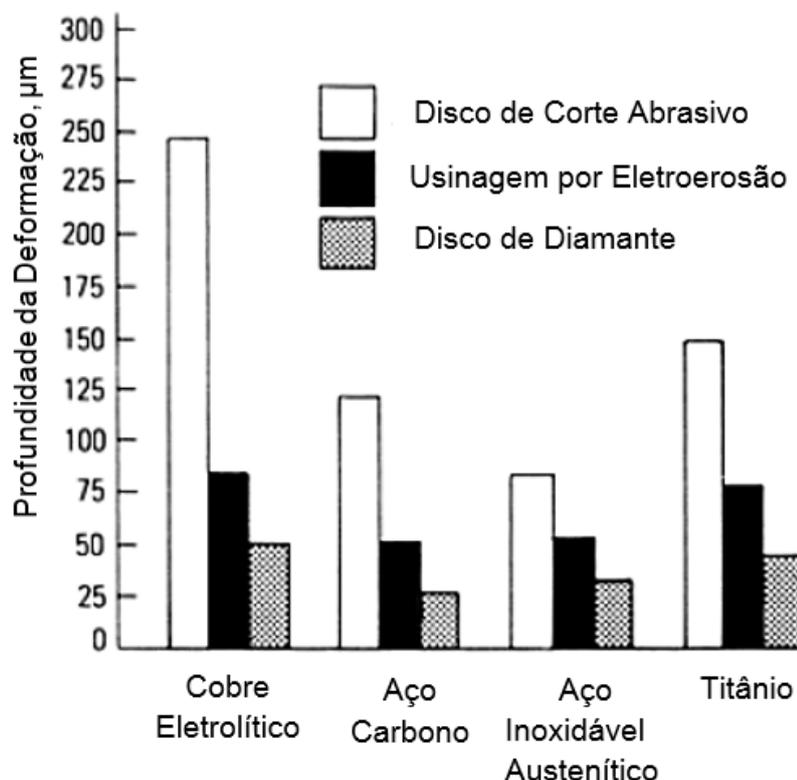
Após a escolha da seção a próxima etapa do processo de metalografia é o corte metalográfico. O processo de Metalografia é um processo destrutivo por sua natureza. Baseado nisso metalógrafo competente deve analisar precisamente a região onde deverá ser realizado o corte, buscando não destruir a seção a ser estudada. Em processos de análise de falhas o metalógrafo pode até ser responsabilizado em casos de destruição de evidências.

A diferença entre o corte metalográfico e outros procedimentos de corte de metais é que o corte metalográfico busca um melhor acabamento superficial, uma seção perfeitamente plana e a menor modificação superficial possível.

Logicamente que o processo remoção de material causa uma modificação superficial, estas modificações geralmente acontecem de forma imprevisível. O procedimento de corte realizado de maneira displicente pode causar até transformações microestruturais, o que levaria a falsas interpretações dos resultados.

Transformações microestruturais devem ser sempre evitadas em todos os procedimentos metalográficos. Entretanto algumas modificações superficiais podem acabar ocorrendo e algumas inevitavelmente ocorrem. Um exemplo são deformações a frio e a quente que podem ocorrer durante o procedimento. Essas deformações dependem do material analisado, da escolha do disco, da velocidade de rotação, da pressão empregada assim como do método de refrigeração. Podemos verificar na figura 3 a relação entre a profundidade da deformação o material e o método de corte(ASM, 2004).

Figura 3 – Relação entre a profundidade da deformação, matéria e método de corte.



Fonte: (ASM, 2004).

2.1.3 Preparação da Superfície

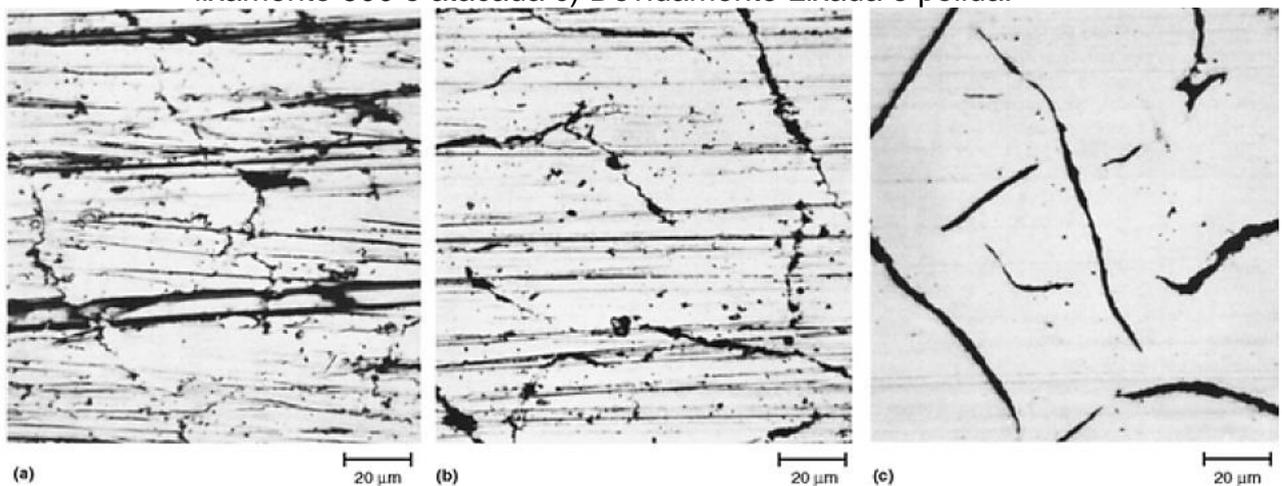
O processo de preparação da superfície como comentado anteriormente vai depender da técnica de caracterização que será utilizada. No presente trabalho comentaremos o processo de lixamento e polimento para visualização em microscópio ótico.

2.1.3.1 Lixamento

O processo de lixamento tem como objetivo de remover todos os danos causados pelo processo de corte (geralmente deformação), além de remover sulcos e riscos provenientes dos procedimentos anteriores, até que estes estejam em uma profundidade que seja possível seu desaparecimento no processo seguinte de preparação, o polimento.

As amostras são lixadas utilizando uma sequência de lixas que geralmente são: 100, 220, 320, 440, 600, 1200 *mash* e visam diminuir gradativamente a profundidade dos riscos até que estejam em uma profundidade igual à da granulometria da última lixa da sequência (*Figura 4*). (BORGES, 2009)

Figura 4 – Amostras preparadas com a) Apenas lixamento 220 e atacada b) Apenas lixamento 600 e atacada c) Devidamente Lixada e polida.

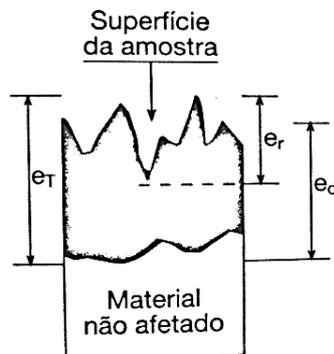


Fonte: (ASM, 2004).

2.1.3.2 Polimento

O polimento é a etapa seguinte da preparação de amostras para análise micrográfica. Polimento assim como processo de lixamento tem como objetivo remover camadas deformadas além de remover completamente todos os riscos presentes na amostra mesmo aqueles que sejam microscópicos. Na *Figura 5* o corte esquemático mostra a região que é objetivada pelo processo de polimento, isto é, abaixo da espessura deformada para a maioria dos casos. Para se obter uma superfície polida são utilizados métodos químicos, eletrolíticos ou mecânicos.

Figura 5– Corte esquemático de uma amostra (e_r) Espessura rugosa (e_d) espessura deformada (e_T) Espessura polida.



Fonte: (COLPAERT, 2008).

2.1.3.2.1 Polimento mecânico

O processo de polimento mecânico é o mais utilizado e é realizado por meio de partículas abrasivas que não estão fixas, mas em suspensão em líquidos. (ASM, 2004). Neste processo se utiliza politrizes circulares que utilizam um prato metálico coberto por tecidos especiais podendo ser secos ou umedecidos por soluções polidoras que podem ser aquosas ou oleosas. (BORGES, 2009)

2.1.3.2.2 Polimento eletrolítico

Processo descoberto por Jacquet em 1935 onde ocorre o polimento na amostra posicionada como ânodo dentro de um banho eletrolítico. Picos na superfície da amostra são desgastados devido a passagem de corrente (BATISTA, 2009). As

vantagens desse procedimento são principalmente a economia de trabalho, de tempo além da não criação de superfícies deformadas.

2.1.3.2.3 Polimento químico

Polimento químico é um processo de corrosão controlada onde a superfície polida é conseguida mediante a imersão ou agitação em soluções. A amostra é colocada em um ácido que toma o papel da corrente no polimento eletrolítico (ASM, 2004). Geralmente utilizada em materiais não ferrosos.

Além dos procedimentos citados acima pode-se obter uma superfície polida utilizando métodos combinados de polimento mecânico e polimento eletrolítico.

2.1.4 Ataque

Com o objetivo de visualizar da estrutura de um material a amostra é submetida a mecanismos de criação de contrastes tornando assim possível a visualização de sua estrutura. Existe uma gama de métodos de criação de contrastes que podem ser utilizados para visualizar estruturas específicas. De acordo com a ASM esses métodos podem ser classificados como: Ótico, Químico ou Mecânico.

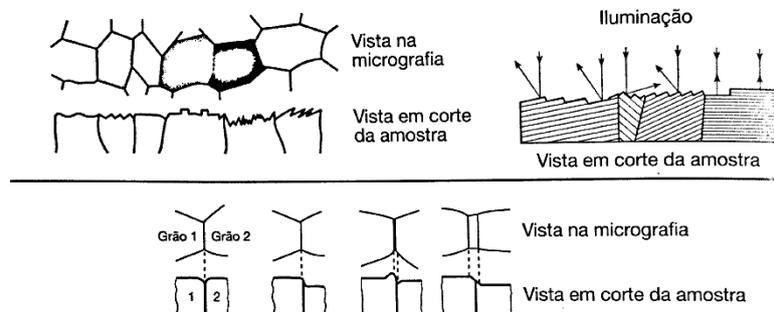
A criação destes contrastes é imprescindível para que seja possível analisar a estrutura de uma amostra, uma superfície completamente polida refletirá a luz de forma praticamente uniforme não sendo assim possível analisar sua estrutura. Dentre os métodos de criação de contrastes comentados o mais utilizado na Metalografia é o ataque químico.

O ataque químico tem como objetivo revelar a microestrutura de uma amostra sob a luz de microscópio ótico utilizando reagentes químicos (ASM, 2004). Contrastes entre os constituintes podem ser observados devido a um método de corrosão localizada que como consequência modifica a forma de reflexão da luz na superfície amostra.

Em outras palavras, ataques químicos criam uma superfície que refletirá a luz em diferentes direções, estes desvios causados na luz incidente podem ser causado

por um desnível, por uma deposição de camada ou pela orientação dos cristais (Figura 6). (COLPAERT, 2008).

Figura 6– Contrastes criados devido a ataques químicos.



Fonte: (COLPAERT, 2008).

A composição química, a temperatura e o tempo podem ser os mais variados e atingir as mais diversas formas de contraste. Podemos ver na Figura 7 que na mesma estrutura foram criados diferentes contrastes devido a diferentes composições químicas dos reagentes.

Figura 7– Influência da composição química dos reagentes no contraste de AISI 4340 a) Nital 2% b) Solução aquosa de Metabissulfito de sódio 10% c) Reativo Lepera



Fonte: (MASSAKATSU, 2010).

Em aços inoxidáveis o ataque químico é dificultado devido a sua propriedade característica de resistência a corrosão. Essa dificuldade de preparar a superfície de uma amostra de aço inoxidável, motivou o desenvolvimento de diversos tipos de reagentes assim como métodos de ataque que possibilitassem a análise microestrutural destes materiais. (SMALL, 2008)

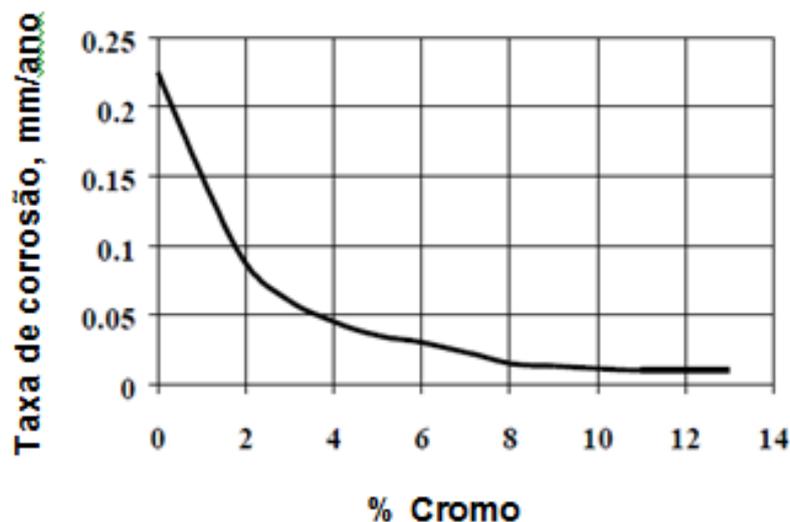
2.2 Aços Inoxidáveis

Os primeiros aços inoxidáveis produzidos no mundo foram desenvolvidos por H. Brearly. Brearly buscava um novo material para produção de canos de armas pesadas que fossem mais resistentes ao ambiente. Suas pesquisas com cromo lhe rendeu a primeira patente de aços inoxidáveis que até aquele momento possuíam entre 9% - 15% de Cromo com menos de 0,7% Carbono. (LEFFLER, 2008)

Hoje os aços inoxidáveis estão presentes em nosso dia-a-dia nas mais diversas aplicações desde a aplicações artísticas e/ou estéticas a naves aeroespaciais (ISSF, 2013)

Os aços inoxidáveis são basicamente ligas ferro-cromo com concentrações de 10% - 30%. Podemos ver na *Figura 8* que acima de 10% de cromo a taxa de corrosão é praticamente constante. (AISE, 1998). Diferentemente da primeira patente de Brearly, hoje os aços inoxidáveis podem possuir também outros elementos de liga com concentrações variáveis como Níquel, Molibdênio, Cobre, Enxofre, Nióbio, Titânio, etc.

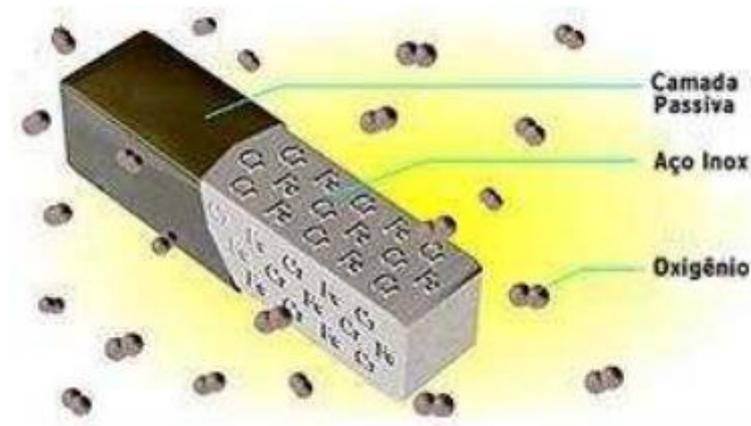
Figura 8 – Influencia do percentual de cromo na taxa de corrosão de um Aço Inoxidável



Fonte: (LEFFLER, 2008).

As características antioxidantes e anticorrosivas dos Aços Inox se dão pela formação de uma fina película estável, aderente e protetora de óxido de cromo que isola o metal da atmosfera oxidante. (HONEYCOMBE, 2006)

Figura 9 – Camada protetora de óxido de cromo.

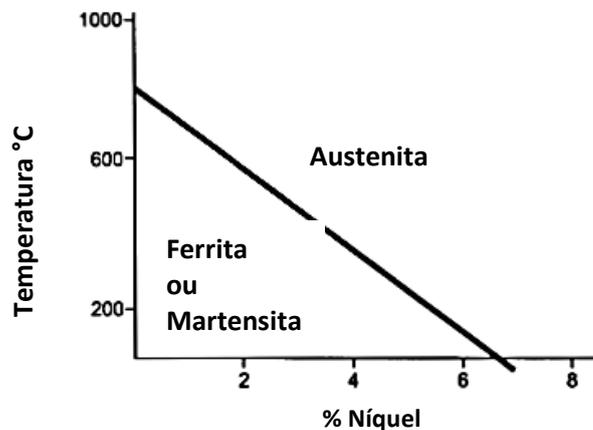


Fonte: (MORELLATO, 2009)

Como comentado anteriormente os aços inoxidáveis podem possuir uma infinidade de elementos de liga, que são adicionados para melhorar as propriedades da camada passivadora assim como suas propriedades mecânicas. O percentual destes elementos assim como sua variação transformam as fases presentes (*Figura 10*), o que torna possível classifica-los em Austeníticos, Ferríticos, Martensíticos, Duplex, Endurecíveis por precipitação (COVERT & TUTHILL, 2000)

Figura 10– Efeito da Adição de Níquel nas ligas Fe-Cr.

Efeito da Adição de Níquel nas ligas Fe-Cr



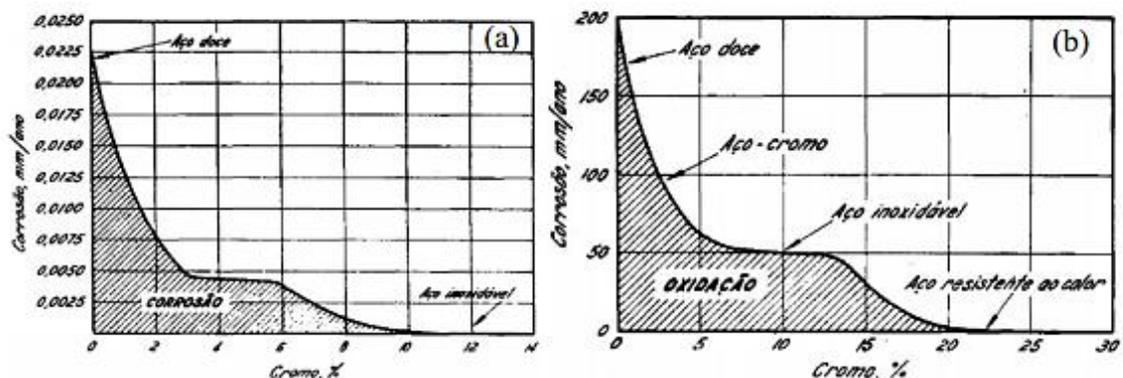
Fonte: (COVERT & TUTHILL, 2000).

2.2.1 Influência dos elementos de liga

Os elementos de liga possuem características específicas e efeitos diferentes nas propriedades do aço. A combinação de efeitos dos elementos de liga assim como impurezas presentes determinam em qual classe este será inserido. A seguir será discutido a influência dos principais elementos de liga nas propriedades dos aços inoxidáveis.

- Cromo (Cr): Estabilizador de ferrita. Tem como principal característica a formação da camada passiva de óxido que é responsável pela resistência à corrosão nos aços inoxidáveis. Com o aumento de cromo cresce a resistência a corrosão, bem como sua resistência a altas temperaturas. (Figura 4)

Figura 11– a) Passividade dos aços-cromo expostos durante 10 anos a uma atmosfera industrial; b) Efeito do cromo na resistência dos aços a altas temperaturas.

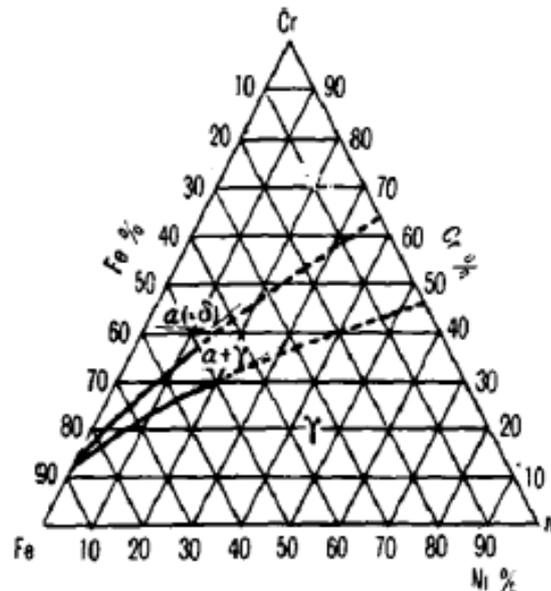


Fonte: (CHIAVERINI, 1990).

- Níquel (Ni): O principal efeito da adição do níquel em aços inoxidáveis é a estabilização da austenita na estrutura (Figura 12). Além de estabilizar a austenita o níquel geralmente aumenta a ductilidade e a tenacidade. Níquel também é utilizado para formar compostos intermetálicos em aços Endurecíveis por precipitação, aumentando assim a resistência do material (LEFFLER, 2008).
- Molibdênio (Mo): Favorece a formação de ferrita e aumenta a resistência mecânica. O molibdênio aumenta substancialmente a resistência a corrosão tanto localizada quanto geral. Podemos destacar também o favorecimento a fases secundárias em aços inoxidáveis ferríticos, duplex e austeníticos

(LEFFLER, 2008). Também atua na diminuição da quebra de passividade (DOH, et al., 2003).

Figura 12– Influência do Ni e Cr em ligas Fe-Cr-Ni.



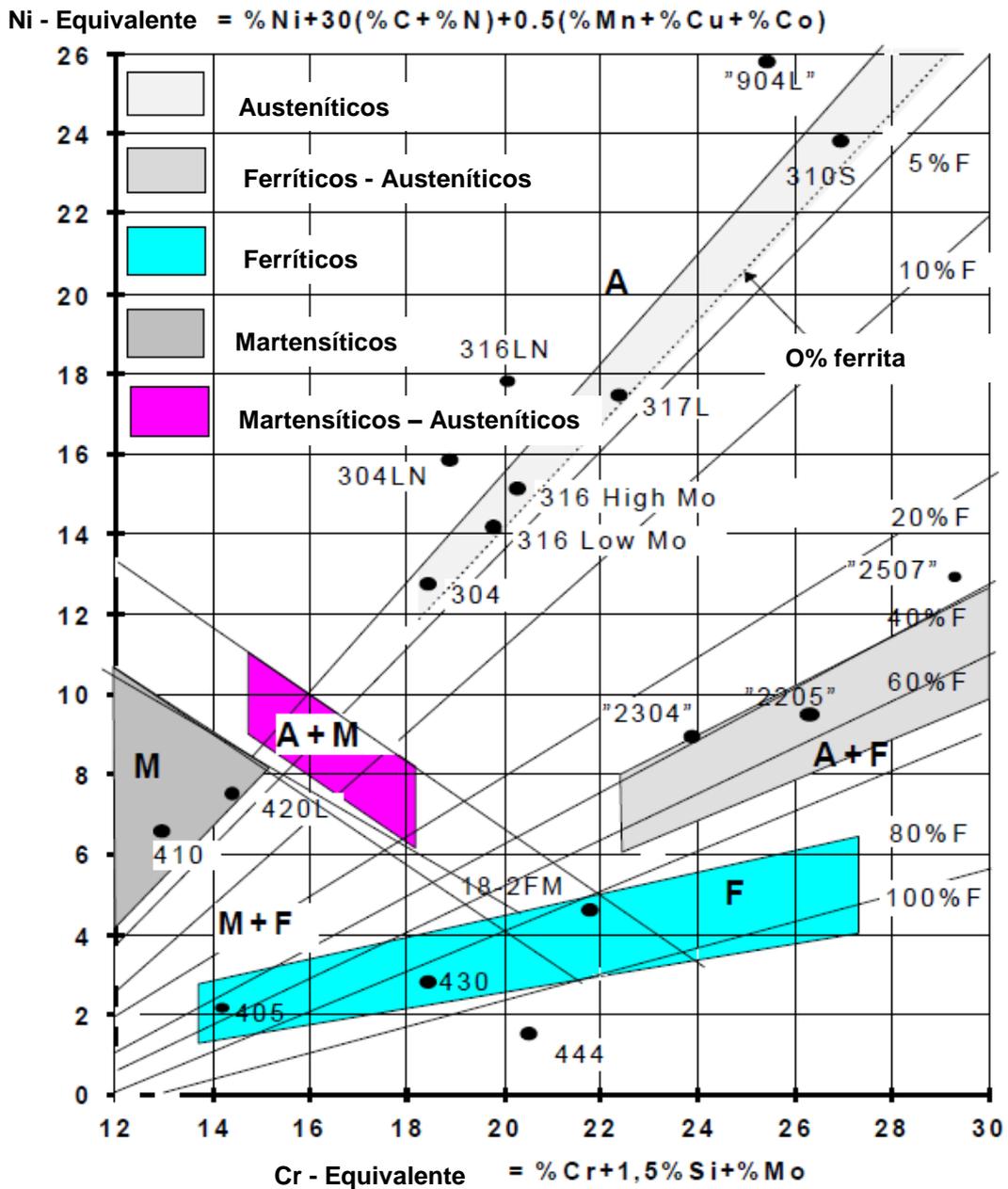
Fonte: (HOCHMAN, 1968).

- Cobre (Cu): O cobre aumenta a estabilidade da fase austenita. Além de aumentar a resistência a corrosão em certos tipos de ácidos. Nos aços Endurecíveis por precipitação, atua na formação de compostos intermetálicos que aumentam sua resistência mecânica (LEFFLER, 2008). Em aços inoxidáveis austeníticos o cobre pode ser utilizado como estabilizador de austenita porém a utilização deste elemento causa fragilização tornando inviável sua utilização para substituir o Níquel. (THORSTEN, 2012)
- Manganês (Mn): Elemento assim como o níquel é promotor de austenita. Quando adicionado ao aço possui elevada capacidade de endurecimento assim como o níquel (ANTÓN, et al, 2003). Podemos também citar sua capacidade de melhorar a ductilidade a quente além de aumentar a solubilidade do nitrogênio no aço, por esse motivo é utilizado para obter altos teores de nitrogênio em aços inoxidáveis austeníticos (LEFFLER, 2008).
- Silício (Si): Elemento que promove a estrutura ferrítica. (LEFFLER, 2008) A adição deste elemento pode causar um aumento da resistência a oxidação dos aços inoxidáveis quando na presença do manganês, o que contribui para o desenvolvimento de uma película rica em cromo. (SENDRIKS, 1996)

- Carbono: Estabilizador de austenita. Com o aumento do carbono no aço ocorre um aumento na sua resistência mecânica, entretanto reduz a sua resistência a corrosão intergranular (LEFFLER, 2008), (FOLKHARD E. , 1988). Nos aços inoxidáveis a presença deste elemento pode causar uma diminuição da resistência a corrosão devido a formação de carbonetos. Nos aços martensíticos o carbono causa um aumento da dureza e da resistência mecânica, o que neste caso está ligado a uma diminuição de tenacidade (LEFFLER, 2008).
- Nitrogênio (Ni): Fortemente austenitizante. Aumenta a resistência a corrosão localizada especialmente quando combinado com molibdênio. Porém sua presença no aço pode causar uma fragilização no material reduzindo a tenacidade. Em aços inoxidáveis ferríticos pode causar uma diminuição da resistência a corrosão, isso devido a formação de nitretos de cromo (Cr_2N) (LIPPOLD & KOTECKI, 2005). Nos aços martensíticos, aumenta a resistência mecânica e a dureza, mas causa queda na tenacidade (LEFFLER, 2008). Elemento também pode ser relacionado a trinca quente em materiais. (RAO, SANDHYA, & MANNAN, 1993)
- Enxofre (S): Geralmente é um elemento considerado contaminante. Na maioria dos processos siderúrgicos existe uma busca na diminuição da concentração deste elemento no aço líquido. É utilizado quando se deseja aumentar a usinabilidade do material. Contudo sua adição deve ser limitada devido ao efeito negativo na resistência a corrosão, ductilidade, soldabilidade e plasticidade do material (LIPPOLD & KOTECKI, 2005), (LEFFLER, 2008).
- Titânio (Ti): Titânio é altamente formador de carbonetos, o que reduz o teor de carbono efetivo, promovendo assim a estrutura ferrítica. Em aços inoxidáveis ferríticos melhora a resistência a corrosão intergranular, assim como aumenta a tenacidade (LEFFLER, 2008;GUIDA, 2006).
- Nióbio (Nb): O nióbio é estabilizador de ferrita. Também é um forte formador de carbonetos. Em aços inoxidáveis ferríticos o nióbio aumenta a resistência mecânica em altas temperaturas na fase inicial, depois de um certo tempo essa resistência diminui devido a formação de Fe_3Nb_3C (FUJITA, OHMURA, & YAMAMOTO, 2003).

O efeito dos elementos de liga na estrutura dos aços inoxidáveis pode ser verificado no diagrama de Schaeffler-Delong. (Figura 13). Este diagrama é baseado no fato de que os elementos de liga podem ser divididos em estabilizadores de ferrita e estabilizadores de austenita. Sabendo disso os elementos estabilizadores de austenita são considerados nas ordenadas assim como os elementos estabilizadores de ferrita são considerados na abscissa. (LEFFLER, 2008)

Figura 13– Diagrama de Schaeffler – Delong



Fonte: Adaptado de (ROSTFRIA, 1983).

2.2.2 Classificação dos aços inoxidáveis.

Entre as classificações mais considerados no setor de aços inoxidáveis se encontram a AISI (*American Iron and Steel Institute*) e a SAE (*Society of Automotive Engineers*). Segundo essas instituições os aços inoxidáveis podem ser divididos em:

- Aços Austeníticos ao cromo-Manganês-Níquel, conhecido como a série “200” que se caracteriza por uma alta resistência mecânica, onde os últimos algarismos dependem dos outros elementos de liga. Se caracterizam por serem endurecíveis por trabalho a frio, são austeníticos, não magnéticos.

- Aços austeníticos ao cromo-níquel, série “300”, que tem como composição básica 7% - 13% de níquel mas pode chegar a 35,5% no “330”, o cromo nesse tipo de aço varia de 17% podendo chegar a 27,5% no “329”, sendo os mais utilizados comercialmente. Não são endurecíveis, são austeníticos e não magnéticos.

- Aços ferríticos e martensíticos da série “400”. Os aços ferríticos se caracterizam por serem magnéticos e possuir a estrutura ferrítica. Enquanto os aços martensíticos são endurecíveis e magnéticos.

Além dessa classificação em séries eles podem ser divididos de acordo com a fase predominante na sua microestrutura esta é a forma mais usual de classificação (CALLISTER, 2008). Nessa forma de classificação podem ser divididos em: austeníticos, ferríticos, martensíticos, duplex e endurecíveis por precipitação.

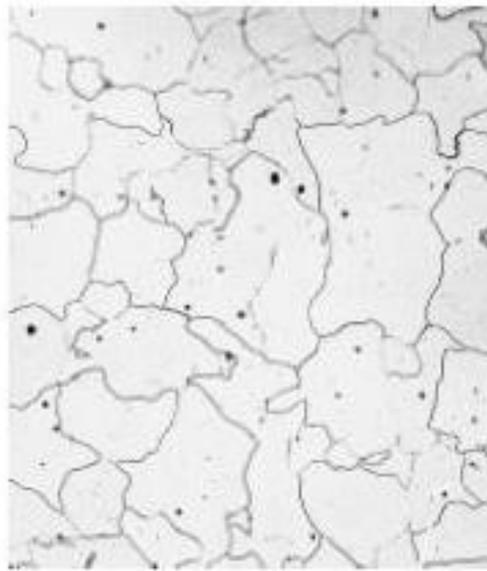
2.2.2.1 Aços inoxidáveis ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos são comumente utilizados em sistemas de escapamentos automotivos (FOLKHARD E. , 1984), partes de fornos e câmaras de combustão devido a sua excelente resistência a corrosão sob tensão, boa tenacidade, ductilidade e soldabilidade quando comparado aos austeníticos (FUJITA, OHMURA, & YAMAMOTO, 2003). Sua elevada resistência a corrosão se dá devido ao alto teor de cromo na sua composição química (de 11 a 30%) (TABAN, DELEU, DHOOGHE, & KALUC, 2008). Devido ao seu baixo custo quando comparado aos austeníticos essa é a segunda classe de aços inoxidáveis mais utilizada. (KOU, 2003)

Os aços inoxidáveis ferríticos são aqueles pertencentes ao sistema Fe-Cr e tem como fase constituinte predominante a ferrita (*Figura 14*). A ferrita é uma fase

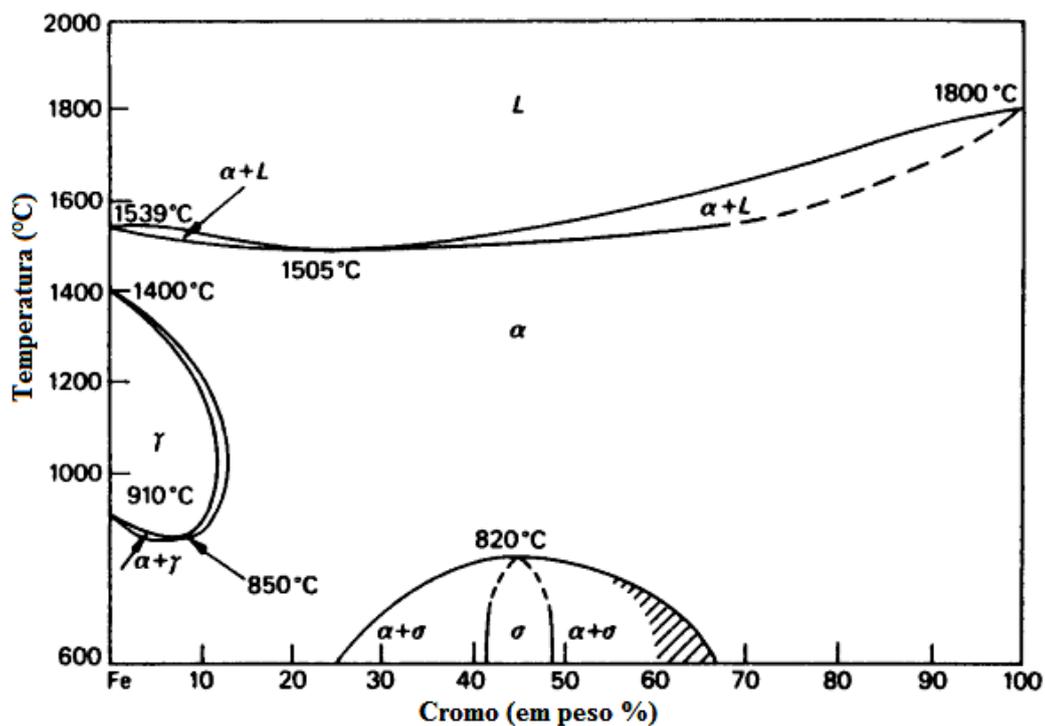
que possui estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) justificada pela adição de elementos tais como o silício, cromo, alumínio, nióbio, molibdênio e o titânio. A adição destes elementos causa uma diminuição no campo austenítico (γ) aumentando assim a estabilidade da ferrita (α) para teores de cromo acima de 13% (Figura 15). (HONEYCOMBE, 2006).

Figura 14 – Microscopia – Estrutura ferrítica



Fonte: (CALLISTER, 2008).

Figura 15 – Diagrama de Equilíbrio Fe-Cr.



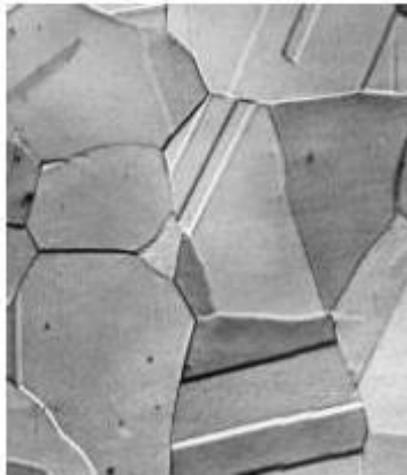
Fonte: (HONEYCOMBE, 2006).

2.2.2.2 Aços inoxidáveis austeníticos

Diferentemente dos aços inoxidáveis ferríticos os aços inoxidáveis austeníticos fazem parte do sistema Fe-Cr-Ni. São não-magnéticos e possuem estrutura cúbica de face centrada (*Figura 16*). Embora o Níquel seja o elemento principal estabilizador de austenita carbono e nitrogênio também são utilizados com esse objetivo. O aumento do percentual destes elementos causa um aumento no campo austenítico como pode ser verificado na figura 9. (DEMO, 1977)

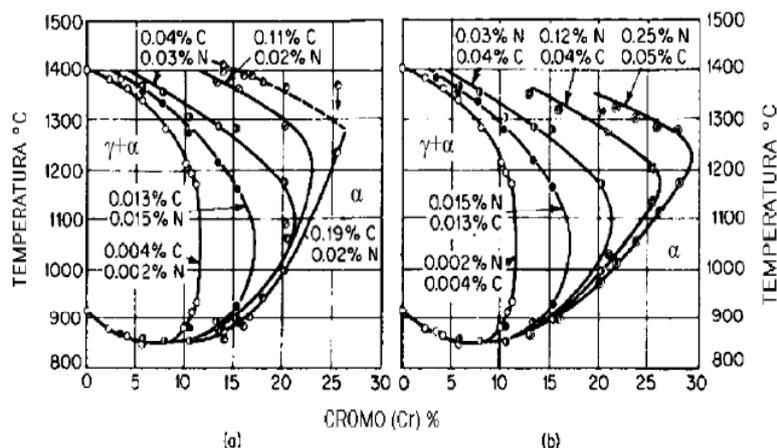
Os aços inoxidáveis austeníticos não podem ser endurecidos por tratamento térmico, mas podem ter sua resistência mecânica aumentada por deformação a frio. (GONZALEZ, 2006)

Figura 16 - Microscopia - Estrutura Austenítica



Fonte: (CALLISTER, 2008).

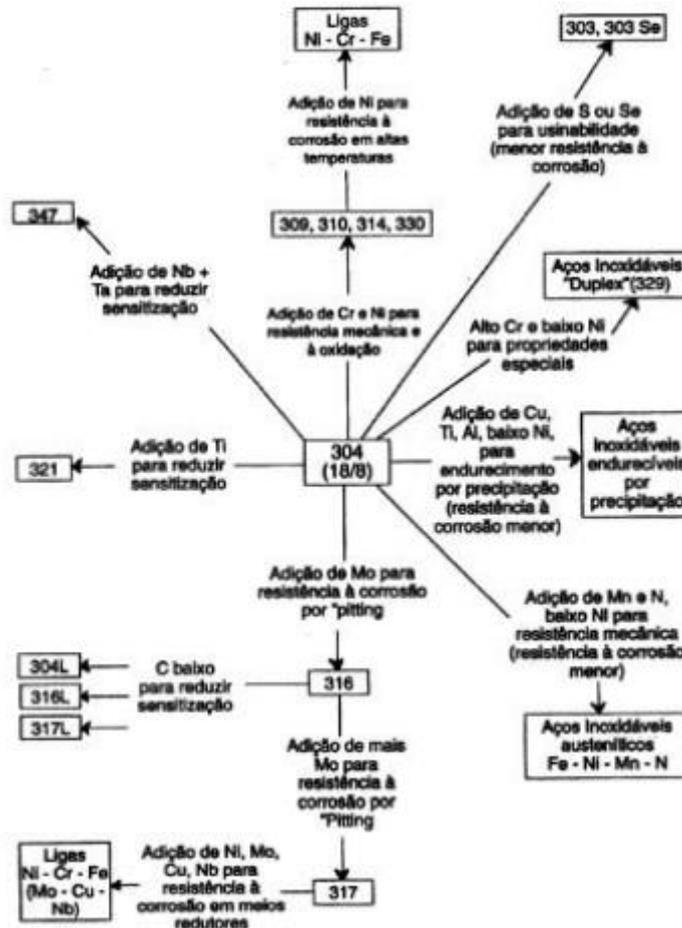
Figura 17 – Influência dos elementos carbono e nitrogênio no campo austenítico a) Influência do Carbono b) Influência do Nitrogênio



Fonte: (DEMO, 1977).

Os aços inoxidáveis austeníticos são os mais utilizados dentre os aços inoxidáveis e assim como possuem o maior número de ligas. Podemos ver na Figura 10 a variedade de ligas que podem ser formadas partindo do aço inoxidável 304.

Figura 18 – Ligas formadas a partir do aço inoxidável 304.



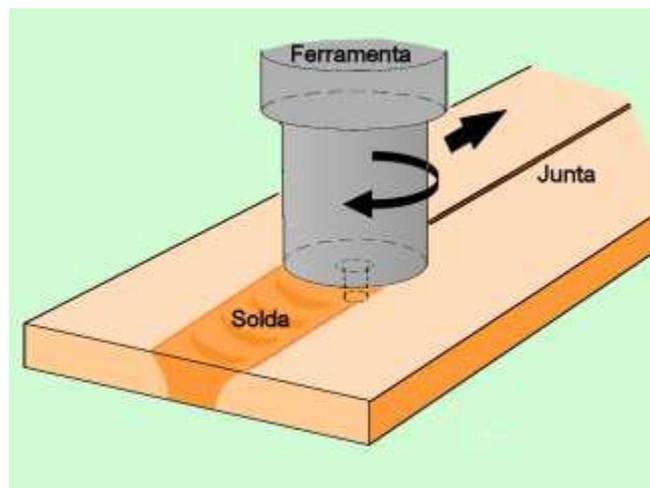
Fonte: (PADILHA & GUEDES, 2004)

2.3 Friction Stir Welding (FSW)

O processo de soldagem FSW é um processo novo quando comparado a outros processos de soldagem mais usuais, com alta eficiência energética e versátil entre outras vantagens. Geralmente é utilizado para soldagem de ligas de alumínio de alta resistência mas pode ser utilizado para soldar outros materiais metálicos que possuem alguma dificuldade de ser soldado por fusão. (MISHRAA & MAB, 2005).

O processo de soldagem FSW é relativamente simples, e pode ser esquematizado na Figura 19. Essa técnica utiliza uma ferramenta rotativa que é pressionada na região da junta devido a forças de fricção eleva a temperatura a uma temperatura abaixo da linha “líquidus”, de uma forma geral deve ser mais ou menos 80% da temperatura de fusão. (SAHOO & SAMANTARAY, 2007) O aumento da temperatura diminui o limite de escoamento do material tornando-o mais fácil de deformar plasticamente. Essa deformação plástica rompe as barreiras que impedem a formação de ligações químicas causando a união dos materiais. (MODENESI, MARQUES, & SANTOS, 2012)

Figura 19 – Figura esquemática de soldagem FSW.



Fonte: (MODENESI, MARQUES, & SANTOS, 2012)

A geometria da ferramenta tem grande influência na geração de calor devido as forças de fricção, fatores como a altura do pino e ressaltos presentes podem aumentar ou diminuir esse calor gerado (FRATININ, BUFFA, & SHIVIPURI, 2010). Outros Parâmetros que influenciam no processo de soldagem FSW são a velocidade de rotação da ferramenta, assim como velocidade de soldagem, ambos parâmetros influenciam na qualidade do cordão de solda, na formação da microestrutura desejada e eventualmente nas boas propriedades mecânicas. (ERICSSON & SANDSTROM, 2003)

Dentre as principais vantagens do processo FSW podemos destacar menores distorções, menores transformações metalúrgicas além de minimizar tensões residuais quando comparado a processos de soldagem por fusão. Também não

causa defeitos que são comuns em processos de soldagem por fusão como trincas a quente, trincas a frio e porosidades. (R. NADAN, 2008).

Além de benefícios metalúrgicos o processo de soldagem FSW é considerado um processo de soldagem verde, principalmente devido a sua alta eficiência energética e a não emissão de gases. Além da alta eficiência energética outro benefício ambiental do processo é a economia de consumíveis como arames ou gases. (MISHRAA & MAB, 2005)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

3.1.1 As amostras

Foram utilizados nesse trabalho chapas de aço inoxidável AISI 444, 410S, 304L, 316L de 4 mm de espessura. Suas respectivas composições químicas estão listadas na tabela 1.

Tabela 1 – Composição química para chapas de AISI 304L, 316L, 410S e 444

	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>P</i>	<i>S</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Cu</i>	<i>Co</i>	<i>N</i>	<i>Fe</i>
304L	0,026	0,32	1,21	0,029	<0,010	18,5	7,94	0,29	0,34	0,15	0,058	Rest
316L	0,026	0,56	0,84	0,029	<0,010	17,1	9,97	1,96	0,32	0,20	0,056	Rest
410S	0,025	0,37	0,30	0,023	<0,010	12,8	0,21	0,014	0,21	0,022	0,033	Rest
444	0,015	0,54	0,17	0,046	0,0424	17,8	0,28	1,77	0,06	-	-	Rest

Fonte: Elaborada pelo autor.

As chapas foram soldadas pelo processo FSW e foram executadas no HZG – Helmholtz-Zentrum Geesthacht durante o estágio da aluna Tathiane Caminha que gentilmente as cedeu. Foram utilizados os seguintes parâmetros de soldagem (Tabela 2). As geometrias das juntas estão esquematizadas nas Figura 20 e Figura 21.

Tabela 2 – Parâmetros de soldagem para duas geometrias de juntas.

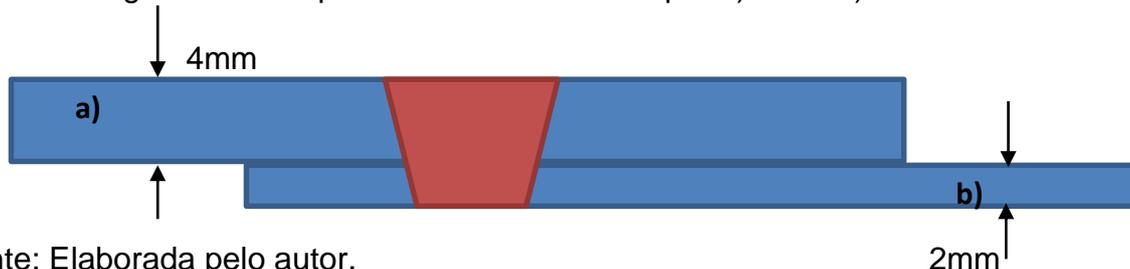
	<i>Velocidade de Rotação (rpm)</i>	<i>Velocidade de soldagem (mm/s)</i>	<i>Força Contato (kN)</i>
Topo	450	1	50
Overlap	450	1	40

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 20– Chapas soldadas em topo – a) 304L b) 410S



Figura 21– Chapas soldadas em Overlap – a) 316L b) 444

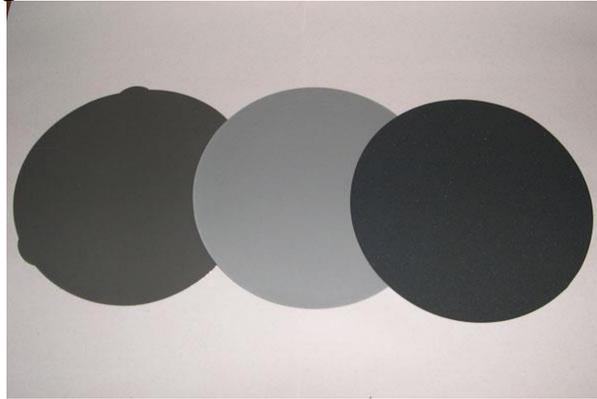


Fonte: Elaborada pelo autor.

3.1.2 Lixas e Panos

Foram utilizadas lixas com diferentes granulações e de forma sequencial. As lixas utilizadas foram 100, 220, 320, 440, 600 e 1200 *mash*. (Figura 22).

Figura 22 – Lixas cortadas nos formatos ideais



Fonte: Catálogo érios. (ERIOS, 2013)

Panos de polimento Arotec e os abrasivos utilizados foram alumina de 3 μ m e pasta de diamante de 3 μ m e 1 μ m.

3.1.3 Reagentes

No presente trabalho foram utilizados 8 reagentes buscando atacar quimicamente a superfície das amostras para que fosse possível sua análise em microscópio ótico. Os reagentes utilizados estão listados na *Tabela 3* assim como sua composição química e o método de ataque.

3.2 Equipamentos

3.2.1 Corte

Foi utilizado no presente trabalho foi utilizada o equipamento de corte metalográfico *cutoff – COR80* (Figura 23). A amostra foi devidamente refrigerada buscando diminuir a possibilidade de transformações metalúrgicas na superfície da amostra.

Tabela 3 – Reagentes com suas respectivas composições químicas e seu método de ataque.

REAGENTE	CONSTITUINTES	ALÍQUOTA	MÉTODO DE ATAQUE
CARPENTER	- Cloreto de Ferro (III)	8,5 g	Imersão 30 Segundos
	- Cloreto de Cobre (II)	2,4 g	
	- Álcool	122 ml	
	- Ácido Hidroclorídrico	122 ml	
	- Ácido Nítrico	6 ml	
HNO₃ – 40%	- Ácido Nítrico	40 ml	Eletrolítico – 3V
	- Álcool	60 ml	10 Segundos
VILELLA	- Ácido Hidroclorídrico	5 ml	Imersão 1 Minuto
	- Ácido Pírico	2 g	
	- Álcool	100 ml	
ÁCIDO OXÁLICO – 10%	- Ácido Oxálico	10 g	Eletrolítico – 3V
	- Água Destilada	90 ml	1,5 minutos
KALLINGS N.2	- Cloreto de Cobre (II)	12 g	Imersão 50 Segundos
	- Ácido Hidroclorídrico	20 ml	
	- Álcool	225 ml	
GLICERÉZIA	- Ácido Hidroclorídrico	45 ml	Esfregar Algodão na superfície
	- Glicerol	30 ml	
	- Ácido Nítrico	12 ml	
RALPH'S	- Água destilada	100 ml	20 segundos
	- Álcool	200 ml	
	- Ácido Hidroclorídrico	100 ml	
	- Ácido Nítrico	5 ml	
	- Cloreto de Ferro (III)	7 g	
	- Cloreto de Cobre (II)	2 g	
ÁCIDO CROMICO	- Ácido Crômico	10 g	Eletrolítico – 9V
	- Álcool	90 ml	30 Segundos

Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 23 – Equipamento de corte cutoff – COR80 – Fabricante Arotec



Fonte: Catálogo de Equipamentos Arotec. (AROTEC, 2013)

3.2.2 Lixamento e Polimento

No procedimento de preparação de superfície foi utilizado lixadeiras e politrizes do modelo Aropol da Arotec

Figura 24 – Lixadeira e Politriz – Arotec Modelo Aropol



Fonte: Catálogo da Arotec - (AROTEC, 2013)

3.2.3 Aquisição de imagens

Foi utilizado para aquisição de imagens o microscópio ótico de base invertida da fabricante *Olympus* modelo *CKX41*.

Figura 25 – Microscópio ótico – Fabricante Olympus – Modelo CKX41



Fonte: Catálogo Microscópio CKX41. (BRZ, 2013)

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

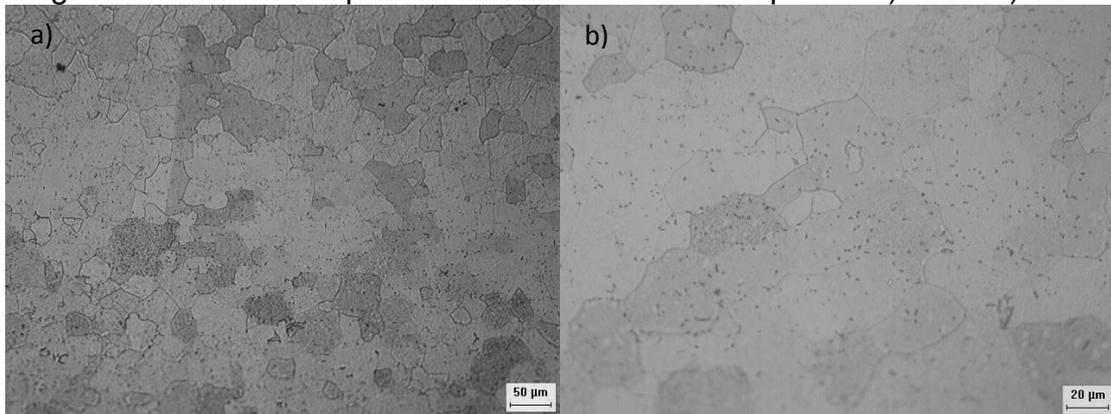
4.1 Carpenter

O reagente Carpenter é utilizado para ataque de estruturas austeníticas dos aços da série 300. O ataque foi realizado via imersão.

4.1.1 Junta de Topo

Embora indicado em diversos trabalhos para a revelação da microestrutura em aços austeníticos, o mesmo possibilitou o ataque ao contorno de grão da região ferrítica, além de revelar carbonetos dispersos (Figura 26).

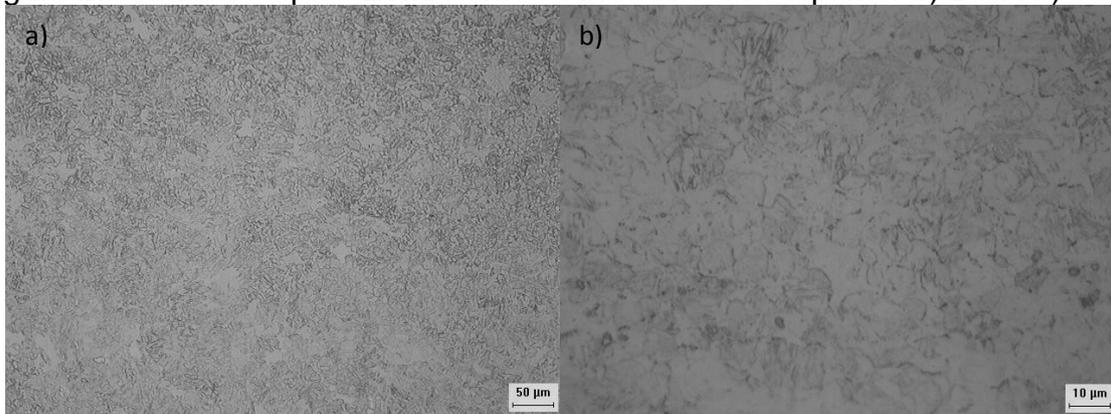
Figura 26 –Junta de topo – 410S - Atacado com Carpenter a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Já na região termomecânica afetada foi possível verificar a presença de martensita da mesma forma que foi encontrado SMALL, 2008 como pode ser visto na Figura 27. Os pontos escuros na imagem são provavelmente carbonetos.

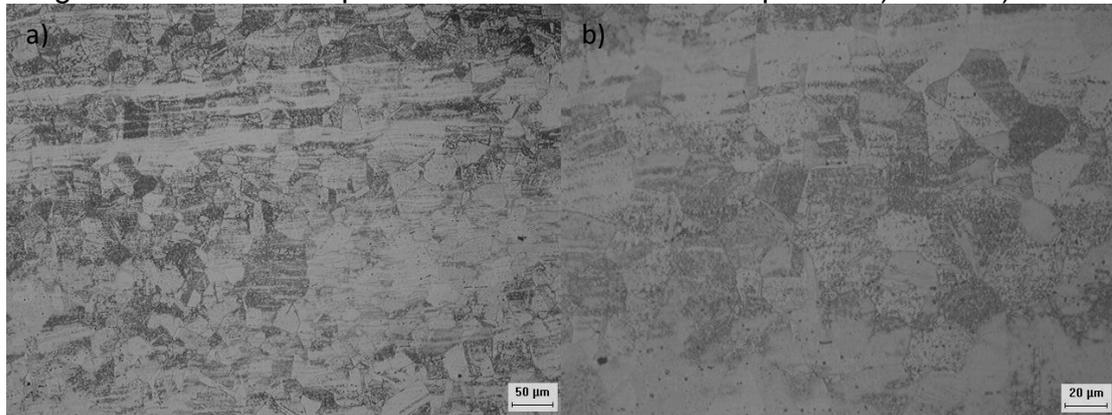
Figura 27- Junta de topo – ZTMA 410S - Atacado com Carpenter a) 200X b) 500X



Fonte: elaborado pelo autor.

Na região austenítica da junta (AISI 304L) o reagente não foi eficaz principalmente devido a não uniformidade do ataque. Pode-se verificar na Figura 28 que existem regiões não atacadas. Entretanto é possível a visualização dos contornos de grão e de contornos de macla nessa estrutura assim como proposto SMALL, 2008.

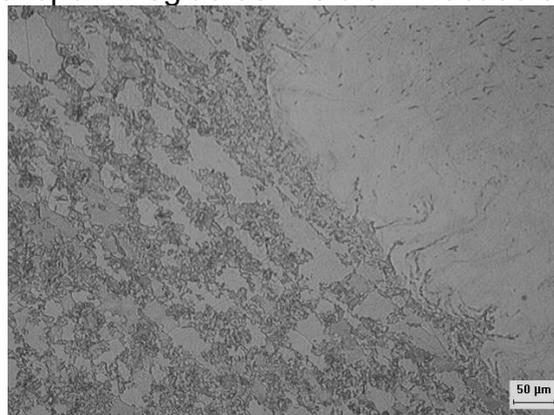
Figura 28- Junta de topo – 304L - Atacado com Carpenter a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Essa não uniformidade pôde ser verificada sobretudo na região de mistura da junta soldada, onde a região ferrítica está perfeitamente contrastada porém na região austenítica apenas é possível verificar os carbonetos presentes na estrutura (Figura 29). É possível verificar também com auxílio da imagem que os grãos escuros de martensita que estão presentes na região ferrítica da amostra.

Figura 29- Junta de topo – Região de Mistura - Atacado com Carpenter 200X



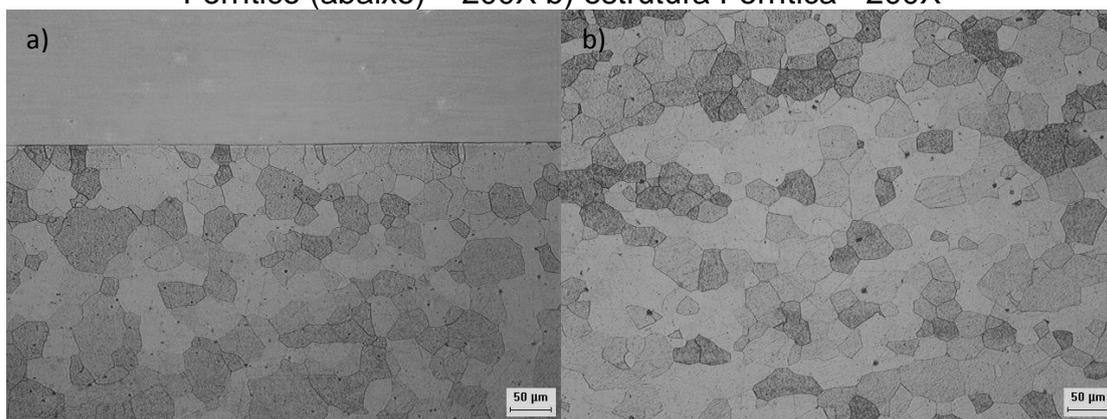
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.1.2 Junta Overlap

Os resultados encontrados na junta de geometria overlap foram diferentes dos encontrados na amostra de geometria de topo. Essa diferença se dá principalmente devido a diferentes composições químicas dos materiais que compõem as juntas. Essas diferentes composições modificam os potenciais de oxidação do material causando uma corrosão localizada diferenciada. Criando diferentes contrastes para estruturas semelhantes.

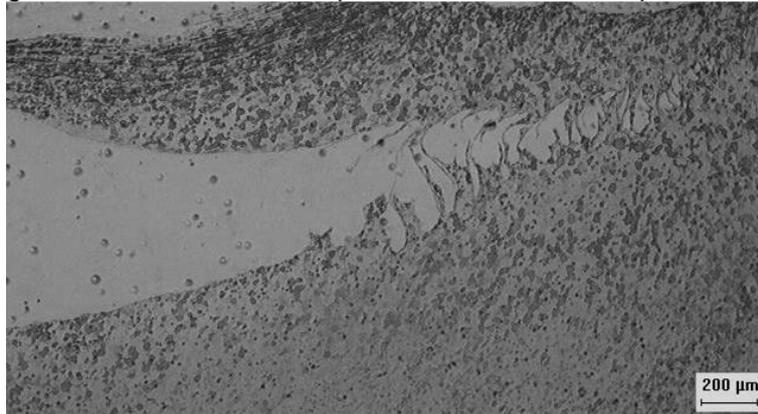
Na junta overlap o reagente Carpenter foi eficiente na criação de contraste em toda região ferrítica da amostra tanto no metal base do AISI 410S, quanto na região de mistura. (Figura 31). Podemos verificar na Figura 30a, a fronteira entre os aços AISI 410S e AISI 304L (parte superior da foto). O aço AISI 316L não foi atacado em nenhum componente, diferentemente do que foi encontrado e proposto por SMALL,2008 onde o reagente foi eficiente no ataque da austenita. Essa preferência em atacar a região ferrítica está relacionada a capacidade de resistir a oxidação. BOTTON, 2008 propos que aços com maior percentual de cromo são mais difíceis de ser oxidados inclusive por reagentes químicos, o aço AISI 316 possui mais cromo que o AISI 410S logo ataque corroeu primeiro o contorno de grão ferrítico.

Figura 30 - Junta overlap – Atacado com Carpenter a) Interface Austenítico (acima) Ferrítico (abaixo) – 200X b) estrutura Ferrítica - 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 31 - Junta overlap – Atacado com Carpenter 50X



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2 HNO₃ 40%

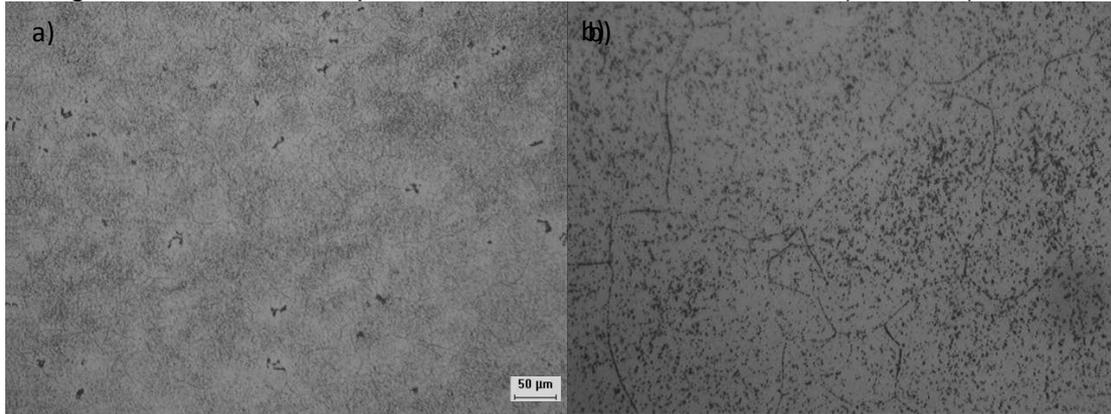
4.2.1 Junta de Topo

O ataque com o HNO₃ foi realizado de maneira eletrolítica. O ataque para junta de topo não foi eficiente em nenhum dos dois aços que compõe a amostra. Na Região ferrítica o reagente superatacou regiões internas ao grão preterindo aos contornos. (Figura 32)

Na região da ZTMA da solda de topo foi possível avaliar o aparecimento de martensita e de carbonetos dissolvidos porém diferentemente do ataque com Carpenter, que revelou a martensita conjuntamente com a ferrita, o ataque com HNO₃ não permitiu a visualização completa desta estrutura (ferrita + martensita). (Figura 33).

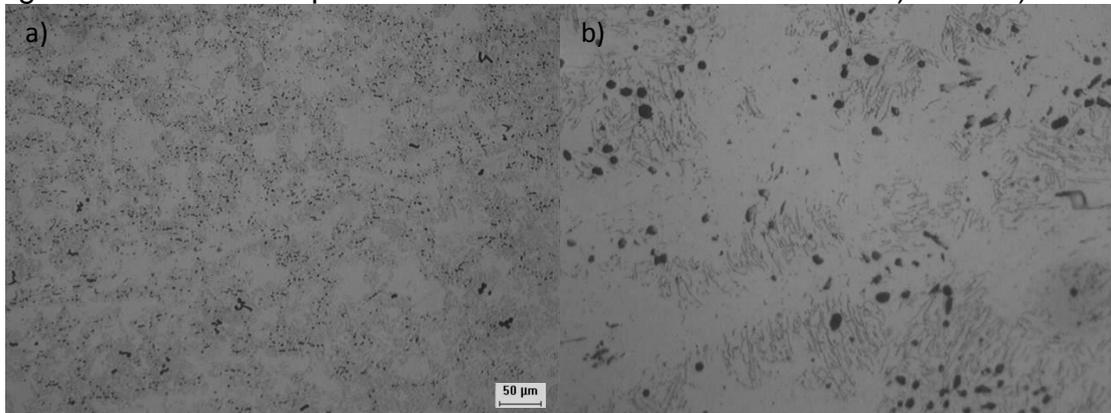
Na região misturada da amostra também não foi possível verificar os contornos de grão de ferrita, apenas regiões bastante deformadas da matriz austenítica. (Figura 34) O ácido utilizado atacou prioritariamente as linhas de deformação e os carbonetos da matriz esse fenômeno acontece principalmente devido a essa região ser uma região de alta energia. Esse fenômeno também aconteceu na região do metal base do AISI 304L, o que impossibilita de verificar de forma clara os contornos de grão austeníticos. (Figura 35)

Figura 32- Junta de topo – 410S - Atacado com HNO3 a) 200X b) 1000X



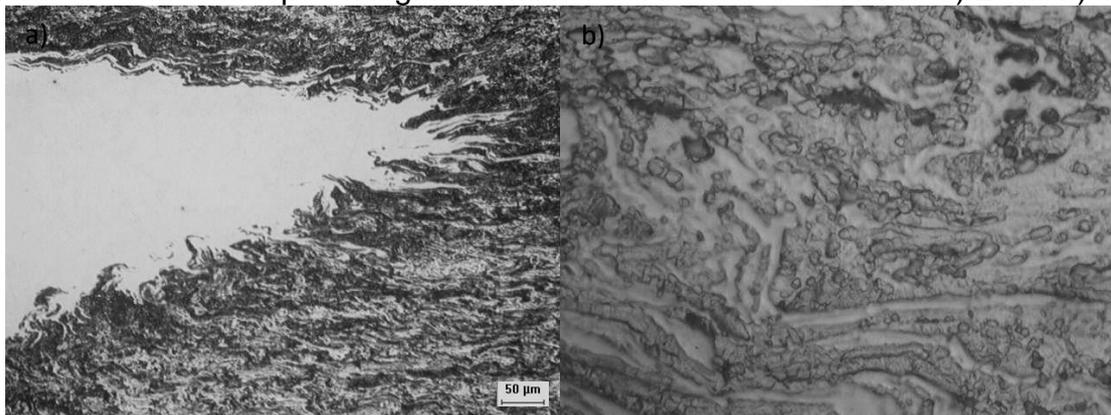
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 33 - Junta de topo – ZTMA 410S - Atacado com HNO3 a) 200X b) 1000X



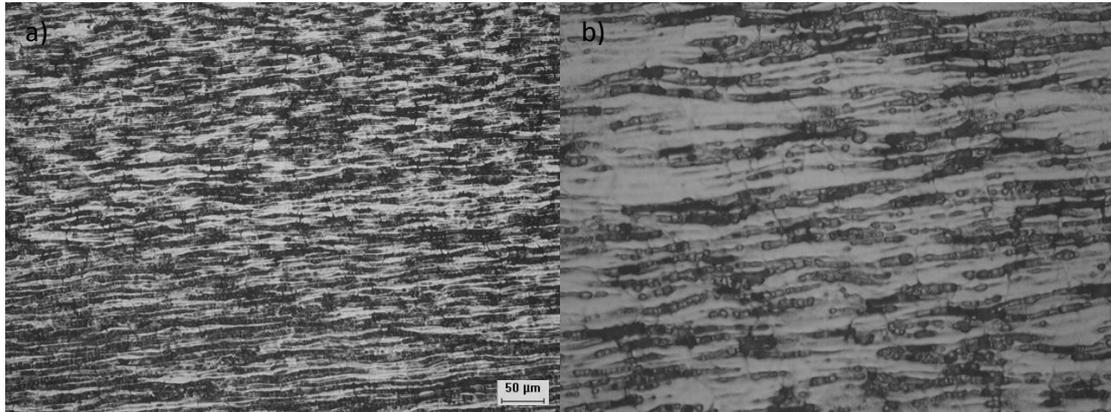
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 34 - Junta de topo – Região da Mistura - Atacado com HNO3 a) 200X b) 1000X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 35 - Junta de topo – Região da Mistura - Atacado com HNO₃ a) 200X b) 1000X

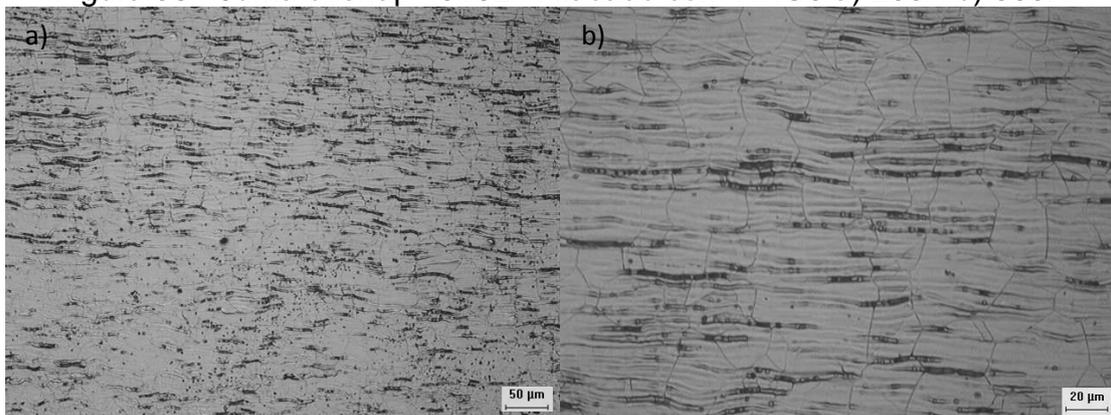


Fonte: Elaborada pelo autor.

4.2.2 Junta overlap

Na amostra que foi soldada em geometria overlap e atacada com HNO₃ 40%, ao contrário do ataque com o reagente Carpenter, revelou a estrutura austenítica de forma relativamente satisfatória. Podemos verificar na figura abaixo que os contornos de grão de austenita foram bem revelados assim como os carbonetos e as linhas de deformações. Essas linhas prejudicam uma visualização clara da estrutura.

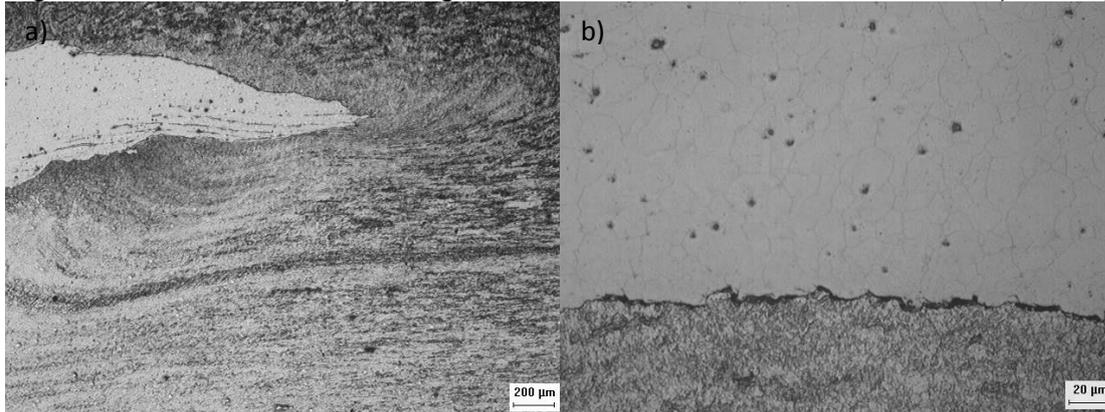
Figura 36 - Junta overlap –316L - Atacado com HNO₃ a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Na região de mistura o ataque revelou uma estrutura austenítica bem deformada (*Figura 37a*) assim como um princípio de ataque a estrutura ferrítica como pode ser visto na *Figura 37b*.

Figura 37 - Junta overlap – Região de Mistura - Atacado com HNO3 a) 50X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Assim como na região de mistura, na região do metal base do aço inoxidável ferrítico 444 foi possível verificar apenas um princípio de ataque aos contornos de grãos de ferrita. Isso pode ser explicado devido a sua maior concentração de cromo o que o torna mais resistente a corrosão.

Figura 38 – Junta overlap – Região de Mistura - Atacado com HNO3 - 200X



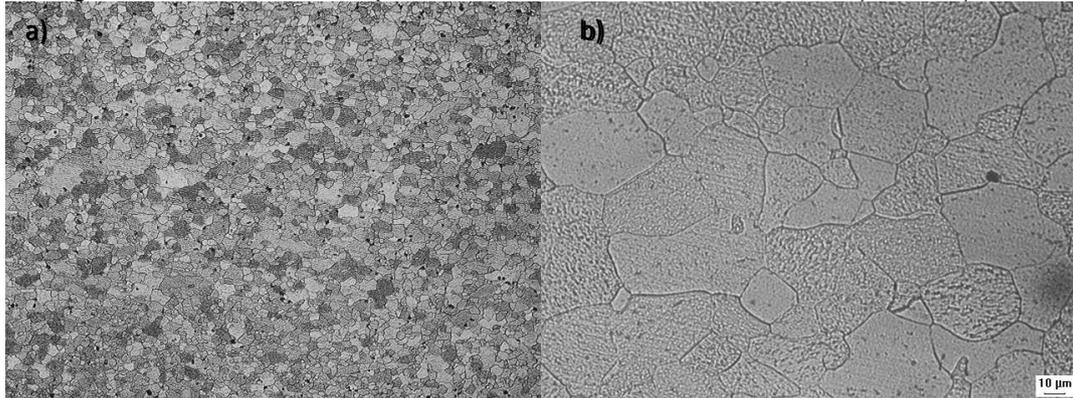
Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3 Vilella

4.3.1 Junta de Topo

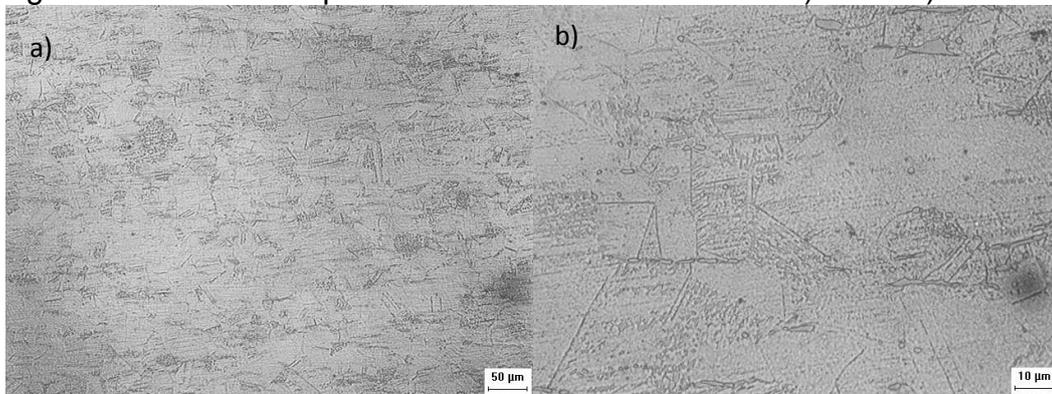
. Assim como SILVA, 2005 foi possível verificar que o reagente foi efetivo em revelar a estrutura ferrítica (α) do material (*Figura 39*). O reagente atacou o contorno de grão, possibilitando a análise morfológica assim como quantitativa. Pode-se verificar os grãos equiaxiais de ferrita assim como carbonetos dispersos na matriz.

Figura 39 – Junta de topo – 410S - Atacado com Vilella a) 50X b) 500X



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 40 - Junta de topo – 304L - Atacado com Vilella a) 200X b) 1000X



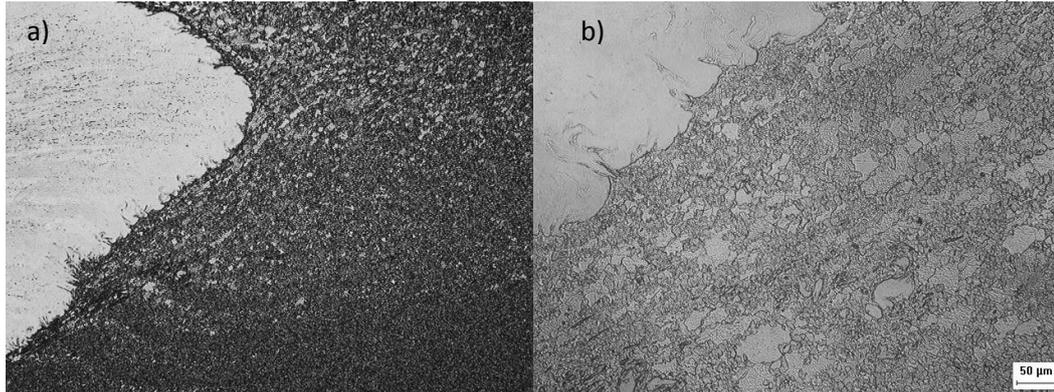
Fonte: Elaborada pelo autor.

Já na região do aço 304L não foi eficaz da mesma forma com que atacou os contornos de ferrita (α) do 410S. É possível observar alguns contornos de macla e alguns contornos de grãos austeníticos (γ) (*Figura 40*), porém não de forma ideal.

Na região de mistura da junta podemos verificar de forma clara os contornos de grãos ferríticos porém não é possível sequer ver os contornos de macla da região austenítica como pode ser verificado na *Figura 41*.

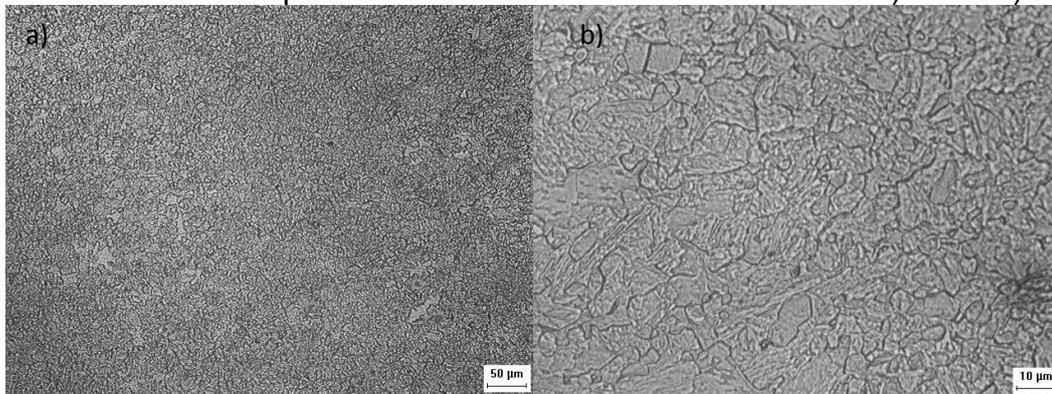
Já na zona termomecanicamente afetada da junta soldada é possível verificar grãos finos de ferrita e uma região martensítica. O reagente foi eficaz no ataque da martensita possibilitando a sua visualização como pode ser encontrado na literatura. (CAMILLO & DELLA ROVERE, 2010)

Figura 41 – Junta de topo – Região de Mistura - Atacado com Vilella a) 50X b) 1000X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 42 - Junta de topo – ZTMA – 410S - Atacado com Vilella a) 200X b) 1000X



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.3.2 Junta Overlap

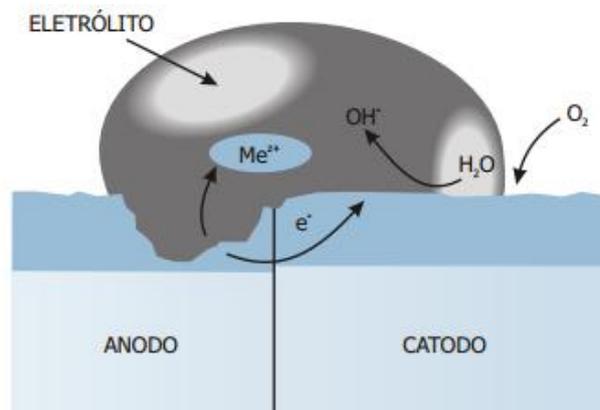
No caso da junta overlap a amostra não foi atacada de forma uniforme. O reagente oxidou de forma preferencial algumas a regiões da matriz ferrítica da amostra, isto é, algumas regiões foram superatacadas enquanto outras sequer foram pouco atacadas (Figura 42). Essa não uniformidade pode ser justificada devido a criação de pilhas eletrolíticas causadas por heterogeneidades entre os componentes microestruturais da amostra, como proposto por PANNONI, 2007. Esse mecanismo pode ser esquematizado na *Figura 43*. É também possível verificar que na região austenítica da junta o ataque revelou apenas as linhas de deformação e os carbonetos dissolvidos na matriz (*Figura 44*). Não possibilitando a visualização dos contornos de grãos austeníticos.

Figura 42 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Vilella a) 200X



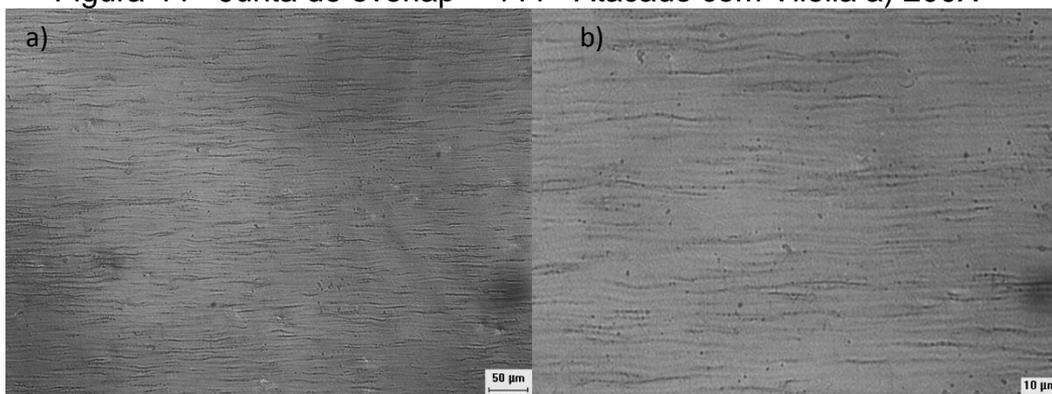
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 43 – Mecanismo de formação de pilhas eletrolíticas na superfície da amostra.



Fonte: (PANNONI, 2007).

Figura 44 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Vilella a) 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

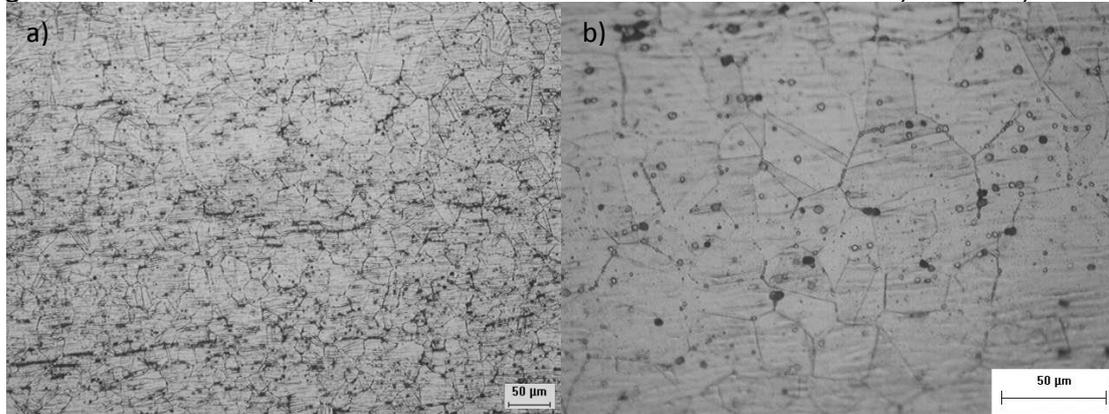
4.4 Oxálico – 10%

4.4.1 Junta de topo.

Como é possível encontrar na literatura o ácido oxálico foi eficiente no ataque da estrutura austenítica. Pode ser verificado na Figura 45 os contornos de grão e

contornos de macla na estrutura austenítica. Assim como encontrado por ZEEMANN, 2003 em sua pesquisa, o ácido oxálico atacou o contorno de grão austenítico o ácido além das linhas de deformação e os carbonetos presentes na matriz.

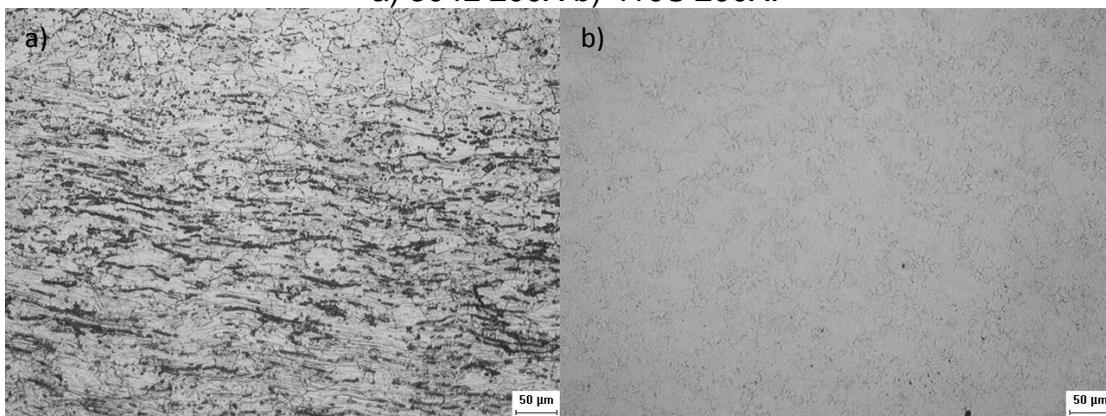
Figura 45 – Junta de topo – 304L - Atacado com Ácido Oxálico a) 200X b) 1000X



Fonte: Elaborada pelo Autor.

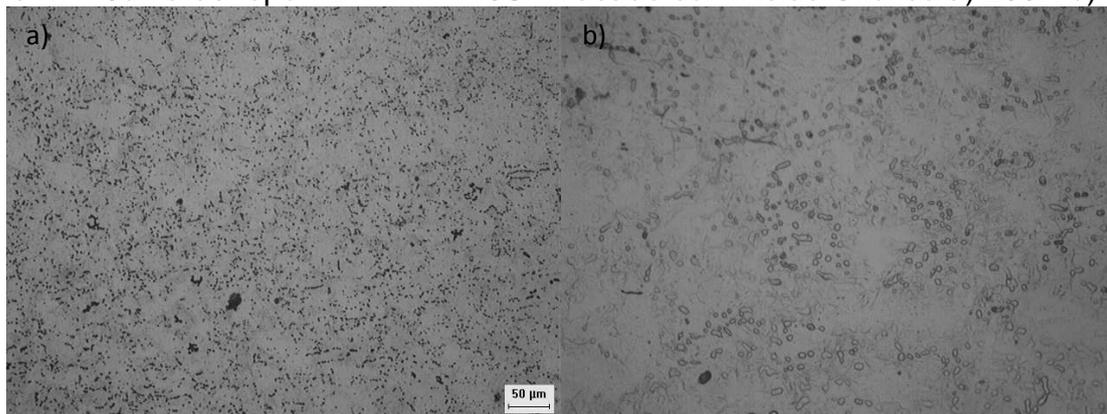
Na região de mistura foi possível verificar uma zona bem deformada grãos austeníticos (*Figura 46a*). O ácido oxálico não foi efetivo no ataque do contorno de grão ferrítico, isso pode ser verificado em todas as regiões onde a estrutura ferrítica é dominante, nestas regiões apenas foi possível verificar carbonetos dissolvidos. Da mesma forma que não foi efetivo na revelação da estrutura ferrítica o ácido oxálico também não foi efetivo na revelação da estrutura martensítica da região da ZTMA como pode ser visto nas *Figura 47 e 48*.

Figura 46– Junta de topo – Região de mistura - Atacado com Ácido Oxálico a) 304L 200X b) 410S 200X.



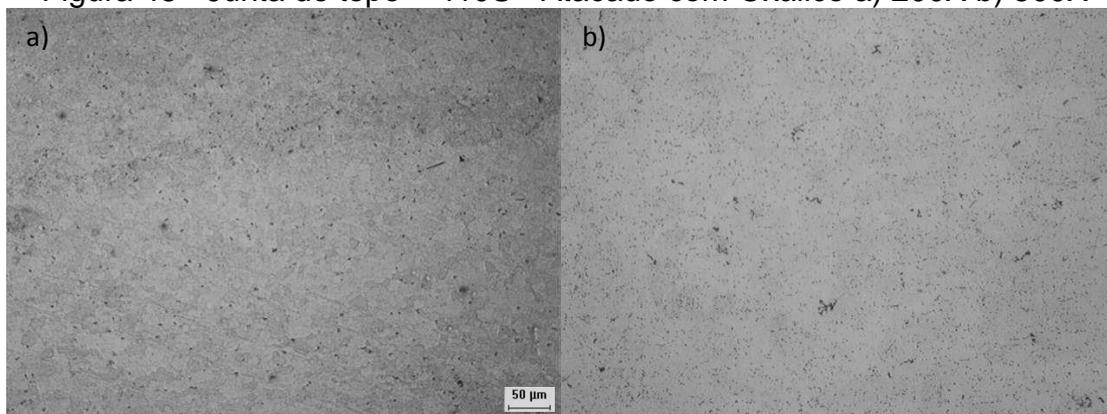
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 47 - Junta de topo –ZTMA – 410S- Atacado com Ácido Oxálico a) 200X b) 500X.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 48 - Junta de topo – 410S - Atacado com Oxálico a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.4.2 Junta Overlap

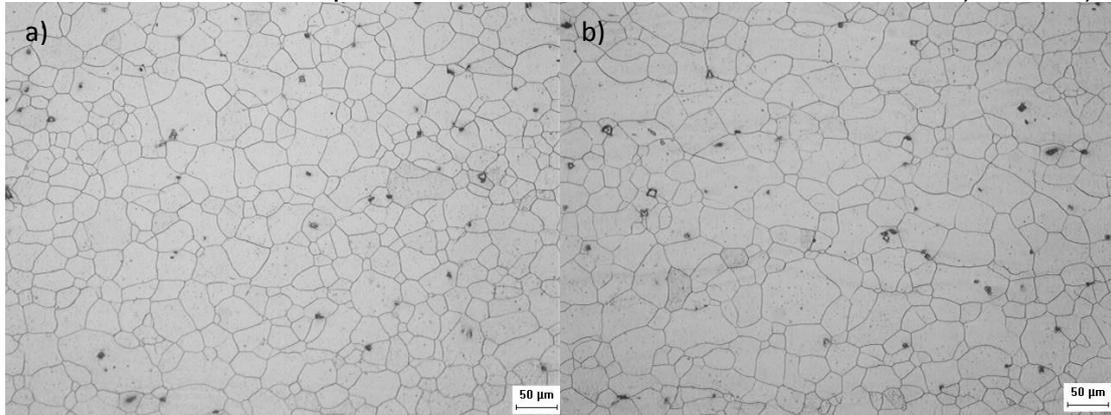
Assim como os outros reagentes o ataque utilizando ácido oxálico na junta de geometria overlap possibilitou um resultado diferente do ataque utilizando o mesmo reagente na geometria de topo, principalmente na região ferrítica. Pode-se verificar que esse ataque foi eficaz no contraste dos contornos de grãos da matriz ferrítica em todas as regiões da amostra (Metal base e interface de mistura) (Figura 49 e 50).

É possível verificar na interface de mistura da solda regiões bem deformadas de estrutura austenítica assim como contornos de grãos de ferrita bem revelados. (Figura 50).

Na região do metal base do aço inoxidável austenítico o ácido oxálico foi efetivo no ataque ao contorno de grão austenítico (Figura 51). Porém da mesma forma que atacou os contornos de grãos austeníticos o Ácido oxálico atacou as linhas de

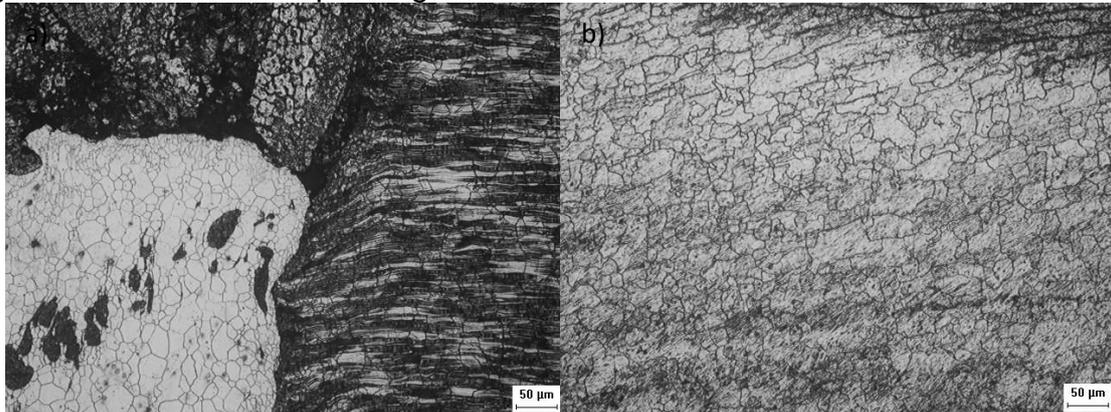
deformação plástica e os carbonetos dissolvidos na matriz, dificultando a visualização de forma nítida o contorno de grão.

Figura 49 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Ácido Oxálico 10% a) 200X b) 200X



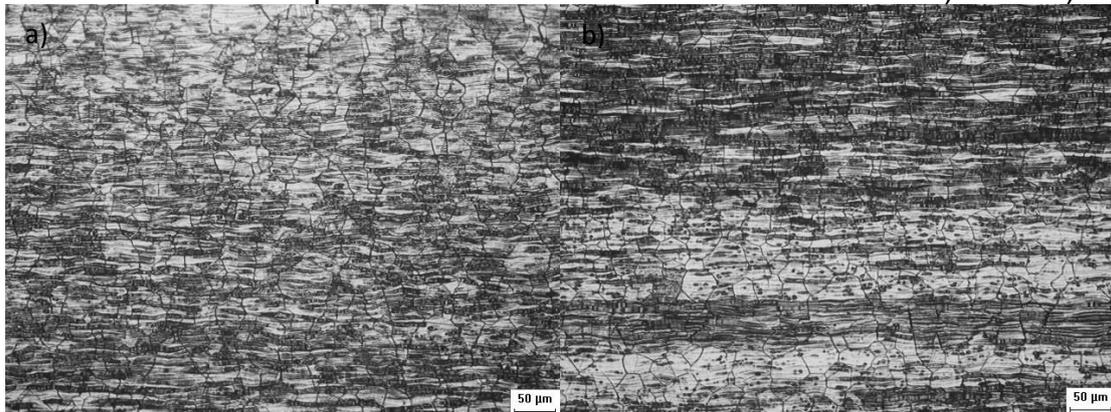
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 50 -- Junta overlap – Região de Mistura - Atacado Ácido Oxálico 10% - 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 51 - Junta de overlap – 316 - Atacado com Ácido Oxálico 10% a) 200X b) 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.5 Kalling's N.2

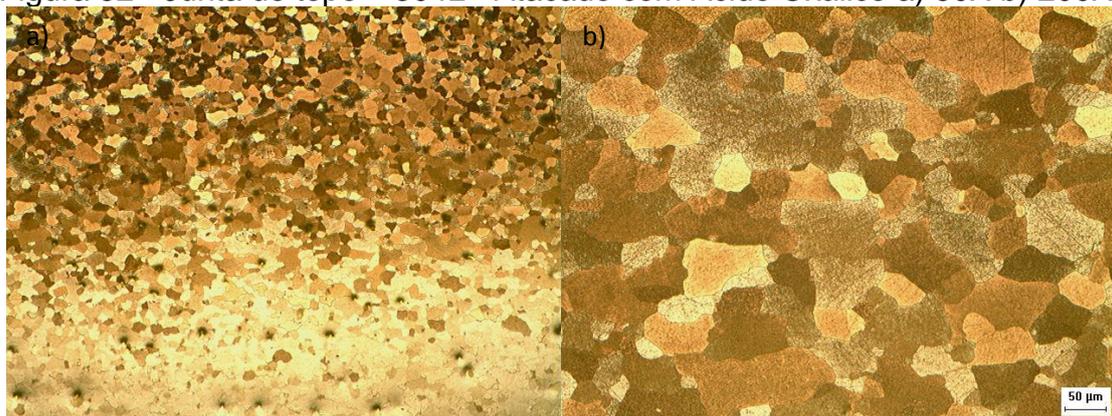
Kalling's N.2 é um dos reagentes considerados reagentes de cor. Esses reagentes começaram a ser desenvolvidos nos anos últimos 25 a 30 anos. Essa cor é possível ser verificada por microscópio ótico e depende da espessura da camada formada. O mecanismo de formação desta camada é devido a reação entre a amostra e o reagente. Essa camada depende também das condições do reagente e da orientação cristalográfica da fase específica. (BERMEJO, 2012). Esta camada de óxido causa uma diferente interferência na luz incidente causando este contraste por cores. (VANDER VOORT, 2005). Kalling's N.2 é principalmente indicado para aços inoxidáveis austeníticos.

4.4.1 Junta de topo

Como encontrado por HAIRER & KARELOVÁ, 2008 é possível utilizar este ataque para aços inoxidáveis ferríticos o que possibilita a diferenciação de martensita e ferrita.

Pode-se verificar que a utilização deste reagente criou um contraste satisfatório dos grãos ferríticos, colorindo alguns grãos. Na região da interface de mistura também foram atacados os contornos de grão porém não na forma de cores.

Figura 52 - Junta de topo – 304L - Atacado com Ácido Oxálico a) 50X b) 200X

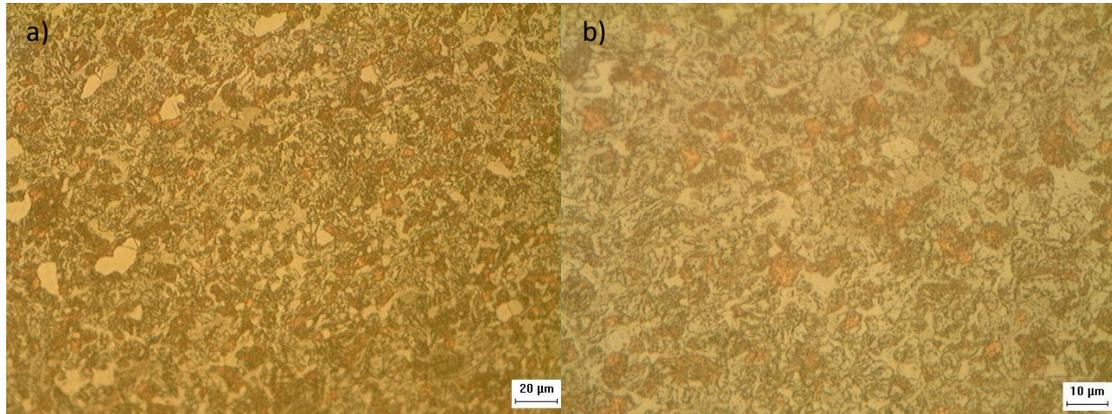


Fonte: Elaborada pelo autor.

Podemos ver na região da ZTMA da junta é possível diferenciar a ferrita da martensita. Porém mesmo atacando a ferrita de forma satisfatória o reagente não

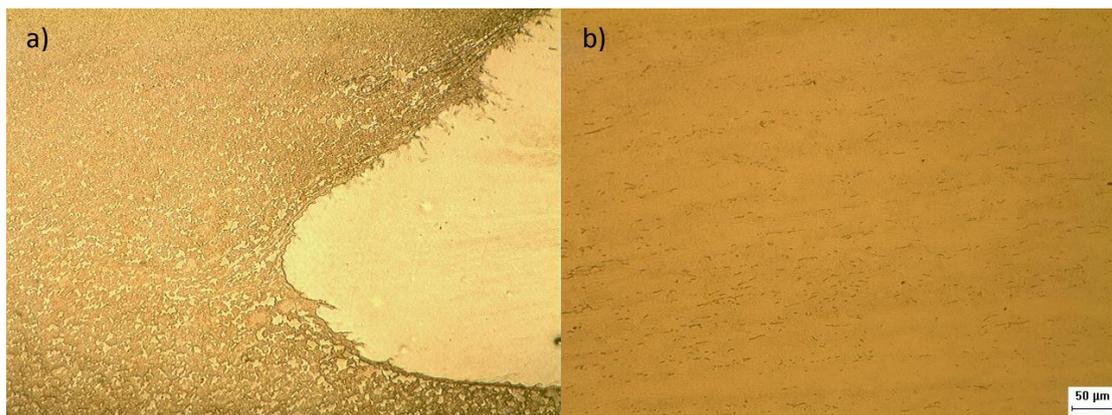
atacou nenhuma a região austenítica da amostra. Como pode ser visto nas figuras *Figura 54* *Figura 56*.

Figura 53 - Junta de topo –ZTMA – 410S- Atacado com Kalling's a) 500X b) 1000X



Fonte: Elaborada pelo autor.

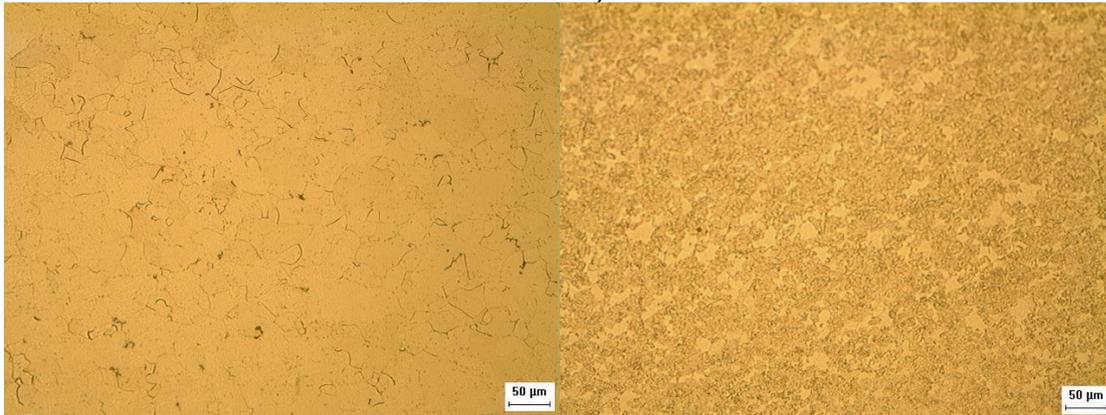
Figura 54 - Região de Mistura –ZTMA – 410S- Atacado com Kalling's a) 50X b) 304L 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Após o ataque com kalling's N.2 a amostra foi atacada novamente buscando comprovar que o contraste realizado por esse reagente é feito através da deposição de camadas de óxidos. Podemos ver que após a amostra ser submetida a um novo ataque, a camada de óxido foi completamente removida mostrando assim a estrutura ferrítica pouco atacada (*Figura 55a*). Da mesma forma, a camada de óxido da região da ZTMA, foi removida por completo (*Figura 55b*).

Figura 55 - Junta de topo – Atacado com Kalling's depois HNO₃ 40% a) Metal base 410S 200X b) ZTMA 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

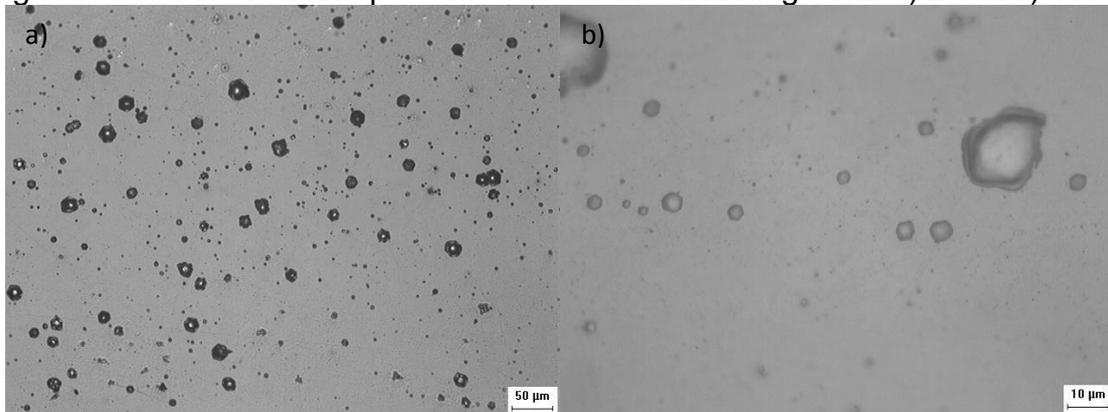
4.5.2 Junta Overlap

Ao contrário da junta de topo, onde foi eficaz no ataque dos contornos grãos ferríticos, o reagente Kalling's não foi efetivo no ataque dos contornos de grão de nenhuma das fases tanto ferrítica quanto austenítica.

O reagente atacou as linhas de deformação do 316L e os carbonetos de ambos os aços tanto o 316L (*Figura 57b*) quanto do 444 (*Figura 56*), preterindo os contornos de grãos. Não sendo possível assim analisar morfologia ou deformação dos grãos.

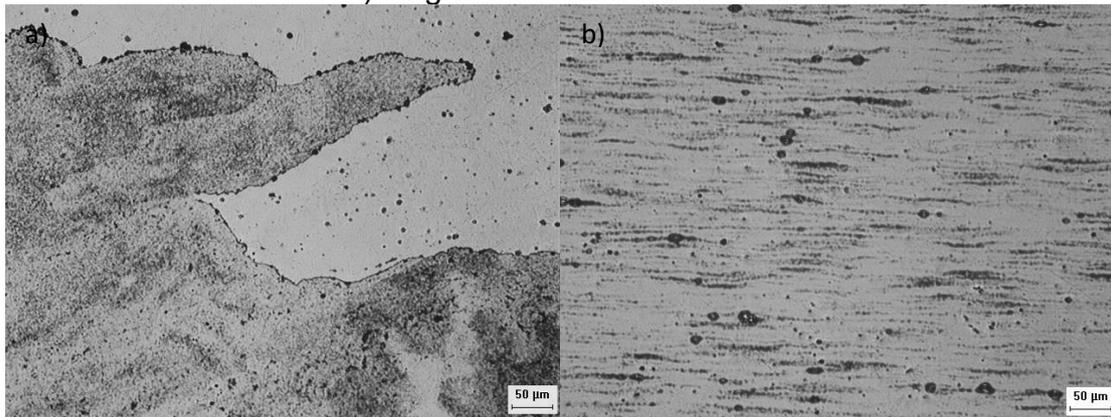
Com comentado anteriormente essa diferença contrastes criados nas juntas de geometrias diferentes se dá devido a variação de composição química entre os materiais que as compõem.

Figura 56 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Kalling's N.2 a) 200X b) 1000X



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 57 - Junta de overlap - Atacado com Kalling's N.2 a) Região de Mistura 200X
b) Região do AISI 316L 1000X



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.6 Glicerégia.

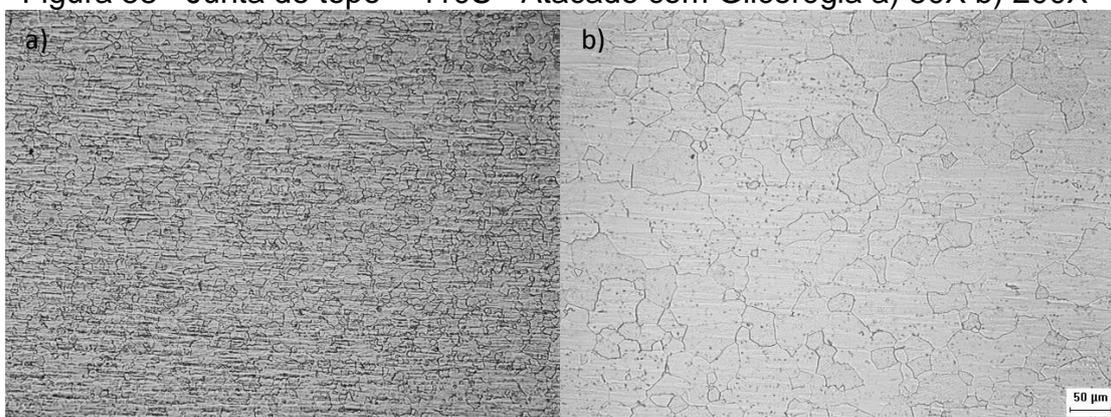
Glicerégia é um reagente principalmente utilizado para revelar a estrutura de aços inoxidáveis martensíticos e austeníticos. Ele é aconselhado para revelar os contornos de grãos assim como carbonetos na estrutura. (SMALL, 2008).

4.6.1 Junta de topo

Na região ferrítica da amostra, isto é, no metal base do 410S assim como na região da mistura da solda foi efetivo na revelação dos contornos de grãos de ferrita, como pode ser observado na *Figura 58*.

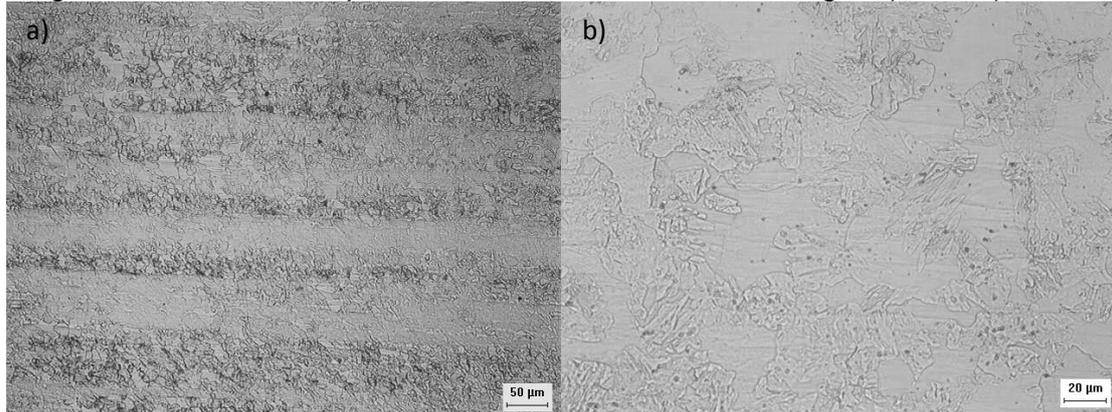
Na região da ZTMA temos novamente o aparecimento da região martensítica como esperado. O reagente foi eficiente na diferenciação entre as fases ferrita e martensita. Entretanto diferentemente dos outros ataques este reagente atacou as linhas de deformação plástica da estrutura ferrítica.

Figura 58 - Junta de topo – 410S - Atacado com Glicerégia a) 50X b) 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 59 - Junta de topo – 410S - Atacado com Glicerégia a) 50X b) 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Já na região austenítica da amostra o reagente revelou apenas os contornos de grãos deformados como pode ser visto na figura abaixo. Enquanto regiões adjacentes não foram atacadas.

Figura 60 - Junta de topo – 410S - Atacado com Glicerégia 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

4.6.1 Junta Overlap

Já na junta de geometria overlap o reagente Glicerégia foi extremamente eficiente. Atacou de forma eficaz todas as fases presentes na amostra como pode ser visto na figura 61. Pode-se verificar na região do aço inoxidável ferrítico os contornos de grãos bem definidos assim como os carbonetos precipitados.

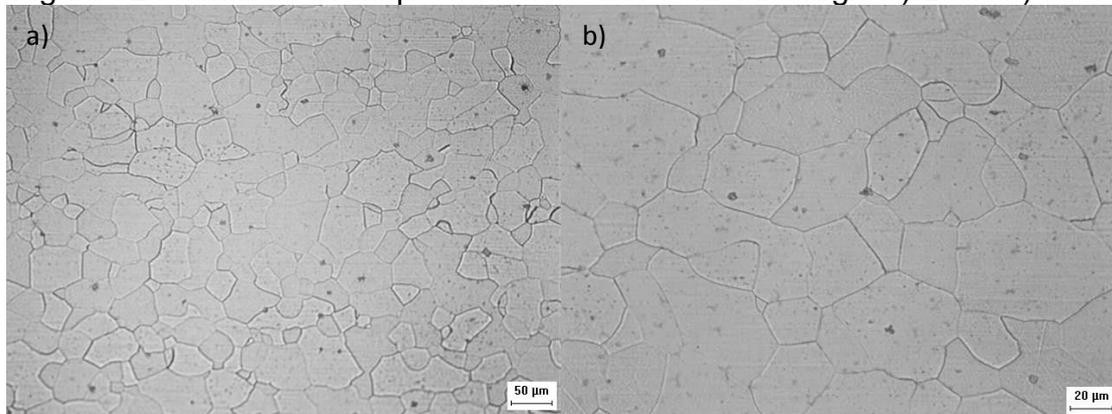
Figura 61 - Junta overlap – Interface - Atacado Glicerégia – 50X



Fonte: Elaborada pelo autor.

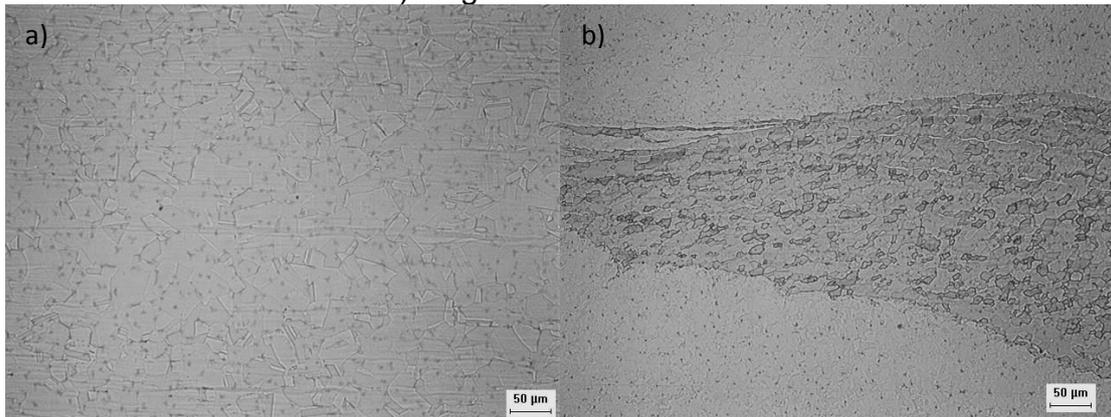
Na região do metal base do aço inoxidável austenítico foi possível verificar os contornos de austenita assim como contornos de macla. Assim como foi eficiente na revelação das estruturas ferríticas e austeníticas da região de mistura da amostra. Como pode ser visto na *Figura 63*.

Figura 62 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Glicerégia a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 63 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Glicerégia a) Metal Base 316L - 200X
b) Região de mistura - 200X



4.7 Ralph's

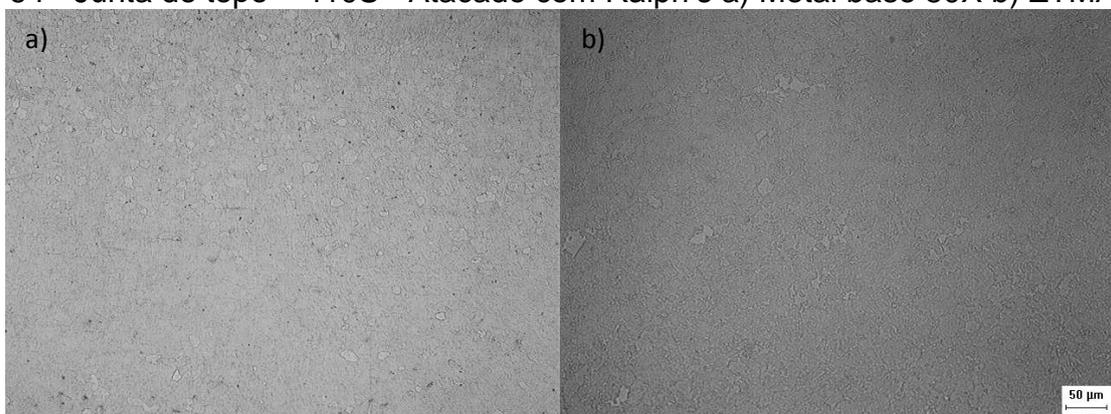
Ralph's é um reagente utilizado para revelação da estrutura geral de aços inoxidáveis martensíticos e austeníticos de acordo com (SMALL, 2008).

4.7.1 Junta de topo.

Pode-se verificar na imagem que o reagente não atacou a amostra de forma uniforme, apenas alguns contornos de grãos foram revelados. A estrutura ferrítica assim como a martensítica não foram reveladas de forma satisfatória.

Assim como a região ferrítica da amostra não foi atacada de maneira uniforme, algumas regiões do aço AISI 304L não foram atacada enquanto algumas regiões foram superatacadas prejudicando assim a análise como pode ser visto na *Figura 65*.

Figura 64 - Junta de topo – 410S - Atacado com Ralph's a) Metal base 50X b) ZTMA 200X

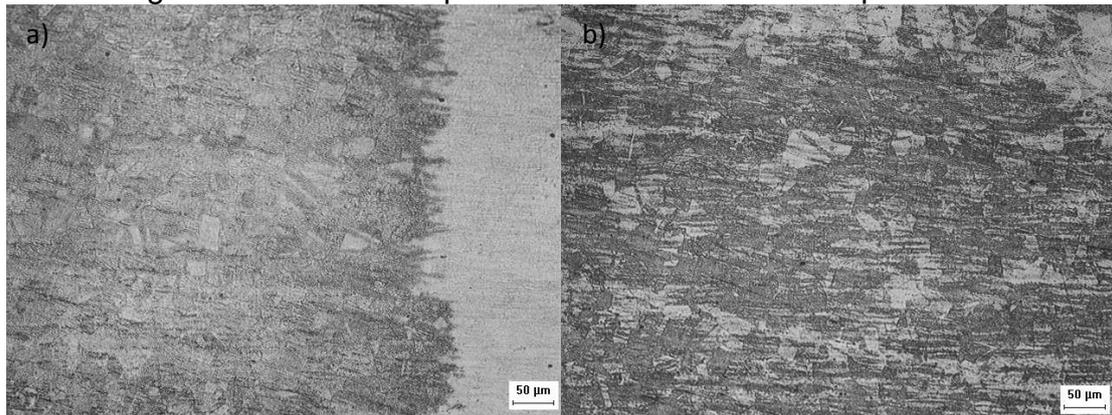


Fonte: Elaborada pelo autor.

Assim como foi discutido neste trabalho esse superataque em algumas regiões é causada pela formação de pilhas eletrolíticas que causam o superataque devido a heterogeneidades presentes no material.

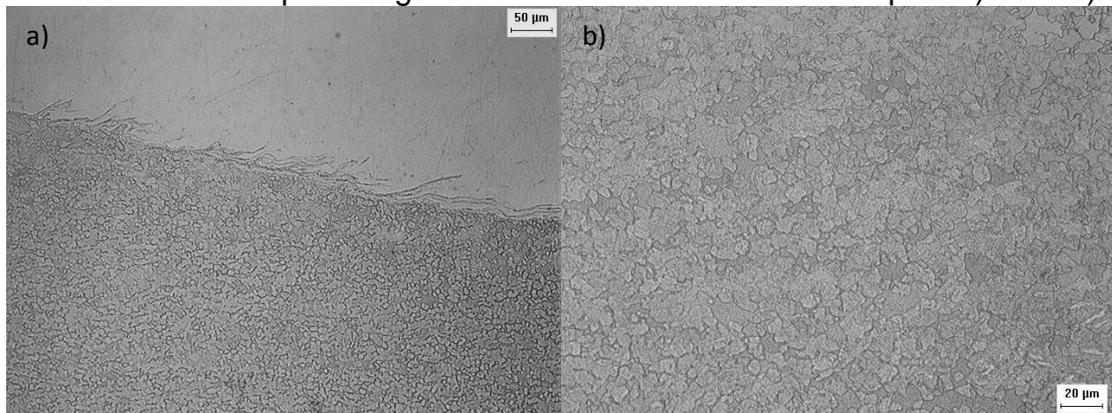
Na região de mistura dos materiais é possível verificar que o ataque possibilitou o aparecimento dos contornos de grãos ferríticos finos. Como pode ser visualizado na *Figura 66(a)* e *Figura 66(b)*.

Figura 65 - Junta de topo – 304L - Atacado com Ralph's 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 66 - Junta de topo – Região de mistura - Atacado com Ralph's a)200X b) 500X

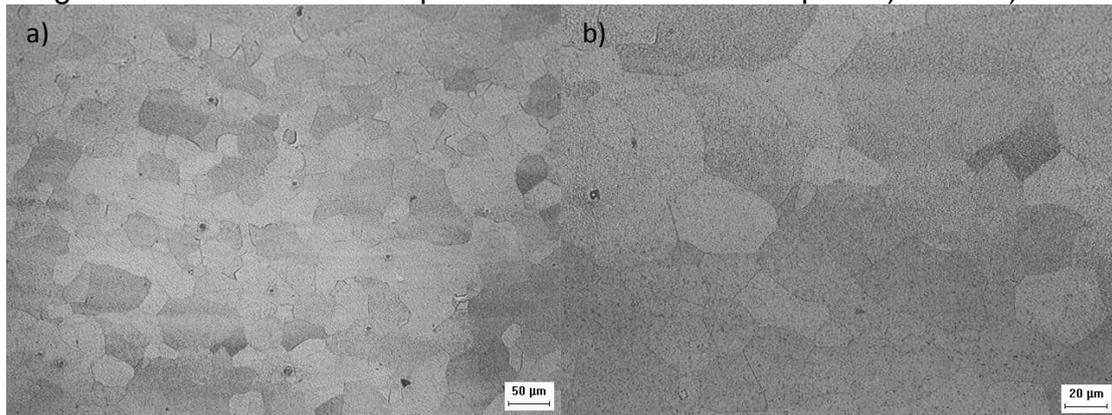


Fonte: Elaborada pelo autor.

4.7.2 – Junta Overlap.

O ataque com o reagente Ralph's teve um resultado muito parecido com o ataque do Vilella. A Região do metal base do 316L foi atacada de forma não uniforme assim algumas regiões foram superatacadas enquanto outras regiões adjacentes foram pouco ou não atacadas o que é possível ser visto na *Figura 67*. Além disso possível verificar também carbonetos dissolvidos na matriz ferrítica.

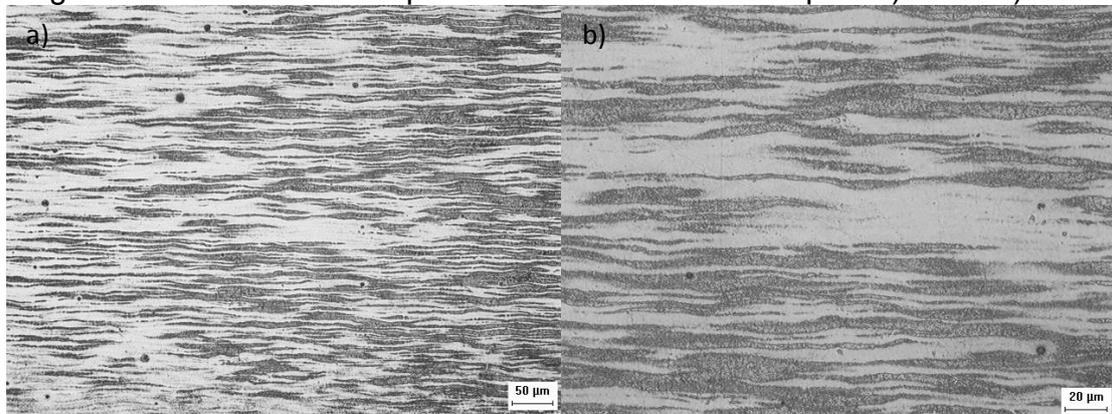
Figura 67 - Junta de overlap – 444 - Atacado com Ralph's a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Assim como no ataque com o reagente Vilella a região composta pelo aço inoxidável austenítico não foi atacada de maneira a possibilitar a análise dos grãos austeníticos. É possível verificar na Figura 68 que o reagente apenas revelou as linhas de deformação na matriz austenítica preterindo aos contornos de grãos austeníticos.

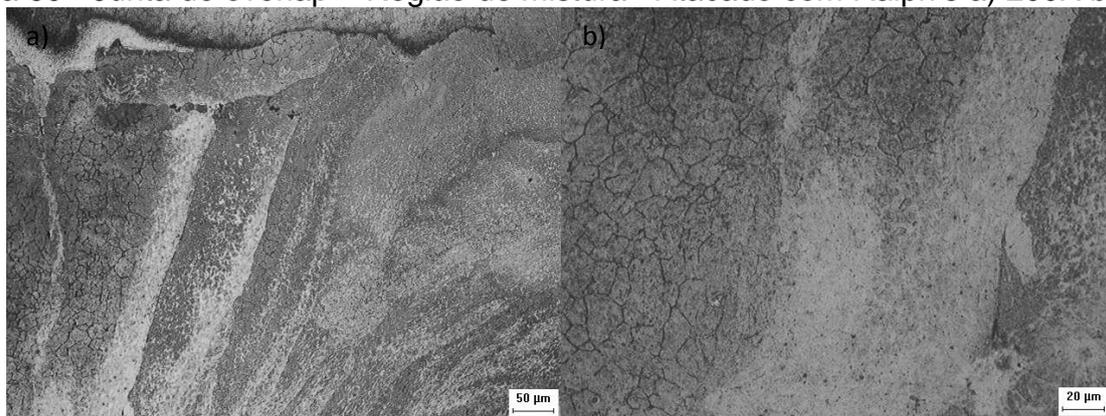
Figura 68 - Junta de overlap – 316L - Atacado com Ralph's a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Na interface da solda o ataque resultou em uma combinação dos resultados acima descritos. Podemos verificar na *Figura 69(a)* que existem regiões onde os contornos foram atacados, regiões superatacadas e regiões não atacadas. Na *Figura 69(b)* fica mais evidente esta não uniformidade onde é possível verificar de forma clara alguns contornos de grão e logo ao lado uma região completamente não atacada.

Figura 69 - Junta de overlap – Região de mistura - Atacado com Ralph's a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

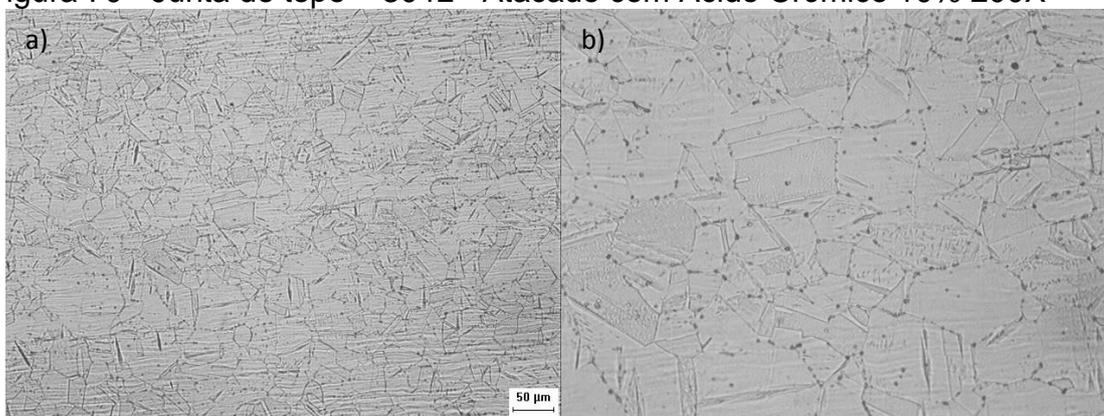
4.8 Ácido Crômico 10%

O ácido crômico é muito utilizado no ataque de aços inoxidáveis austeníticos principalmente devido sua seletividade em relação a austenita. (SMALL, 2008) (UL HAQ & HASHMI, 1988).

4.8.1 Junta de topo.

Analisando a Figura 70 é possível verificar que o ácido crômico foi eficaz no ataque ao contorno de grão austenítico. O ataque possibilitou a visualização de carbonetos dissolvidos na matriz austenítica assim como contornos de macla. Em algumas regiões é possível verificar linhas de deformação plástica.

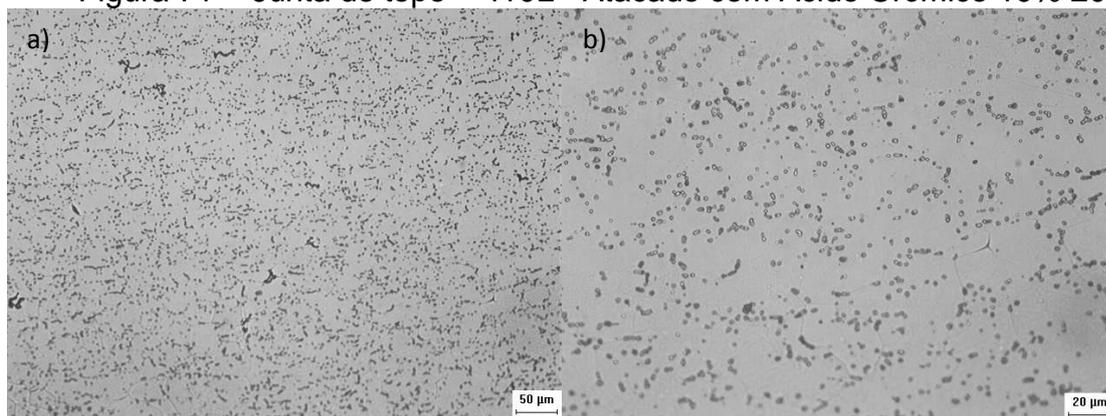
Figura 70 - Junta de topo – 304L - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Assim como os resultados encontrados UL HAQ & HASHMI 1988 e SMALL 2008 o ataque com ácido crômico foi bem seletivo em relação as outras estruturas presentes na amostra. A Figura 71 confirma esta afirmação. Pode-se verificar que a região ferrítica foi pouco atacada durante o procedimento, apenas alguns carbonetos e um princípio de ataque aos contornos de grãos ferríticos.

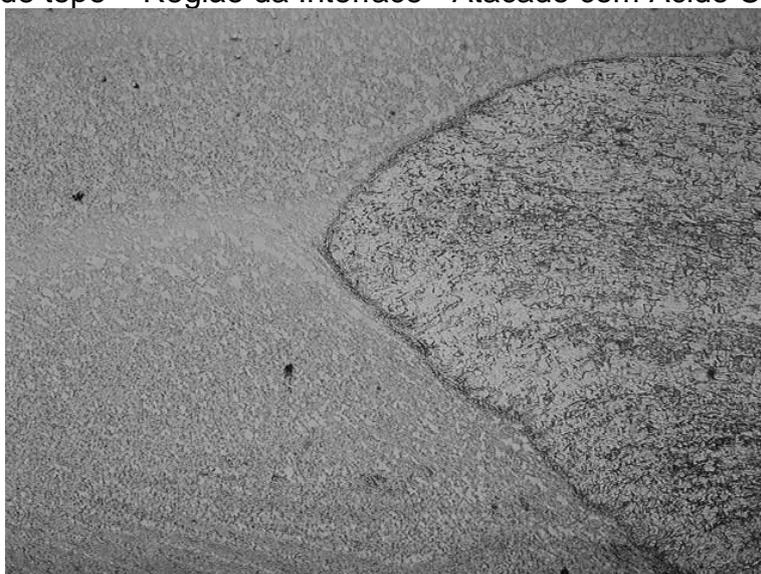
Figura 71 - Junta de topo – 410L - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Enquanto na região do metal base do aço inoxidável ferrítico 410S o reagente não possibilitou a visualização dos grãos ferríticos, na região da interface da solda onde é uma região de mais alta energia foi possível verificar que o ácido crômico atacou tanto a ferrita quanto a austenítica isso pode ser verificado na figura.

Figura 72 - Junta de topo – Região da Interface - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X

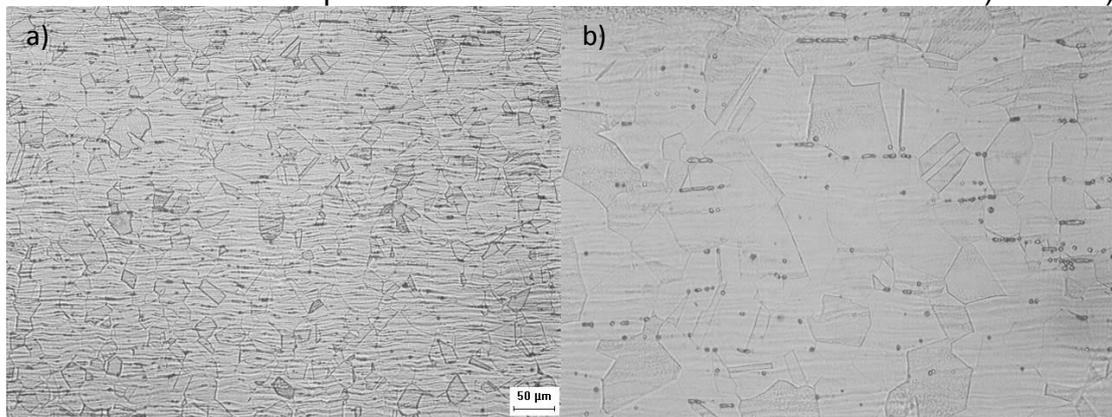


Fonte: Elaborada pelo autor.

4.8.2 Junta Overlap

No aço AISI 316L o ataque com ácido crômico também resultou em uma estrutura austenítica bem definida. É possível concluir que para as duas composições de aço inoxidável austenítico o ácido crômico foi eficiente em revelar o contorno de grão austenítico. Pode-se verificar também que assim como não atacou o aço inoxidável AISI 410S na junta de topo, o reagente em questão também pouco atacou a região ferrítica da amostra, isto é, o aço inoxidável 444. Como pode ser visto na figura.

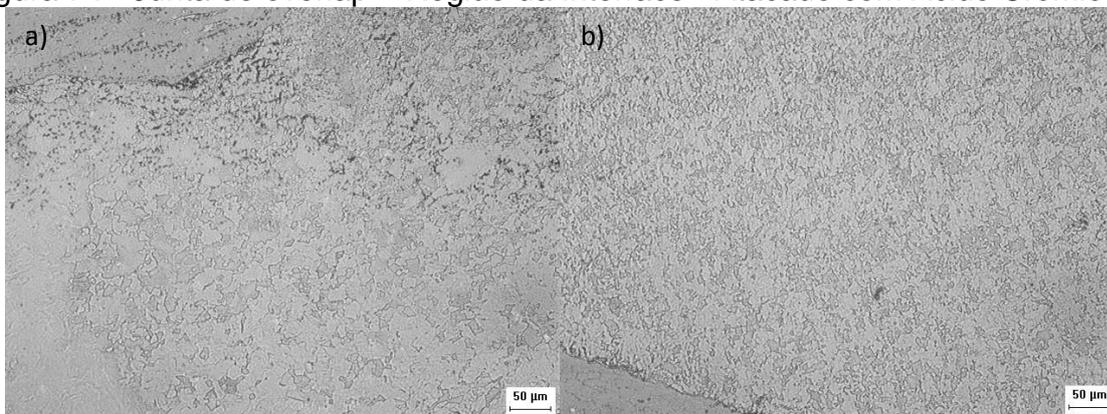
Figura 73 - Junta de overlap – 316L - Atacado com Ácido Crômico 10% a) 200X b) 500X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Na região de interface da solda é possível verificar que alguns contornos de grãos finos de ferrita e regiões bastante deformadas de austenita.

Figura 74 - Junta de overlap – Região da Interface - Atacado com Ácido Crômico 10% 200X



Fonte: Elaborada pelo autor.

Os resultados discutidos acima podem ser resumidos na *Tabela 4* onde foram atribuídos símbolos para a capacidade de cada reagente em revelar as estruturas ferríticas, austeníticas e martensíticas.

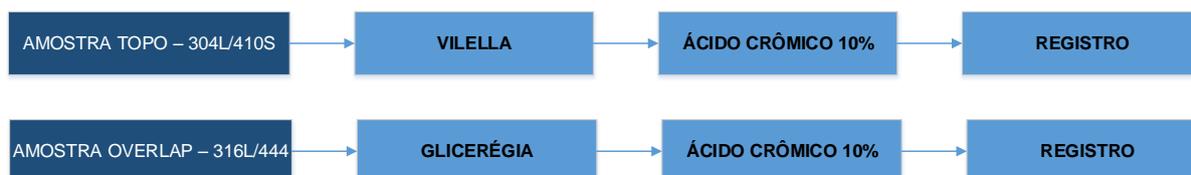
Tabela 4 – Reagentes em função da estrutura que revela em função da composição

REAGENTE		Ferrita	Austenita	Martensita
CARPENTER	T -304L/410S	S	I	S
	O - 316L/444	S	N	-
HNO₃ – 40%	T -304L/410S	I	I	S
	O - 316L/444	N	S	-
VILELLA	T -304L/410S	S	I	S
	O - 316L/444	N	N	-
ÁCIDO OXÁLICO – 10%	T -304L/410S	N	S	N
	O - 316L/444	S	I	-
KALLINGS N.2	T -304L/410S	S	N	S
	O - 316L/444	N	N	-
GLICERÉZIA	T -304L/410S	S	I	S
	O - 316L/444	S	S	-
RALPH'S	T -304L/410S	I	I	N
	O - 316L/444	I	N	-
ÁCIDO CROMICO	T -304L/410S	N	S	N
	O - 316L/444	N	S	-

*Legenda: S – Sim, N – Não, I – Irregular, - – Não possui a estrutura.

Utilizando a *Tabela 4* foi possível então criar combinações para ataque para revelar de forma eficiente as estruturas presentes na amostra. Foi então realizada as seguintes combinações:

Figura 75 – Fluxogramas de combinações de ataques utilizados



Fonte: Elaborada pelo autor.

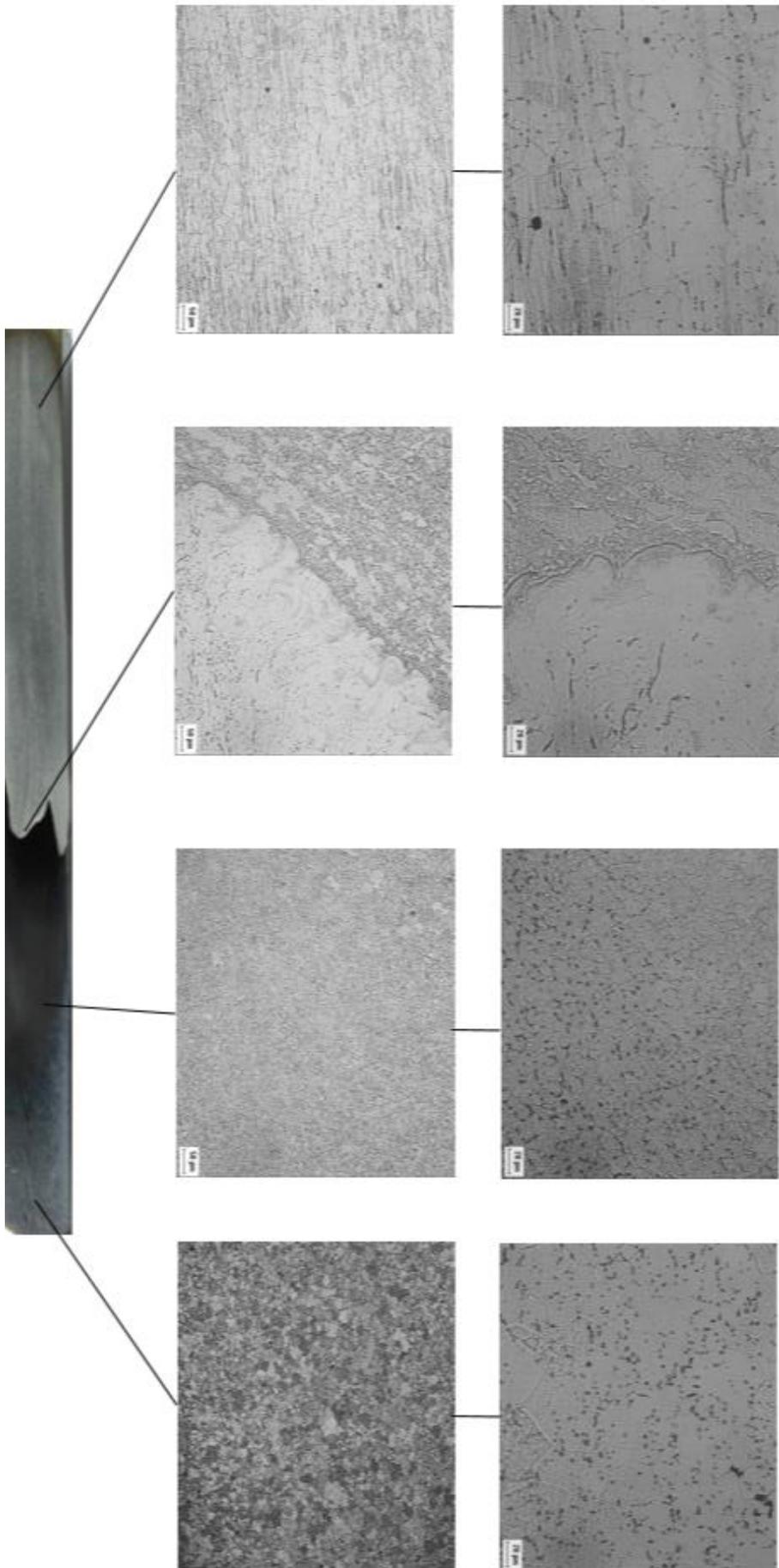
4.9 Junta de topo

Foi utilizado primeiro o ataque Vilella para atacar a região ferrítica assim como a estrutura martensítica da amostra de topo, após esse ataque foi realizado um novo ataque agora com ácido crômico buscando revelar a região austenítica da amostra. Pode-se verificar que o ataque combinado foi efetivo em revelar as estruturas presentes na amostra de topo Figura 76.

4.10 Junta Overlap

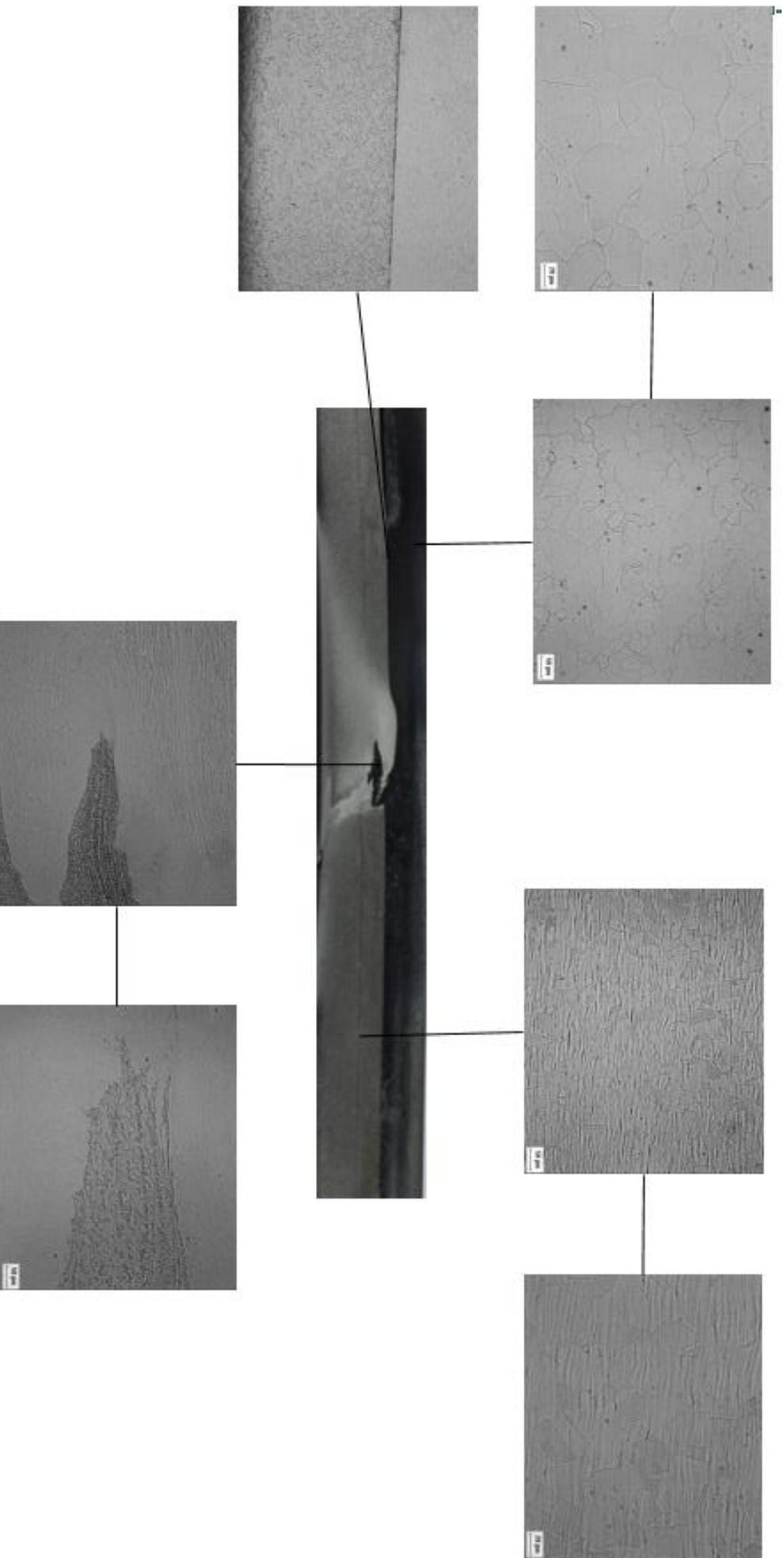
Na junta overlap foi utilizado a primeiro momento Glicerégia e logo após o ataque com Glicerégia foi atacado com Ácido crômico 10%. O reagente Glicerégia como discutido anteriormente foi eficaz no ataque das regiões austeníticas e ferríticas entretanto para melhorar o ataque aos contornos de grãos austeníticos foi utilizado ácido crômico 10%. Com isso foi possível visualizar os contornos de grãos ferríticos assim como os contornos de grãos austeníticos em toda a amostra, como pode ser confirmado na *Figura 77*.

Figura 76 – Junta de topo atacada a primeiro momento com Vilella e depois com Crômico 10%



Fonte: Elaborada pelo autor

77 - Junta Overlap atacada a primeiro momento com Glicerégia e depois com Crômico 10%.



Fonte: Elaborada pelo autor.

5. CONCLUSÕES

Com base nos resultados experimentais obtidos para as análises metalográficas realizadas com diferentes reagentes de ataque para juntas dissimilares, entre aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, soldadas pelo processo FSW é possível concluir que:

- Para a amostra com geometria de topo, isto é, composta pelos aços AISI 304L e o AISI 410S a combinação de reagentes Vilella e Ácido Crômico 10% foi eficiente na criação de contrastes nas fases e microconstituintes presentes na amostra possibilitando uma análise completa de sua microestrutura.
- Para a amostra com geometria overlap composta pelos aços AISI 316L e AISI 444 a combinação de reagentes Glicerégia e Ácido Crômico 10% é a mais indicada para realizar uma análise completa da microestrutura presente.
- O reagente Ácido Crômico 10% é o mais indicado quando se busca revelar grãos austeníticos para as amostras estudadas.
- O reagente Carpenter assim como o Kalling's são eficientes na criação de contrastes em aços inoxidáveis ferríticos, entretanto para juntas dissimilares de aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos não são indicados principalmente por atacar de forma não uniforme a região austenítica.
- O reagente Kalling's é um dos reagentes de cores e seu mecanismo é de deposição de uma camada na superfície da amostra. Foi possível verificar a existência dessa camada removendo-a com um ataque seguinte.
- Foi possível verificar que os reagentes (Exceto o Ácido Crômico) atacavam preferencialmente os aços que possuíam menor resistência a corrosão, em outras palavras aqueles que tinham em sua composição menos cromo.

6. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS

AISE, S. F. (1998). *Steelmaking and Refining Volume*. Pittsburgh.

ANTÓN, N., DELGADO, J., VELASCO, F., & TORRALBA, J. (2003). Influence of alloying element additions on tribological behavior of sintered steel with high content in manganese - Nickel. . *Journal of Materials Processing Technology*.

AROTEC. (12 de 12 de 2013). Fonte: AROTEC - Instrumentos:
<http://www.arotec.com.br/>

ASM. (2004). *Metallography and Microstructures, Vol 9*. ASM international.

BARBOSA, A. D., & SOUZA, F. M. (2006). Avaliação da sensitização em aços inoxidáveis ferríticos estabilizados e não estabilizados usando-se a técnica reativação eletroquímica potenciocinética em meio sulfúrico. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, 39-44.

BATISTA, A. L. (2009). *O ensaio metalográfico no controle de qualidade*. Relatório técnico.

BERMEJO, A. V. (2012). Reagent Selection in Austenitic Stainless Steel Solidification Modes Characterization. *Welding Journal*, 134s-139s.

BORGES, J. N. (2009). *Preparação de amostras para análise microestrutural*. Santa Catarina: UFSC.

BOTTON, T. (2008). *O estudo comparativo da resistência à corrosão em meio ácido e em meio contendo cloreto dos aços inoxidáveis UNS s44400, UNS S30403 e UNS S31603, obtidos por laminação a quente*. São Paulo: USP.

BRZ, L. (12 de 12 de 2013). Fonte: <http://www.brzmg.com.br/loja/>

CALLISTER, W. (2008). *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. . Rio de Janeiro: LTC.

- CAMILLO, A. P., & DELLA ROVERE, C. A. (2010). Efeito do revenido na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis supermartensíticos. *Corrosão*, 169-176.
- CHIAVERINI, V. (1990). *Aços e Ferros Fundidos* (6ª ed.). São Paulo: ABM.
- COLPAERT, H. (2008). *Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns*. São Paulo: Blucher.
- COVERT, R. A., & TUTHILL, A. H. (2000). Stainless Steel: An Introduction to their metallurgy and corrosion resistance. *Dairy, Food and Environmental sanitation* , 506-517.
- DEMO, J. (1977). *Structure, constitution, and general characteristics of wrought ferritic stainless steel*. Philadelphia : ASTM.
- DOH, S., JE, J., KIM, J., KIM, K., KIM, H., LEE, Y., . . . HWU, Y. (2003). *Influence of Cr and Mo on the passivation of stainless steel 430 (18Cr) and 444 (18Cr - 2Mo): in situ*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research.
- ERICSSON, M., & SANDSTROM, R. (2003). Influence of welding speed on the fatigue of friction stir welding and comparison with MIG and TIG. *International Journal of Fatigue*, 1379-1387.
- ERIOS. (12 de 12 de 2013). *ERIOS Equipamentos Técnicos e Científicos Ltda*.
Fonte: http://www.eriosequipamentos.com.br/produtos_all.php?marca=erios
- FOLKHARD, E. (1984). Welding metallurgy of stainless steel. *Springer-Verlag*, 172–178.
- FOLKHARD, E. (1988). Welding Metallurgy of Stainless Steels. *Springer-Verlag Wien*.
- FRATININ, L., BUFFA, G., & SHIVIPURI, R. (2010). Mechanical and metallurgical effects of in process cooling during friction stir welding of AA7075-T6 butt joints. *Acta Materialia* , 2056-2067.
- FUJITA, N., OHMURA, k., & YAMAMOTO, A. (2002). Changes of microstructures and high temperature properties during high temperature service of Niobium added ferritic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, 272-281.

- FUJITA, N., OHMURA, K., & YAMAMOTO, A. (2003). Changes of microstructures and high temperature properties during high temperature service of niobium added ferritic stainless steels. *Materials Science and Engineering*.
- GONZALEZ, C. S. (2006). *Efeito do nitrogênio nas propriedades mecânicas e microestruturais de aços inoxidáveis austeníticos utilizados na indústria de petróleo*. . COPPE/UFRJ.
- GUIDA, R. B. (2006). *Comparação da estampabilidade de chapas de aço inoxidáveis ferrítico estabilizado ao nióbio obtidas através de duas rotas de fabricação*. . Belo Horizonte: UFMG.
- HAIRER, F., & KARELOVÁ, A. (2008). *Etching Techniques for the microstructural Characterization of complex phase steels by light microscopy*. Slovenská Technická Univerzita V Bratislave, Materoálovotechnologická Fakulta So Sídrom v Trnave.
- HOCHMAN, C. (1968). *Los Aceros Inoxidables y Refractarios* (2ª ed.). Urmo.
- HONEYCOMBE, R. W. (2006). *teels microstructure and properties*. 3th ed., John Wiley & Sons, Inc., NY, USA,.
- ISSF. (10 de 10 de 2013). *WorldStainless.org*. Fonte: International Stainless Steel: <http://worldstainless.org/applications>
- KOU, S. (2003). *Welding Metallurgy*. New Jersey, USA: John Wiley & Sons.
- LEFFLER, B. (2008). *STAINLESS - Stainless steel and their properties*.
- LIPPOLD, J. C., & KOTECKI, D. J. (2005). *Welding metallurgy of stainless steel*. *Wiley Interscience Publications*.
- MASSAKATSU, D. U. (2010). *Técnica de três ataques para caracterização microestrutural de aço multifásico trip*. Guaratinguetá.
- MISHRAA, R., & MAB, Z. (2005). Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering*, 1-78.
- MODENESI, P. J., MARQUES, P. V., & SANTOS, D. B. (2012). *Introdução à Metalurgia da Soldagem*. Belo Horizonte: UFMG.

- PADILHA, A. F., & GUEDES, L. C. (2004). Aços inoxidáveis austeníticos: microestrutura e propriedades. 1 – 150.
- PANNONI, F. D. (2007). *Princípios da proteção de estruturas metálicas em situação de corrosão e incêndio*. Gerdau Açominas. Belo Horizonte: Perfis.
- R. NADAN, T. D. (2008). Recent advances in Friction-stir welding - Process, Weldment structure and properties. *Progress in Material Science* , 980-1023.
- RAO, K. S., SANDHYA, R., & MANNAN, S. (1993). Creep-fatigue interaction behavior of type 308 stainless steel weld metal and type 304 stainless steel base metal. *International Journal of Fatigue*, 221 – 229.
- ROSTFRIA. (1983). *Metallnormcentralen MNC Handbok nr 4*. Stockholm, Sweden.
- SAHOO, R., & SAMANTARAY, P. (2007). *Study of friction welding*. Rourkela, India: National Institute of Technology.
- SENDRICKS, A. (1996). Corrosion of stainless steel. *Wiley Interscience Publications*(2ª).
- SILVA, C. C. (2005). O estudo da sensitização causada pelo ciclo térmico de soldagem no aço inoxidável superferrítico AISI 444. *3º Congresso Brasileiro de P&D em Petroleo e Gás*.
- SMALL, K. B. (2008). Guide to etching specialty alloys. *Advanced Materials & Processes*, 32-37.
- TABAN, E., DELEU, E., DHOOGHE, A., & KALUC, E. (2008). Evaluation of dissimilar welds between ferritic stainless steel modified 12%Cr and carbon steel S355. *Welding Journal*, 291-s.
- Thorsten Michler, J. N. (s.d.).
- THORSTEN, M. J. (2012). Influence of copper as an alloying element on hydrogen environment embrittlement of austenitic stainless steel. *Hydrogen Energy Publications*, 12765-12770.
- UL HAQ, A., & HASHMI, F. (1988). Simple technique for revealing prior austenite grain boundaries in CrMoV turbine rotor steels. . *Metallography*, 21-233.

VANDER VOORT, G. F. (2005). Color Metallography. *Microscopy Today*, 22-27.

ZEEMANN, A. (2003). *Soldagem dos Aços Austeníticos*. Rio de Janeiro: Infosolda.