



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALURGICA E DE MATERIAIS

ÉMERSON MENDONÇA MINÁ

ESTUDO DA FORMAÇÃO DE PRECIPITADOS NO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO
AISI 410S ENVELHECIDO A 600 °C

FORTALEZA – CE

2012

ÉMERSON MENDONÇA MINÁ

ESTUDO DA FORMAÇÃO DE PRECIPITADOS NO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO
AISI 410S ENVELHECIDO A 600 °C

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

2012

ÉMERSON MENDONÇA MINÁ

ESTUDO DA FORMAÇÃO DE PRECIPITADOS NO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO
AISI 410S ENVELHECIDO A 600 °C

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 Ferreira Motta
Universidade Federal do Ceará – UFC

Prof. Dr. Willys Machado Aguiar
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará – IFCE

A Deus.

A meus pais, Giovanni e Rosali.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais Giovanni e Rosali pelo apoio ininterrupto em todos os aspectos possíveis.

A Universidade Federal do Ceará por tornar possível uma formação de excelência.

Minha irmã Natália pela pronta ajuda sempre que necessário.

A Nara Gabrielle por me motivar em toda minha trajetória na universidade.

O corpo docente do departamento de engenharia metalúrgica e de materiais pelos conhecimentos compartilhados.

O orientador Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva pelos conhecimentos compartilhados e o exemplo a ser seguido de um grande pesquisador.

O Prof. Marcelo Ferreira Motta pelo exemplo de liderança e serenidade nas tomadas de decisão como tutor do grupo PET.

O Prof. Dr. Elineudo Pinho de Moura pela orientação de estágio na Companhia Siderúrgica Nacional (CSN).

Aos companheiros da Assessoria de projetos especiais e custos industriais (ASSA – CSN) pelas experiências compartilhadas.

Ao Laboratório de Engenharia de Soldagem (ENGESOLDA) e ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) pelo espaço cedido na utilização de todos os equipamentos necessários na pesquisa.

Aos amigos Abraão, Arthur e Necy pela ajuda indispensável na realização desse estudo.

Aos amigos de graduação que compartilharam as dificuldades e me ajudaram a supera-las ao longo dessa trajetória.

*“A ignorância afirma ou nega veementemente. A ciência duvida.”
(Voltaire).*

MINÁ, E. M. ESTUDO DA FORMAÇÃO DE PRECIPITADOS NO AÇO INOXIDÁVEL
FERRÍTICO AISI 410S ENVELHECIDO A 600°C.

RESUMO

Os aços inoxidáveis ferríticos estão sendo cada vez mais aplicados em decorrência dos preços mais atrativos, contudo a formação de precipitados quando submetidos à elevadas temperaturas de trabalho, levam a degradação das propriedades mecânicas e de resistência a corrosão. O estudo tem como objetivo avaliar as alterações provocadas pelo aumento dos precipitados no aço inoxidável ferrítico AISI 410S quando submetido a envelhecimento a 600 °C. Para tal foi realizado um comparativo entre seis diferentes condições de tempo de exposição além das condições como recebida. As sete condições passaram por uma preparação metalográfica. A fim de quantificar os precipitados, foi realizada uma análise de microscopia ótica e em seguida de microscopia eletrônica de varredura utilizando o modo secondary electron (SE) e backscattering electron (BSE). Foram submetidas a ensaio DL-EPR (*Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation*), em solução de 0,25 M H₂SO₄ + 0,01 M KSCN. Também foram realizados ensaios de microdureza Hardness Vickers. O material sofreu um sutil aumento na fração de precipitados, sendo estes identificados como carbonetos de cromo M₂₃C₆. O ensaio de DL-EPR apresentou uma leve sensibilização do material. A microdureza revelou um pequeno acréscimo nas amostras submetidas ao envelhecimento.

Palavras chave: AISI 410S, MEV, SE, BSE, DL-EPR, Hardness Vickers.

ABSTRACT

Ferritic stainless steels are increasingly being applied due to the more attractive prices, however precipitate formation when subjected to high working temperatures, leads to degradation of mechanical properties and corrosion resistance. The study aims to evaluate the changes caused by the increase of precipitates in ferritic stainless steel AISI 410S when subjected to aging at 600 °C. For such, a comparison among six different conditions of exposure time including normal conditions was made. The seven test conditions have undergone a metallographic preparation. In order to quantify the precipitates, it was performed an analysis by optical microscopy and scanning electron microscopy techniques, using the secondary electron (SE) and backscattering electron (BSE) modes. Electrochemical Double Loop Potentionkinetic Reactvation (DL-EPR) (in a solution of 0,25 M H₂SO₄ + 0,01 M KSCN) and microhardness Hardness Vickers were carried out. The material has undergone an increase in the fraction of precipitates, which are identified possible as chromium carbides M₂₃C₆. The DL-EPR test showed a slight sensitization of material.

Key words: AISI 410S, MEV, SE, BSE, DL-EPR, Hardness Vickers.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Ilustração das diversas aplicações do inox ferrítico desde equipamentos que exaltam a (a) estética e as exigências na qualidade para o (b) mobiliário urbano.	13
Figura 2 – Diagrama Fe-Cr.....	20
Figura 3 – Mudanças nas reações $(\gamma+\alpha)/\alpha$ no diagrama Fe-Cr com a adição de carbono e nitrogênio, (a) efeitos relacionados com a adição do carbono e (b) quanto a adição de nitrogênio.	22
Figura 4 – Região de estabilidade da fase σ e α' no sistema Fe-Cr.....	24
Figura 5 – A influência do percentual de cromo da liga e do tempo de envelhecimento na a dureza do material.....	25
Figura 6 – As três morfologias da fase sigma (σ), macia para 950 °C (a), lamelar 850 °C (b) e coral para 750 °C (c).	29
Figura 7 – Representação gráfica de um ensaio de DL-EPR. O pico maior representa a curva de polarização anódica (I_a) e o menor representa a curva de polarização reversa (I_r).....	31
Figura 8 – Fluxograma da metodologia.....	33
Figura 9 – Forno Jung modelo TB6565 com chaminé para evitar contaminação dos primeiros gases gerados.	33
Figura 10 – Célula eletroquímica utilizada nos ensaios de DL-EPR.	35
Figura 11 – Micrografia do AISI 410S em condições normais. Vista transversal ao sentido de laminação em aumento de 500x.	37
Figura 12 – Micrografia de MEV em modo BSE do AISI 410S tratado a 600°C por 1 hora. Aumento de 2000x.	38
Figura 13 – Microestrutura do AISI 410S envelhecida a 600°C por 1 hora. Imagem aumentada 4000x destacando nitretos de cromo e titânio.	39
Figura 14 – AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 200x	40
Figura 15 – AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 500x.	40
Figura 16 – AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 1000x.	41
Figura 17 – Micrografia MEV no modo SE do AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 2000X.....	42

Figura 18 – Micrografia MEV no modo SE do AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas.	43
Figura 19 – Quantificações dos precipitados do AISI 410S envelhecido a 600°C.....	44
Figura 20 – Simulação de fases pelo software THERMO-CALC.....	45
Figura 21 – Ensaio de DL-EPR para as condições como recebida.....	46
Figura 22 – Ensaio de DL-EPR para 1 min de exposição ao envelhecimento a 600 °C.	47
Figura 23 – Ensaio de DL-EPR para 10 min de exposição ao envelhecimento a 600 °C.	47
Figura 24 – Ensaio de DL-EPR para 30 min de exposição ao envelhecimento a 600 °C.	48
Figura 25 – Ensaio de DL-EPR para 1 h de exposição ao envelhecimento a 600 °C.	48
Figura 26 – Ensaio de DL-EPR para 10 h de exposição ao envelhecimento a 600 °C.	49
Figura 27 – Ensaio de DL-EPR para 100 h de exposição ao envelhecimento a 600 °C.	49
Figura 28 – Gráfico comparativo das razões I_r/I_a para as sete condições de tempo de exposição ao envelhecimento de 600 °C.	51
Figura 29 – Efeito do tempo de exposição no I_a e no I_r . A curva azul representa a comparação de I_a e a curva vermelha tracejada a comparação de I_r	52
Figura 30 – Comparativa da microdureza HV no AISI 410S para as sete condições de tempo de envelhecimento a 600°C.	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química dos aços inoxidáveis ferríticos.	20
Tabela 2 – Composição química do AISI 410S.	30
Tabela 3 – Principais propriedades mecânicas do AISI 410S.	30
Tabela 4 – Resultado da espectroscopia de emissão ótica.....	32

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1	Aço inoxidável	15
2.1.1	Classificação dos aços inoxidáveis	15
2.1.1.1	Aço inoxidável ferrítico	17
2.2	Metalurgia física dos aços inoxidáveis ferríticos	19
2.2.1	Alterações Metalúrgicas nos aços inoxidáveis ferríticos	23
2.2.1.1	Fragilização a 475 °C	23
2.2.1.2	Fragilização a altas temperaturas	26
2.2.1.3	Sensitização	27
2.2.1.4	Fase sigma (σ)	28
2.3	Aço inoxidável AISI 410S	29
2.4	Ensaio de Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation (DL-EPR) 30	
3	MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1	Materiais	32
3.1.1	Espectrômetro de Emissão Ótica	32
3.2	Métodos	33
3.2.1	Tratamentos térmicos	33
3.2.2	Quantificação dos precipitados	34
3.2.3	Microscópio eletrônico de varredura (MEV)	34
3.2.4	Ensaio de <i>Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation (DL-EPR)</i> 35	
3.2.5	Microdureza Hardness Vickers	36
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	37
4.1	Análise micrografia do AISI 410S	37
4.2	Quantificação dos precipitados	43
4.3	Simulação de fases	44
4.4	Ensaio de <i>Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation (DL-EPR)</i> 46	
4.5	Ensaio de Microdureza	52
5	CONCLUSÃO	54
6	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	55

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS56

1 INTRODUÇÃO

O aço é dito inoxidável por consequência do seu comportamento resistente em ambientes que os expõem a corrosão e oxidação. Para tal é necessário um percentual mínimo de 10,5% de cromo na sua composição. Eles estão ganhando espaço no mercado na produção de peças e equipamentos, sejam elas industriais ou não, produtos estes de alta ou baixa complexidade. Isso se dá a grande versatilidade que os grupos de aços inoxidáveis oferecem.

Os aços inoxidáveis ferríticos ganham destaque pelo baixo custo de fabricação quando comparado aos inoxidáveis austeníticos, isso porque a sua matriz ferrítica estabilizada com cromo ao em vez de níquel, utilizado pelos austeníticos, possibilitam esta vantagem. Quando possível conformar, a possibilidade de usar o ferrítico atrai e muito os fabricantes de eletrodomésticos e equipamentos industriais do mundo todo (FIGURA 1).

Figura 1 – Ilustração das diversas aplicações do inox ferrítico desde equipamentos que exaltam a (a) estética e as exigências na qualidade para o (b) mobiliário urbano.



(a)

(b)

Fonte: International Stainless Steel Forum (ISSF), 2007.

O AISI 410S é uma alternativa na substituição de algumas ligas austeníticas, dentre elas o AISI 304, podendo ser equivalente em diversas aplicações. É uma liga que deriva do AISI 410 e AISI 409, apresentando menor teor de carbono que o primeiro e maior teor de cromo que a segunda.

A formação de precipitados na fabricação ou ao longo da aplicação dos aços inoxidáveis certamente é algo que preocupa quem se utiliza destes materiais. O seus efeitos podem comprometer as propriedades inoxidáveis como também

fragilizar as propriedades mecânicas. Compreender mais sobre os precipitados e sua formação torna os produtos mais confiáveis e atrativos.

O presente trabalho tem como objetivo analisar a formação de precipitados no aço inoxidável ferrítico AISI 410S tratado isotermicamente a 600 °C, avaliando a sua incidência nas diversas condições de tempo de exposição, analisando os seus efeitos danos na resistência à corrosão e na dureza.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aço inoxidável

Os aços inoxidáveis formam um grupo de aços de alta liga os quais são formados a partir de sistemas Fe-Cr, Fe-Cr-C e Fe-Cr-Ni, e devem conter um mínimo de 10,5% de cromo para serem classificados como inoxidáveis (LIPPOLD, 2005; LO et al., 2009, apud SCHEUER, 2011). Poucos aços inoxidáveis apresentam um teor de cromo acima dos 30% ou um teor de ferro menor que 50%. São ligas que alcançam as suas propriedades inoxidáveis a partir de uma película rica em óxido de cromo, caracterizada por ser muito fina e aderente. É essa mesma camada de óxido que protege o aço inoxidável da presença danosa do oxigênio. Outros elementos são acrescentados para adicionar propriedades particulares, são eles: o níquel, o titânio, o molibdênio, o cobre, o silício, o alumínio, o nitrogênio, o selênio e até mesmo carbono em pequenas quantidades que variam de 0,03 a 1% (DAVIS, 1998).

Cientistas vêm obtendo por mais de um século resultados referentes a propriedades de resistência a corrosão das ligas a base de Fe-Cr. Harry Brearly é famoso pela invenção de uma liga ferrítica apresentando 13% Cr, chamada de “rustless steel”, posteriormente passou a ser conhecida como aço inoxidável. Foi Brearly também quem aplicou esse liga na forma de talheres, apesar disso a descoberta dessa liga é disputada por Strauss, Maurer e Monnartz. Na Alemanha, Mauer e Strauss desenvolveu em paralelo, uma liga austenítica de Fe-Cr-Ni, que rapidamente foi aplicado nas indústrias químicas e de alimentos (LIPPOLD, 2005, apud SCHEUER, 2011).

2.1.1 Classificação dos aços inoxidáveis

A classificação dos aços inoxidáveis é dividida entre cinco famílias, quatro dessas são separados quanto a sua estrutura cristalina ou fase predominante, são eles os ferríticos, os auteníticos, os martensíticos e os duplex, que apresenta tanto fase ferritica como austenítica em sua estrutura. A quinta família é caracterizada por tratamentos térmicos sendo ditos endurecíveis por precipitação (DAVIS, 1998).

As principais propriedades bem como a resistência a corrosão, a oxidação e o comportamento mecânico variam ambas com a classificação do aço. Como as aplicações são dependentes das propriedades isso implica dizer que cada família possui as suas atuações predominantes.

A família do aço inoxidável ferrítico inclui ligas a base de ferro contendo um teor entre 10,5 a 30% Cr apresentando fase austenítica em menor quantidade estabilizada por elementos como o carbono, nitrogênio e o níquel. É a segunda classe de aços inoxidáveis mais utilizados por apresentar uma boa resistência à corrosão e um custo baixo comparado aos austeníticos (TABAN et al, 2008). O aço inoxidável ferrítico será abordado com maior ênfase mais adiante.

Os aços inoxidáveis austeníticos constituem a família mais importante dos aços inoxidáveis, em termos de número e de tipos e aplicações. Esses aços apresentam excelente resistência à corrosão e à oxidação, porém suas características de desgaste e de dureza são relativamente baixas (ZHU et al., 2000; MENTHE et al., 2000; RIVIÈRE et al, 2007; NOSEI et al., 2004, apud CASTELLETTI et al., 2010). A temperatura ambiente eles apresentam uma estrutura cúbica de face centrada (CFC) e não são passíveis de tratamentos térmicos que levem a um aumento na resistência mecânica, entretanto mecanismos encruamento por decorrência de deformação a frio são capazes de acrescentar dureza ampliando assim a sua gama de aplicações (TSCHIPTSCHIN; PINEDO, 2010). Apesar de a nitretação ser um tratamento termoquímico de ganho de dureza, ele não é recomendável em temperaturas à cima de 550 °C, o que produziria nitretos complexos de cromo (VENKATESAN et al.; 1997, LARISCH et al.; 1999, CZERWIEC et al.; 2000, LIANG et al.; 2000 apud TSCHIPTSCHIN; PINEDO, 2010), que reduz sensivelmente a resistência à corrosão (TSCHIPTSCHIN et al., 2010).

Os aços inoxidáveis martensíticos são ligas essencialmente de cromo e carbono na qual possuem estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) ou até mesmo tetragonal de corpo centrado (TCC). Eles são ferromagnéticos e passíveis de endurecimento por tratamentos térmicos e também resistentes a suaves ambientes corrosivos (KURT et al., 2009). Aços inoxidáveis martensíticos são comumente usados para a fabricação de componentes que necessitam de elevadas propriedades mecânicas e resistência à corrosão moderada, como ferramentas de corte, peças de válvulas, talheres e fixadores. Para muitas destas aplicações, o

aumento da dureza superficial e da resistência ao desgaste por meio da nitretação, pode ser benéfico para melhorar o desempenho e aumentar a vida útil de serviço (ROLINSKI, 1985; Bell e AKAMATSU, 2001 apud C.X. LI e BELL, 2006), no entanto, a resistência à corrosão do aço cai drasticamente provocada pela formação dos nitretos de cromo que por sua vez empobrecem de cromo a matriz do aço. Quanto maior for a temperatura de nitretação maior serão os danos causados na característica inoxidável do aço (BELL e SUN, 2002, apud LI e BELL, 2006).

Os aços inoxidáveis duplex são ligas inoxidáveis que à temperatura ambiente possuem uma microestrutura bifásica composta por austenita (γ) e ferrita (α). A combinação entre as duas fases conferiu aos aços duplex boa resistência à corrosão sob-tensão, o aumento da resistência à corrosão intergranular, quando comparado com os aços inoxidáveis austeníticos, boa soldabilidade e excelentes propriedades mecânicas. O balanço das fases pode ser realizado através de alterações na composição química da liga, bem como através de tratamentos termomecânicos. A presença de ferrita causa um efeito muitas vezes benéfico nas propriedades físicas do material, como a redução do coeficiente de expansão térmica, tornando-a bem próxima dos aços ferríticos e o aumento da condutividade térmica. Contudo, a presença das duas fases também favorece a ocorrência de problemas comuns tanto para aços inoxidáveis austeníticos quanto para os aços inoxidáveis ferríticos, como precipitação de carbonetos, precipitação de fases intermetálicas, fragilização aos 475 °C, dentre outros (SILVA, 2004 apud VASCONCELOS, 2004).

Os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação vêm se tornando cada vez mais importantes, motivados pelas suas propriedades especiais. A facilidade na sua fabricação, a alta resistência mecânica e a excelente resistência à corrosão se destacam nessa família de aços inoxidáveis (XU, 2008). As suas aplicações são variadas e incluem áreas de alta responsabilidade como a indústria nuclear, química, de aeronaves e a naval (LIN, 2008).

2.1.1.1 Aço inoxidável ferrítico

Os aços inoxidáveis ferríticos são ditos como tal por apresentar na sua grande maioria a fase ferrítica como predominante na sua formação e isso são justificados pela adição de elementos tais como o alumínio, nióbio, molibdênio e o

titânio que estabilizam a ferrita e inibem a formação da austenita. A temperatura ambiente, esses aços possuem uma matriz ferrítica (α) e uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC). Os elementos carbono e nitrogênio são considerados residuais e normalmente identificados na forma de precipitados, nitretos e carbonetos de cromo (FILHO; FERRARESI, 2006).

Os aços inox ferríticos possuem a maioria das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão que os austeníticos, além do mais chegam a superá-los em algumas características sendo inclusive mais baratos. (ISSF, 2007).

A classificação dos ferríticos é dividida em cinco famílias, sendo três ditas como padrão, que representam a grande maioria do volume produzido e as outras duas compõem os chamados especiais (ISSF, 2007). A seguir será apresentado um detalhamento maior dos cinco grupos segundo a ISSF, (2007):

- a) Grupo 1 (tipo 409/410L): Com o menor teor de cromo, entre 10-14%Cr, são os aços inoxidáveis mais baratos, ideais para ambientes com pouca ou nenhuma corrosão. São aplicados em sistemas de exaustão de automóveis, containers, ônibus e em molduras de monitores LCD;
- b) Grupo 2 (tipo 430): É o grupo mais utilizado, apresentando altos teores de cromo, entre 14-18%Cr, sendo normalmente aplicados em tambores de máquina de lavar, substituindo assim o austenítico 304 mantendo obviamente as propriedades similares com custo menor. Também são utilizados em utensílios domésticos, lavadoras de louças, baixelas e panelas;
- c) Grupo 3 (tipo 430Ti, 439, 441, etc.): Com o mesmo teor de cromo do grupo 2, contudo apresentam melhor soldabilidade e formabilidade. São aplicados em pias, tubos trocadores de calor para a indústria do açúcar e energia, sistemas de exaustão e peças soldadas de máquinas de lavar;
- d) Grupo 4 (tipo 434, 436, 444, etc.): Possuem altos teores de cromo sendo bem característica a adição de até 7% de molibdênio que confere uma resistência extra a corrosão. Aplicações incluem tanques de água quente, aquecedor solar para água, partes visíveis dos sistemas de exaustão, chaleira elétrica e elementos do forno de micro-

ondas, guarnições automotivas e painéis externos. A resistência à corrosão se equivale ao austenítico 316;

- e) Grupo 5 (tipo 445, 446/447): Com uma adição extra de cromo e molibdênio com até 2%, eles apresentam propriedades superiores a do austenítico 316, sendo utilizados em ambientes marítimos e outros altamente corrosivos. O ferrítico JIS 447 é tão resistente à corrosão quanto as ligas de titânio;

As principais vantagens dos aços inoxidáveis ferríticos segundo ISSF (2007):

- a) São ferromagnéticos;
- b) Apresentam baixa expansão térmica, sendo inclusive menor que a dos austeníticos;
- c) Excelente resistência à corrosão e a oxidação em alta temperatura com uma menor susceptibilidade a escamação que os austeníticos.
- d) Alta condutibilidade térmica, maior que os austeníticos;
- e) Com a presença do nióbio se comportam com uma excelente resistência a fluência, deformando menos que os inox austeníticos quando submetidos a uma tensão em longo prazo;
- f) Maior limite de escoamento que o AISI 304;
- g) Não é suscetível a corrosão sob tensão ao contrário dos austeníticos.

2.2 Metalurgia física dos aços inoxidáveis ferríticos

Para dar início a metalurgia do inox ferrítico, será apresentado a seguir na TABELA 1 a composição química para alguns dos principais aços inoxidáveis ferríticos.

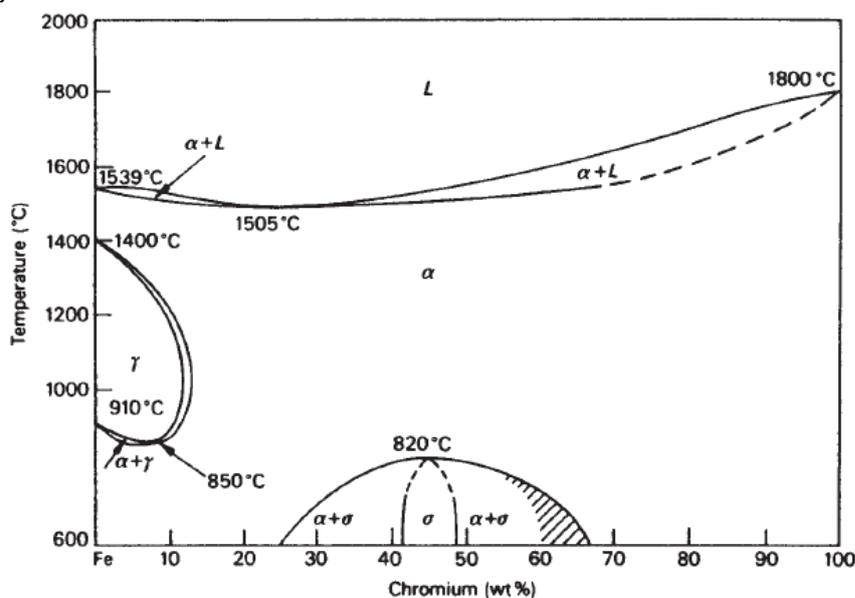
Tabela 1 – Composição química dos aços inoxidáveis ferríticos.

Tipo	Composição Química (%)							
	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Outros
405	0,08	1	1	11,5 - 14,5	-	0,04	0,03	0,10 - 0,30 Al
409	0,08	1	1	10,5 - 11,75	-	0,045	0,045	Ti min - 6x%C
430	0,12	1	1	16,0 - 18,0	-	0,04	0,03	-
434	0,12	1	1	16,0 - 18,0	-	0,04	0,03	0,75 - 1,25 Mo
442	0,2	1	1	18,0 - 23,0	-	0,04	0,03	-
444	0,025	1	1	17,5 - 19,5	1	0,04	0,03	1,75 - 2,5 Mo; 0,035 N Max; (Cb+Ta)min - 0,2+4(%C+%N)
446	0,2	1,5	1	23,0 - 27,0	-	0,04	0,03	0,25N
026-1	0,06	0,75	0,75	25,0 - 27,0	0,5	0,04	0,02	0,75 - 1,50 Mo 0,020 - 1,0 Ti 0,04N; 0,2 Cu

Fonte: WELDING HANDBOOK, 1991, aped FERRARESI, 2005.

Nota-se que o principal elemento na composição dos aços inoxidáveis ferríticos é o cromo e que os outros elementos são praticamente residuais, com exceção de alguns elementos mais nobres como o titânio, o níquel e o molibdênio, portanto uma análise cuidadosa do diagrama de fases Fe-Cr será uma previsão muito próxima da realidade dos aços inoxidáveis ferríticos. Segue na abaixo na FIGURA 2 o diagrama fases Fe-Cr.

Figura 2 – Diagrama Fe-Cr



Fonte: BHADSHIA e HONEYCOMBE, 2006.

O diagrama destaca mudanças de fases acima da temperatura de 600 °C o que é bem pertinente para o presente trabalho já que se trata de um estudo isotérmico a mesma temperatura.

A partir do diagrama apresentado são possíveis algumas interpretações. O cromo é um elemento que se comporta estabilizando a fase ferrita (α), estendendo o campo da fase α até extinguir a presença da fase austenita (γ). O chamado *loop* austenítico é onde se encontra a fase γ e ele varia com alguns elementos, podendo ampliar ou reduzir a possibilidade da fase γ . Para ferro puro a fase α começa a se transformar em fase γ aos 910 °C tornando-se completamente α novamente a 1400 °C. Com aumento da composição de cromo até 8% é identificada a menor temperatura na qual é possível obter da fase γ , no caso a 850 °C. Avançando até aos 13% de cromo ainda é possível obter a fase γ com 1000 °C.

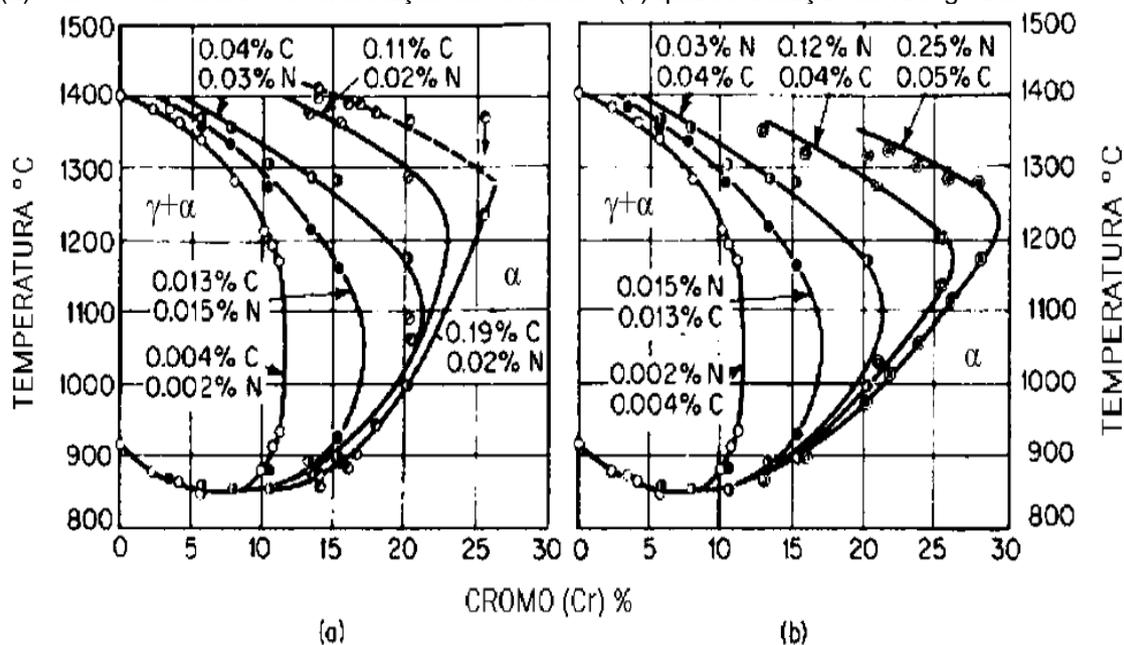
Entre o *loop* austenítico e o campo da fase ferrítica há uma pequena faixa de transição entre as fases, na qual é capaz de obter as duas em equilíbrio. Essa condição ocorre entre 12 e 13% de cromo sendo nomeada de campo bifásico, inclusive são possíveis ter as duas fases à temperatura ambiente caso seja aplicado uma alta velocidade de resfriamento (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).

Há uma região do sistema Fe-Cr na qual uma fase intermetálica, de estrutura tetragonal, chamada de fase sigma (σ) é identificada (PORTO, 2007). Segundo DEMO, 1977 apud PORTO, 2007, a fase sigma ocorre em ligas contendo de 25 a 30% de cromo quando submetidas à temperatura de 600 °C em uma longa exposição de tempo, sendo dificilmente encontradas em ligas com menos de 20% de cromo mesmo aplicando temperaturas acima de 500 °C por centenas de horas.

Muitos pesquisadores realizaram estudos cuidadosos quanto ao efeito dos elementos estabilizadores da fase austenita (γ) no diagrama de fases Fe-Cr, destacando o carbono (C) e o nitrogênio (N), o que é bem plausível já que esses elementos estão sempre presentes e geram mudanças significativas mesmo em quantidades consideradas residuais. A primeira alteração observada foi à expansão do campo das duas fases $\alpha + \gamma$ para um nível mais elevado de cromo (Cr) e a segunda mudança também esta relacionada à expansão do campo bifásico só que desta vez para temperaturas mais elevadas. Na FIGURA 3a e 3b têm alguns exemplos que comparam o aumento gradativo do carbono e do nitrogênio

ressaltando as perturbações no loop austenítico (γ) (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).

Figura 3 – Mudanças nas reações $(\gamma+\alpha)/\alpha$ no diagrama Fe-Cr com a adição de carbono e nitrogênio, (a) efeitos relacionados com a adição do carbono e (b) quanto a adição de nitrogênio.



Fonte: DEMO, 1977 apud PORTO, 2007.

Na FIGURA 3a temos a primeira configuração com 0,013% de carbono e 0,015% de nitrogênio que estendem o *loop- γ* para 17% de cromo que comparado ao habitual 11,5%Cr nos dá uma diferença de 5,5%Cr a mais. Ainda há alterações aumentando ainda mais a presença do carbono para 0,04 e 0,19% (mantendo sempre a mesma porcentagem de nitrogênio) ampliando a máxima extensão em 21 e 26% de cromo. Houve um aumento acentuado do ponto de maior temperatura relativo ao maior teor de cromo, passando de 1075 °C para 1300 °C (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).

A FIGURA 3b observa apenas alterações provocadas com a variação do nitrogênio. Com a adição de nitrogênio foi possível obter um deslocamento do *loop- γ* de 11,5% para 28% de cromo com apenas 0,25% de nitrogênio, elevando a temperatura máxima relativa ao maior ponto de teor cromo, passando de 1075 °C para aproximadamente 1250 °C. O estudo também observou que além de expandir o campo bifásico, o carbono também foi responsável pela formação de carbonetos complexos nos contornos de grãos quando o percentual de carbono ultrapassa

0,01% em temperaturas entre 1100 e 1200 °C são eles o $(Cr, Fe)_7C_3$ e o $(Cr, Fe)_{23}C_6$, estes carbonetos afetam as propriedades mecânicas da liga (DEMO, 1997 apud PORTO, 2007).

A estabilização de um aço inoxidável ferrítico é importante para evitar a diminuição do percentual de cromo na solução sólida (STAINLESS STEELS, 1993 apud BOTTON, 2008). A precipitação de carbonetos e nitretos, geralmente do tipo $Cr_{23}C_6$ e Cr_2N , tendem a se formar nos contornos de grãos tornando a região pobre de cromo sendo assim chamada de região sensibilizada, esse fenômeno é conhecido por sensibilização (GORDON e BENNEKOMI, 1996 apud BOTTON, 2008), daí a relevância que há em estabilizar o aço, além disso, a estabilização promove um refinamento de grão. Somando estes efeitos positivos há um melhoramento no desempenho do material, principalmente quando submetido a processos de soldagem (STAINLESS STEELS, 1993 apud BOTTON, 2008). O processo consiste em adicionar elementos de ligas que venham a formar carbonetos e nitretos ou até mesmo carbonitretos do ponto de vista termodinâmico mais estável que os formados a partir do cromo, são eles o Ti, Nb, Zr, Ta e V (GORDON e BENNEKOMI, 1996 apud BOTTON, 2008).

2.2.1 Alterações Metalúrgicas nos aços inoxidáveis ferríticos

Os aços inoxidáveis podem sofrer alterações metalúrgicas que venham a degradar as suas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Estas alterações ocorrem a partir de diferentes exposições ao calor, elas são conhecidas como: a fragilização a 475 °C, a altas temperaturas, por fases intermetálicas, a sensibilização e a formação de fase martensítica. Vamos compreender um pouco mais a respeito delas.

2.2.1.1 Fragilização a 475 °C

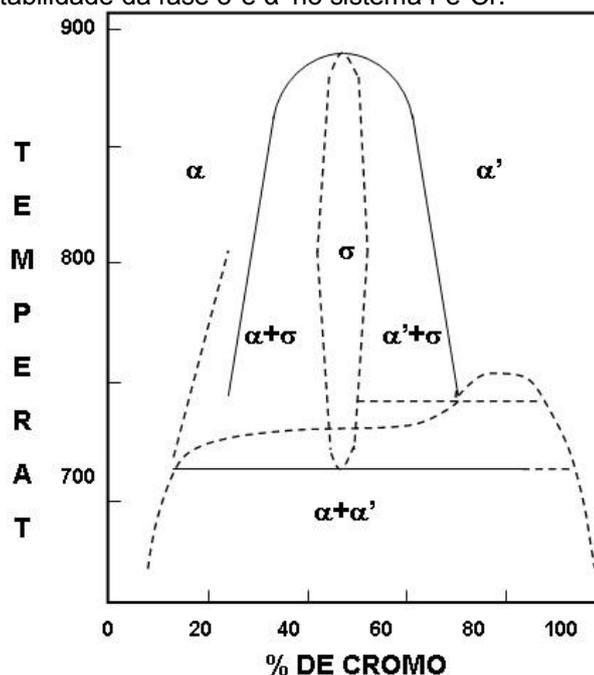
Ligas de Fe-Cr contendo de 13 a 70% de cromo submetido a temperaturas que variam de 400 a 540 °C estão sujeitas a sofrer uma redução na ductilidade e a um aumento na dureza tornando o material frágil. Este fenômeno

acontece mais rapidamente à temperatura de 475 °C e por conta disso é conhecido como fragilização a 475 °C (CORTIE, 1995 apud PORTO 2007).

A causa para a fragilização a 475 °C está relacionada à decomposição do material promovendo uma ultrafina camada interconectada, formando uma rede composta por duas fases, uma fase α rica em ferro e outra chamada α' rica em cromo. Esta separação é justificada por um desvio positivo na solução sólida, ou seja, os átomos de Fe e Cr se repelem (USTINOVSHIKOV, 1998 apud PORTO, 2007). No entanto o fenômeno de fragilização a 475 °C é mais complexo do que possa ser sugerido, isso porque quando o material submetido a um envelhecimento a 475 °C leva também a formação de precipitados de pequenos carbonetos e nitretos de cromo que promovem um endurecimento.

A fase α' é uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), coerente e rica em cromo e com um parâmetro de rede um pouco maior que o encontrado na matriz rica em fase α . São precipitados extremamente pequenos de ordem nanométrica, para exemplificar a sua dimensão, uma liga Fe-27%Cr envelhecida a uma temperatura de 480 °C com um tempo de exposição de 10.000 a 34.000 horas apresentam com essas condições fase α' com diâmetro de 15 a 30 nm (150 a 300 Å) (FISHER et al, 1953 apud SOUZA, 2004). A FIGURA 4 ressalta a região do sistema Fe-Cr na qual é possível encontrar os precipitados α'

Figura 4 – Região de estabilidade da fase σ e α' no sistema Fe-Cr.



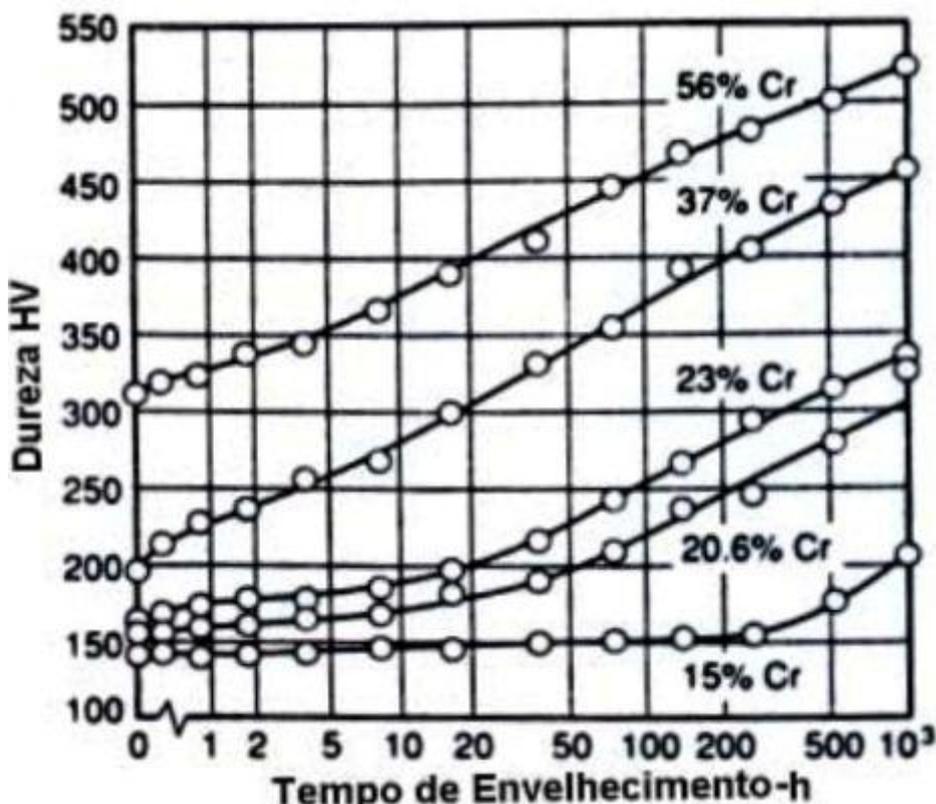
Fonte: Silva, C.C, 2008.

Analisando a FIGURA 4, é possível obter a fase α' em diferentes temperaturas em uma vasta faixa de composição de cromo, podendo ainda encontra-la em equilíbrio junto com a fase sigma (σ).

O modo como é precipitado à fase α' nos aços inoxidáveis ferríticos variam com a composição de cromo, sendo possíveis por nucleação e crescimento com até 17% de cromo e por precipitação espinoïdal para acima de 17% de cromo (GROBNER, 1973 apud SOUZA, 2004). Pesquisas também apontam que a chamada fragilização a 475 °C também dependem da temperatura de envelhecimento, por exemplo, uma liga de Fe-30%Cr forma fase α' por decomposição espinoïdal quando submetidos à exposição de 475 °C de morfologia esférica, já para a temperatura de 550 °C a liga forma uma fase α' por nucleação e crescimento com morfologia de discos (LAGNEBORG, 1967 apud SOUZA, 2004).

Na FIGURA 5 há uma relação entre dureza, tempo de exposição e percentual de cromo na liga.

Figura 5 – A influência do percentual de cromo da liga e do tempo de envelhecimento na a dureza do material.



Fonte: WILLIAMS e PAXTON, 1957 apud Souza, 2004.

Note que para uma liga com apenas 15% cromo houve um sutil aumento da dureza HV ao contrario das ligas que contem 20% ou mais de cromo, que dependendo do tempo de exposição dobraram a sua dureza habitual. Isso reforça ainda mais que a precipitação da fase α' é muito pequena para ligas de baixo cromo, como era de se esperar tendo em vista a FIGURA 4 que destaca a parte do sistema Fe-Cr na qual é formada fase α' .

O fenômeno de fragilização a 475 °C é reversível, ou seja, as ligas fragilizadas quando submetidas a uma temperatura entre 550 e 675 °C por alguns minutos tendem a recuperar as suas propriedades anteriores à fragilização (ZAPFFE, 1951; BLACKBURN e NUTTING, 1964 apud SOUZA, 2004).

2.2.1.2 Fragilização a altas temperaturas

Para aços inoxidáveis com alto teor de cromo e de elementos intersticiais tais como o carbono (C) e o nitrogênio (N) submetidos a temperaturas acima de 950 °C e resfriados a temperatura ambiente, sofreram severa fragilização e perda da resistência à corrosão. É muito comum em processos de soldagem, fundição e tratamentos térmicos a tal magnitude de temperatura mencionada (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).

Há diversas teorias para a explicação deste fenômeno e podem ser divididas nas que estudam as causas para a fragilização e as demais para os motivos que levam a perda de resistência. Primeiramente vamos discutir a respeito da fragilização do material:

- a) Uma das razões pela qual o aço se fragiliza seria a segregação de átomos de carbono na matriz ferrítica. Quando resfriado lentamente o átomo de carbono na fase ferrítica supersaturada se agrupam na forma de clusters coerentes, que fragilizam do mesmo modo que certas ligas endurecíveis através do envelhecimento. A alternativa para evitar os malefícios desse fenômeno é o recozimento a 700 e 800 °C que provoca a formação de carbonetos, removendo assim o carbono da matriz, os clusters e a fragilização (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).
- b) Outra teoria para fragilização está relacionada à formação de martensita, a explicação para isso se deve a presença de carbono (elemento

austenitizante) relativamente mais alto em certas regiões, que poderiam se transformar em austenita e posteriormente com o resfriamento formar martensita. Ao aplicar um recozimento entre 700 e 800 °C a martensita torna a se transformar em ferrita e carbonetos de cromo (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).

Analisando agora as teorias que levam os aços inoxidáveis ferríticos a sofrerem severos ataques de corrosão intergranular:

- a) Com a alta temperatura é formada fase austenita, que ao resfriar vem a sofrer corrosão intergranular nos contornos de grãos, isto ocorre por conta do alto nível de carbono e a baixa presença de cromo na região (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).
- b) Também foi proposto que a tensão nos contornos de grãos provocados pelos carbonetos e nitretos formados após o resfriamento quando as ligas ferrítica expostas a altas temperaturas, isto leva a corrosão na matriz adjacente aos precipitados (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).

De fato aplicar altas temperaturas em aços inoxidáveis ferríticos levam a formação de carbonetos e nitretos de cromo que sensibilizam a matriz adjacentes a eles induzindo assim a corrosão intergranular, além disso, leva a fragilização provocada pela alta dureza destes precipitados e da tensão inserida por eles na matriz (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007).

2.2.1.3 **Sensitização**

A sensitização consiste no empobrecimento de cromo nos contornos de grãos provocado pela precipitação de carbonetos e nitretos de cromo. Esse fenômeno leva o material a sofrer corrosão intergranular e geralmente esta associada a processos de soldagem, em função do elevado aporte térmico (BEDDOES, 1999 apud PORTO, 2007).

Para os aços inoxidáveis ferríticos a sensitização ocorre em temperaturas acima de 900 °C e normalmente esta relacionada a processos de soldagem e a tratamentos termiquímicos. A causa para o fenômeno são os carbonetos e nitretos de cromo e no caso dos ferríticos a sensitização se torna mais evidentes nos

contornos de grão, já que o carbono e o nitrogênio possuem baixa solubilidade na fase ferrítica (OGWU, 1997 apud PORTO, 2007).

A alternativa para prevenir a sensitização é estabilizar a fase ferrítica com a adição de elementos de ligas que irão formar carbonetos e nitretos mais estáveis em comparação com os precipitados de cromo. O titânio (Ti), nióbio (Nb) e zircônio (Zr) são os mais efetivos nesse mecanismo de evitar a sensitização através da estabilização da fase ferrita, já o vanádio (V) é pouco eficaz e tântalo (Ta) apresenta pouca efetividade comparada aos demais, sendo também economicamente inviável (OGWU, 1997 apud PORTO, 2007).

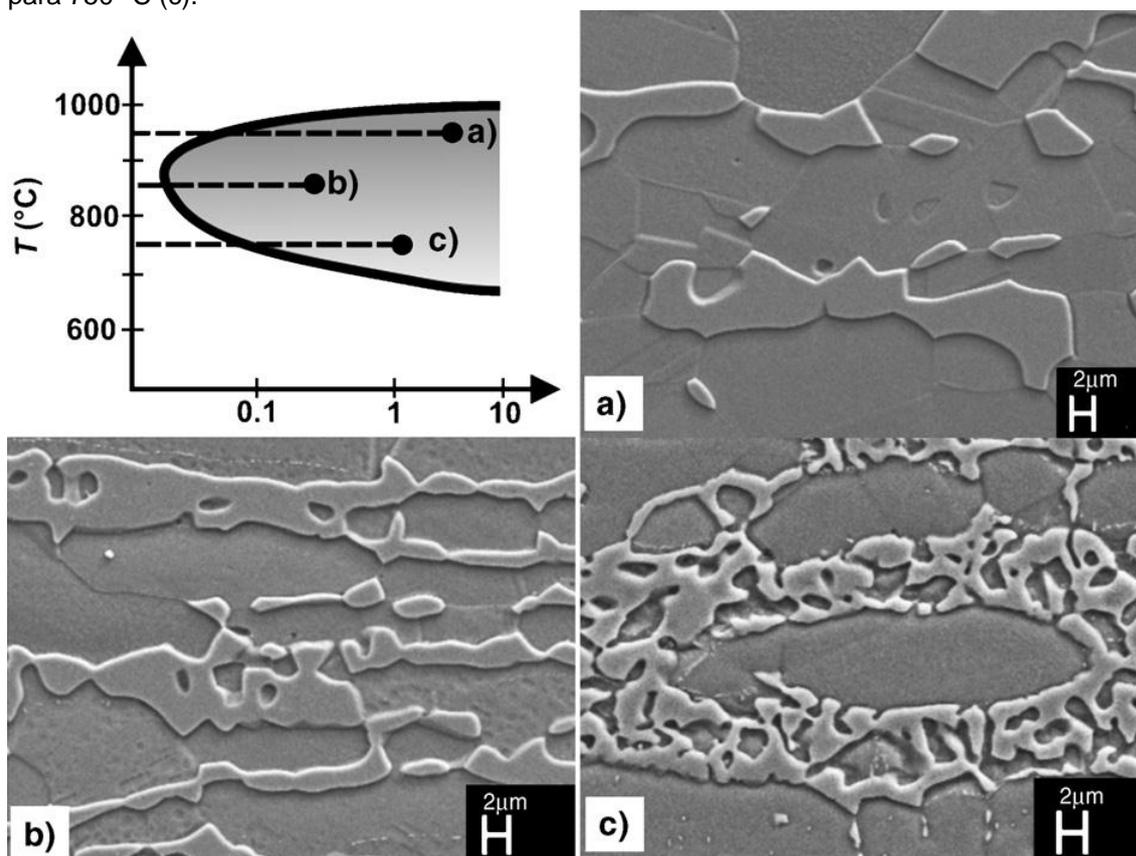
2.2.1.4 Fase sigma (σ)

A fase sigma (σ) foi descoberta em 1927 e mais tarde identificada como um composto intermetálico com estrutura tetragonal, extremamente duro e não magnético (DEMO,1977). Os seus efeitos indesejáveis refletem nas propriedades mecânicas e na resistência a corrosão (KOBAYASHI, 1999, apud PORTO, 2007).

A formação da fase sigma ocorre lentamente em temperaturas entre 540 e 820 °C. A sua nucleação se dar nos contornos de grãos e provoca um aumento da dureza e uma significativa redução à ductilidade e tenacidade (DEMO, 1977 apud PORTO, 2007). A FIGURA 4 evidencia as possíveis regiões no sistema Fe-Cr na qual a fase sigma se encontra em equilíbrio. A sua formação se restringe a ligas com alto teor de cromo, entre 20 e 70%, e teoricamente não se formam em baixas ligas, 14 e 15% de cromo, no entanto caso haja pequenas frações de Mo e Ti, por exemplo, é possível sim a precipitação da fase sigma em níveis baixos de cromo (ASM, 1986 apud PORTO, 2007).

Segundo Pohl et al, 2007, a fase sigma tem três morfologias, que ocorrem em temperaturas distintas de tratamento. A FIGURA 6a apresenta uma morfologia mais macia obtida para tratamentos acima de 900 °C, já a FIGURA 6b apresenta uma forma lamelar, geralmente a temperaturas 850 °C e por fim na FIGURA 6c com morfologia em forma de coral, para tratamentos de exposição a 750 °C (POHL et al, 2007).

Figura 6 – As três morfologias da fase sigma (σ), macia para 950 °C (a), lamelar 850 °C (b) e coral para 750 °C (c).



Fonte: POHL et al, 2007.

2.3 Aço inoxidável AISI 410S

A liga 410S é um aço inoxidável ferrítico de baixo cromo, entre 11-14% de cromo. É o aço inoxidável martensítico 410 modificado, ou seja, com baixo teor de carbono para evitar a formação da fase austenítica em altas temperaturas. A redução do elemento intersticial e estabilizador da fase austenítica, carbono, evita a formação da fase martensítica sendo assim uma liga macia e dúctil mesmo quando resfriada rapidamente de altas temperaturas.

A resistência à corrosão é similar ao AISI 410, resiste à corrosão atmosférica, água fresca, ácidos orgânicos leves e alcalinos, dentre outros produtos químicos. A resistência à oxidação é boa, é possível aplicá-lo em condições de temperatura até 705 °C.

A seguir na TABELA 2 temos a faixa máxima e mínima da composição química do AISI 410S. A TABELA 3 apresenta um resumo das suas principais propriedades mecânicas.

Tabela 2 – Composição química do AISI 410S.

Cr	Ni	C	Mn
11,5 min. – 14,5 máx.	0,60 máx.	0,08 máx.	1,00 máx.
P	S	Si	Fe
0,040 máx.	0,030 máx.	1,00 máx.	Balanceado

Fonte: SANDMEYER STEEL COMPANY.

Tabela 3 – Principais propriedades mecânicas do AISI 410S.

Limite de Resistência à Tração	Limite de Escoamento	Alongamento de Ruptura	Modulo de Elasticidade	Dureza Rockwell B
444 MPa	290 MPa	33%	200 GPa	75

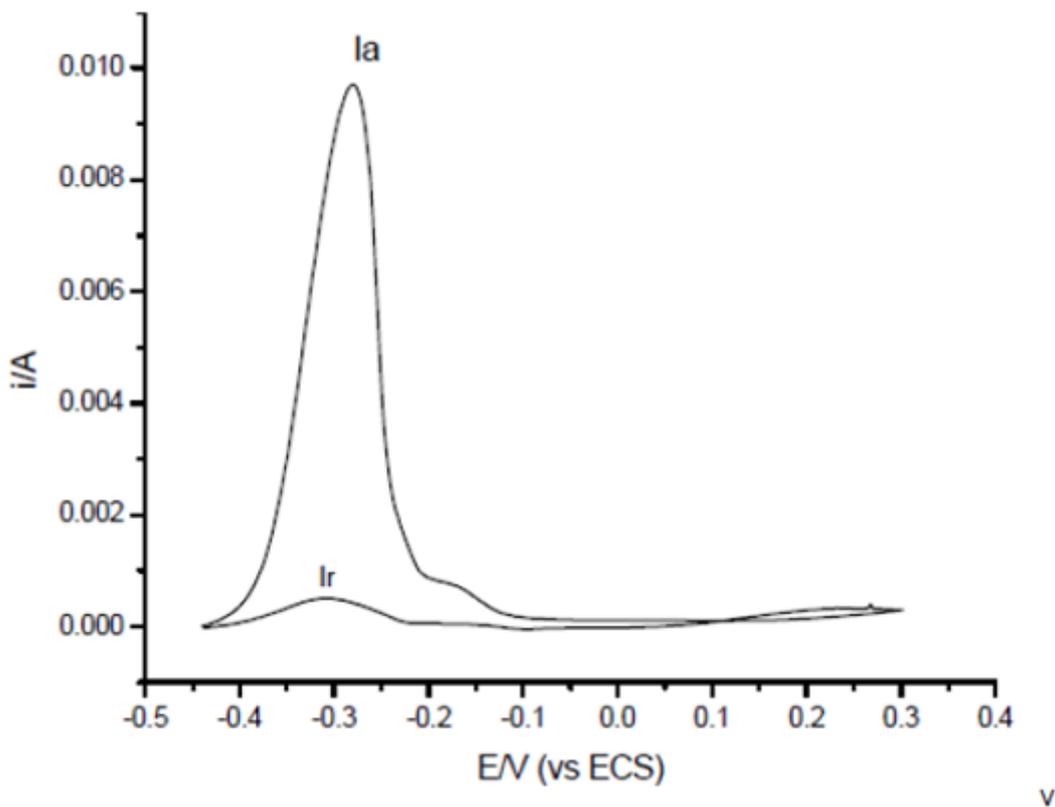
Fonte: SANDMEYER STEEL COMPANY.

2.4 Ensaio de Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation (DL-EPR)

O ensaio de DL-EPR (*Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation*) consiste basicamente numa curva de polarização. São realizados ciclos de varredura de potencial. Em um dos ciclos há uma varredura a partir do potencial de corrosão em direção a potenciais mais elevados, seguido do retorno do potencial de corrosão, para isso é aplicada uma sobretensão anódica em relação a este potencial após o termino da varredura é realizado o mesmo para sentido catódico até o potencial de corrosão (MIRANDA, 2011).

O ensaio de DL-EPR mede de forma quantitativa a suscetibilidade a corrosão intergranular provocada pelo empobrecimento de cromo na matriz adjacente aos precipitados de carbonetos complexos de cromo. Na FIGURA 7 temos o exemplo do resultado obtido no ensaio, às duas curvas representam os picos de polarização, sendo uma anódica (I_a) e a outra chamada de reversa (I_r), inclusive a razão delas representam o nível de sensibilização do material (I_r/I_a) (LUZ, FARIAS, LIMA NETO, 2003, apud SILVA et al, 2005).

Figura 7 – Representação gráfica de um ensaio de DL-EPR. O pico maior representa a curva de polarização anódica (I_a) e o menor representa a curva de polarização reversa (I_r)



Fonte: SILVA et al, 2005

A essência do ensaio consiste em avaliar a resposta da densidade de corrente em função da mudança do potencial aplicado (ČIHAL e ŠTEFEC, 2001), quanto maior for a razão (I_r/I_a) maior será o grau de sensitização do aço consequentemente a suscetibilidade a corrosão intergranular, a situação inversa reflete em uma maior resistência a corrosão (SILVA et al, 2005).

Kim et al, em 2009 realizou ensaios no AISI 409L com 11%Cr e estabilizado ao titânio, concluiu que quanto maior for o tempo de envelhecimento maior será a formação de precipitados de cromo responsáveis pela menor resistência à corrosão.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Foram utilizados chapas de aço inoxidável ferrítico AISI 410S de 3 mm de espessura. As amostras foram cortas em sete amostras, sendo seis destas submetidas a um envelhecimento ao forno.

3.1.1 Espectrômetro de Emissão Ótica

A composição química foi obtida através do Espectrômetro de Emissão Ótica SHIMADZU de modelo PDA 7000. O corpo de prova em condições como recebida foi submetido a análise em três pontos distintos, sendo descartada a medida de maior desvio com relação às demais, daí então foi aplicado à média das outras duas análises.

O resultado da análise da espectroscopia de emissão ótica está disposto abaixo na TABELA 4.

Tabela 4 – Resultado da espectroscopia de emissão ótica.

C	Si	Mn	P	S	Ni
0.011	0.393	0.459	0.026	0.002	0.150
Cr	Cu	Ti	Nb	V	Fe
11.876	0.121	0.027	0.013	0.117	Bal.

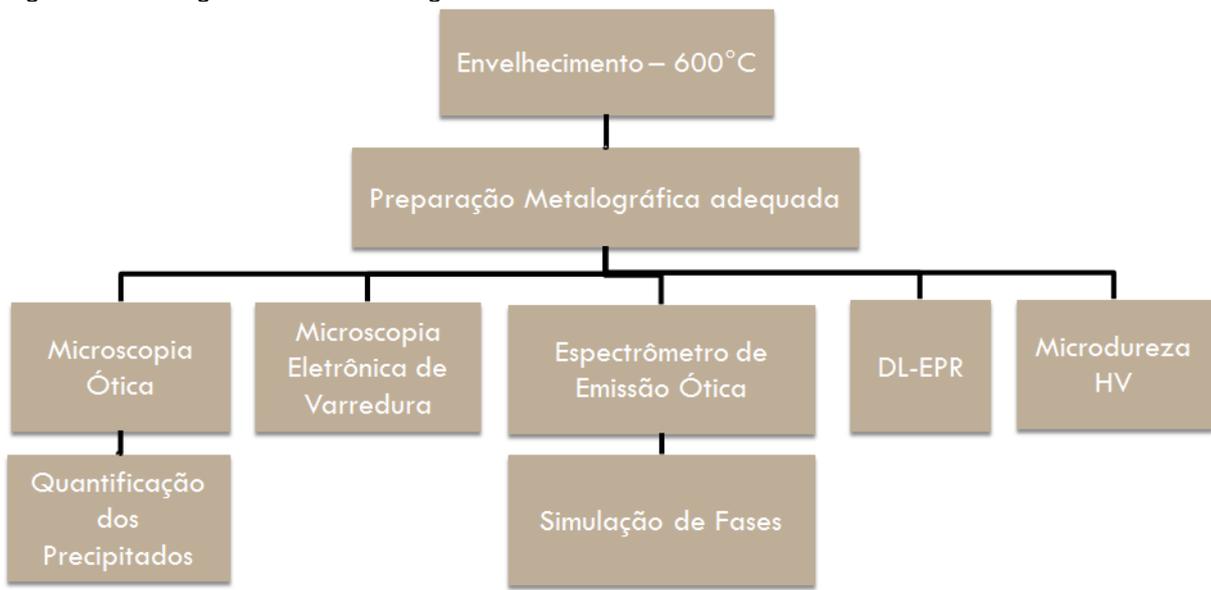
Fonte: Autor.

Além dos elementos já previstos pelo fabricante, a análise nos revelou que uma pequena fração de titânio (Ti), vanádio (V) e níquel (Ni), as duas primeiras são responsáveis pela estabilização da matriz, ou seja, evita a formação de precipitados de carbono e nitrogênio, já o níquel estabiliza a austenita. Apesar de o equipamento não medir percentual de nitrogênio (N), assim como o carbono é um elemento que está sempre presente mesmo em pequenas frações.

3.2 Métodos

Na FIGURA 8 é apresentado um fluxograma da metodologia aplicada no estudo.

Figura 8 – Fluxograma da metodologia.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Cada ensaio passou por uma preparação metalografica adequada.

Todos os resultados obtidos nos ensaios que serão relatados a seguir foram analisados com o Software STATISTICA versão 8.

3.2.1 Tratamentos térmicos

Seis chapas do mesmo aço AISI 410S foram submetidas a um envelhecimento a 600 °C com diferentes tempos de exposição, em forno câmara, resfriados a água. A FIGURA 9 ilustra o mesmo forno câmara utilizada no tratamento térmico.

Figura 9 – Forno Jung modelo TB6565 com chaminé para evitar contaminação dos primeiros gases gerados.



Fonte: Fornos Jung Ltda.

Os tempos de exposição foram de 1 min, 10 min, 30 min, 1 h, 10 h e 100 h. Além das seis condições de envelhecimento as condições de como foi recebido faz parte do estudo.

Após o tratamento térmico as amostras foram cortadas e embutidas em resina de cura a quente, baquelite. Em seguida preparadas adequadamente segundo a necessidade de cada ensaio.

3.2.2 Quantificação dos precipitados

Foram preparadas sete amostras, uma para cada condição, destinadas a análise no microscópio ótico. Os corpos de prova lixadas em 100, 200, 300, 400, 600 e 1200 *mesh*, em seguida polidas em 6, 3 e 1 μm .

Foi aplicado um ataque eletrolítico com solução de 10% de KOH em água destilada. A corrente aplicada foi de 0,01 A com tempo de 10 segundos.

Para cada condição foi obtida vinte e cinco fotos com intuito de quantificar os precipitados presentes nos corpos de prova. Para tal o microscópio ótico OLYMPUS de modelo GX41 foi utilizado na aquisição das imagens.

A quantificação foi mensurada a partir do programa IMAGEJ versão 1.46r.

3.2.3 Microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Para a obtenção das imagens no microscópio eletrônico de varredura foram necessários amostras extremamente polidas, sendo então submetido ao equipamento de polimento automático BUEHLER de modelo 69-1100 com abrasivo de sílica diluída em água Mili-Q.

A amostra com tratamento de 1 hora de exposição foi utilizada na técnica *backscattering electron* (EBS), ou seja, isenta de ataque. Já a amostra 100 horas foi submetida ao ataque eletroquímico com solução de 10% de KOH e utilizada na aquisição de fotos no modo *secondary electron*.(SE).

3.2.4 Ensaio de *Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation* (DL-EPR)

A célula utilizada é composta por um eletrodo de referência (eletrodo de prata imerso em KCl) e um contra eletrodo de platina.

A solução usada no experimento foi 0,25 M de H_2SO_4 + 0,01 M de KSCN com uma velocidade de varredura de 0,06 mV/s em uma amplitude de varredura de 0 a 2 V.

A preparação das amostras se limita a uma superfície lixada, sendo submetidas às granulometrias de 100, 200, 300 e 400 mesh. Na FIGURA 10 temos a imagem da célula eletroquímica usada no ensaio.



Fonte: VASCONCELOS, 2011.

3.2.5 Microdureza Hardness Vikers

A dureza foi realizada no microdurômetro SHIMADZU de modelo DUH-W211 em lugares aleatórios com uma carga de 980,7 mN em tempo de 15 segundos. A região escolhida foi a de sentido transversal à direção de laminação. Foram obtidas 15 medições no total.

3.2.6 Simulação de fases

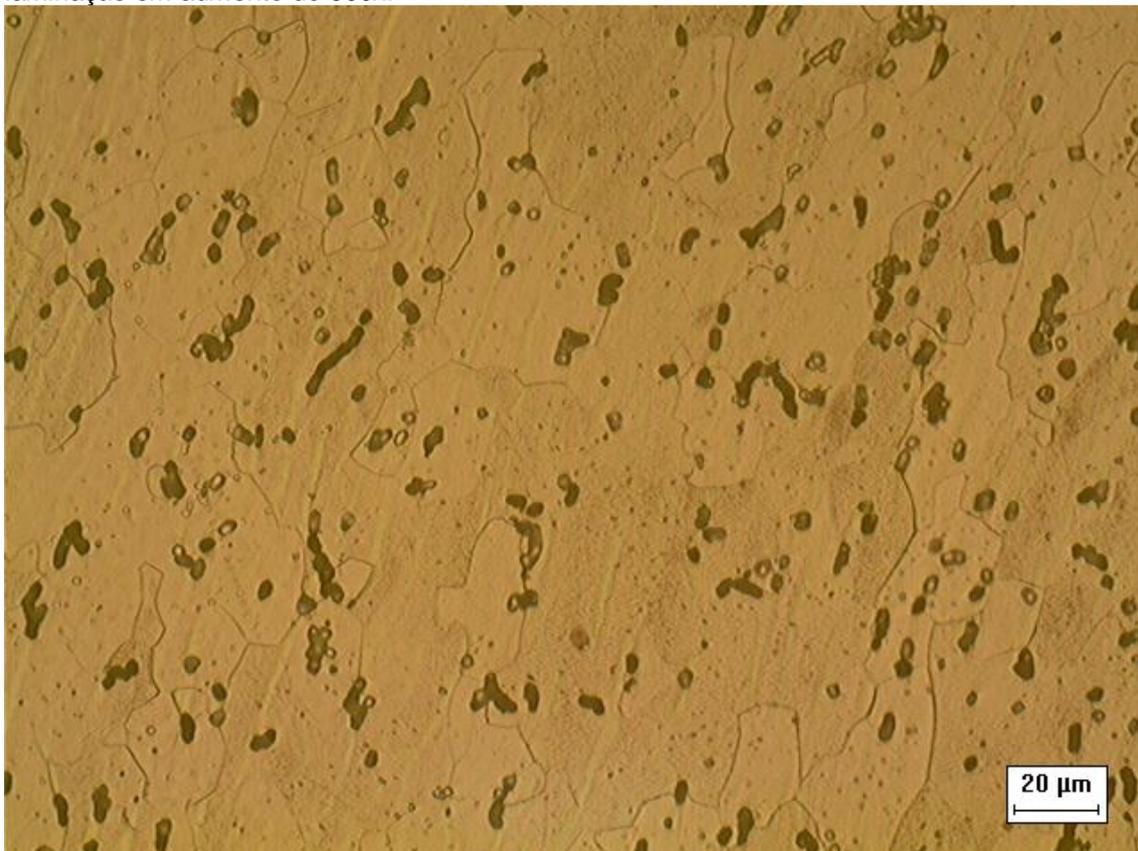
Com o *software* THERMO-CALC foi realizada uma simulação das possíveis fases presentes no material, variando temperatura e composição de cromo. Para tal análise foi inserido a composição química dos elementos mais relevantes. As fases escolhidas na simulação foram: austenita, ferrita, sigma e o carboneto $M_{23}C_6$.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Análise micrografia do AISI 410S

A seguir na FIGURA 11 a micrografia do AISI 410S em condições normais revelada com ataque de HNO_3 .

Figura 11 – Micrografia do AISI 410S em condições normais. Vista transversal ao sentido de laminação em aumento de 500x.

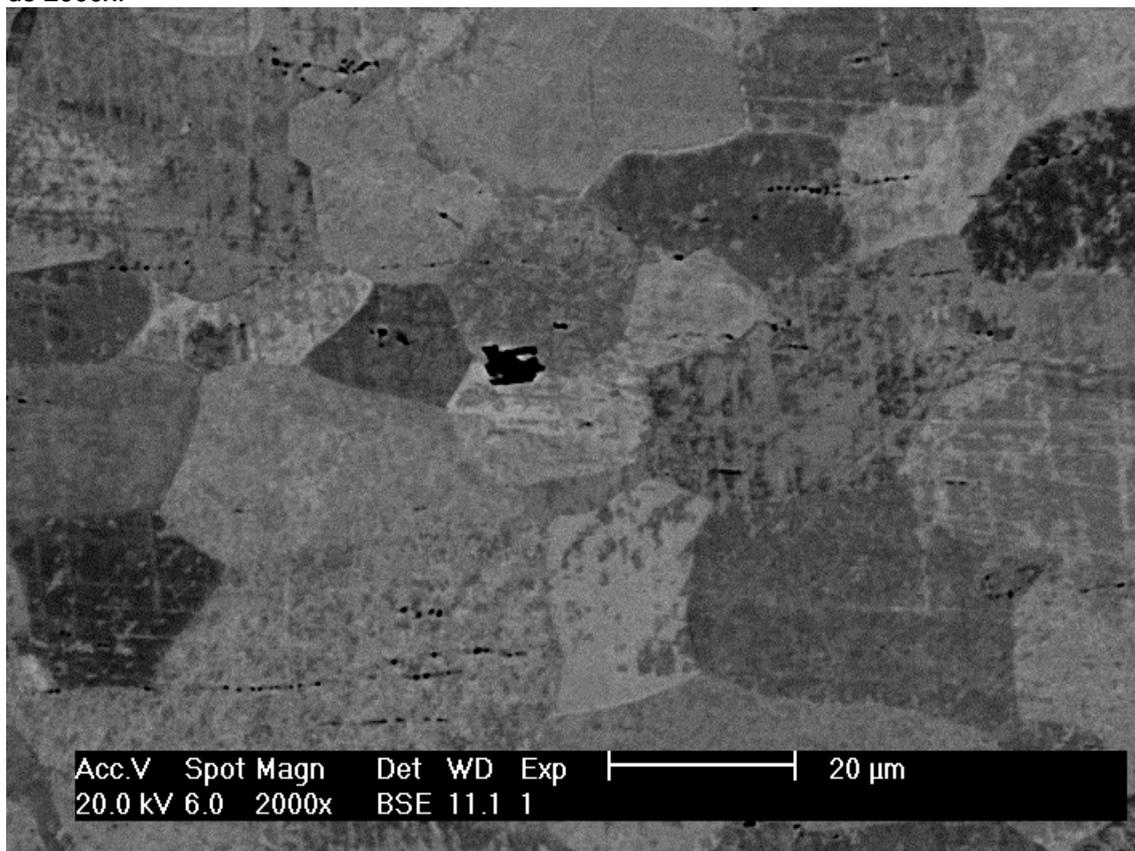


Fonte: Elaborada pelo autor.

A sua matriz é composta pela ferrita com carbonetos e nitretos dispersos por todo o metal. As estruturas mais destacadas representam o final de bandas de laminação, na qual o reagente ataque fortemente.

A FIGURA 12 é uma análise de microscopia eletrônica de varredura no modo *backscattering electron* (BSE) no AISI 410S tratado por 1 hora.

Figura 12 – Micrografia de MEV em modo BSE do AISI 410S tratado a 600 °C por 1 hora. Aumento de 2000x.

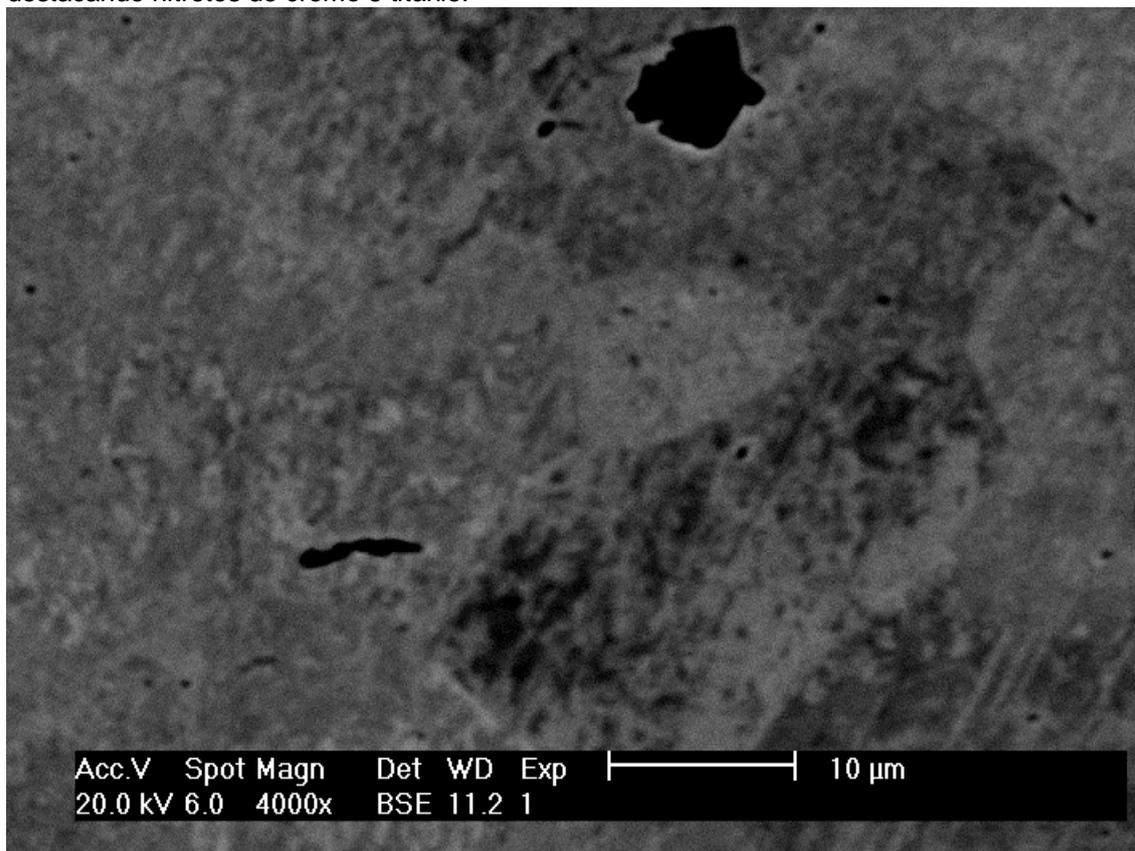


Fonte: Elaborada pelo autor.

A técnica BSE gera contraste pelo tamanho do número atômico de cada elemento, ou seja, quanto menor o número atômico da estrutura mais destacado com a cor escura ela será, já para fase com número atômico muito grande a coloração branca irá destacá-la (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). Na FIGURA 12 é possível observar que toda a matriz é ferrítica, com algumas diferenças de tonalidades devido à distribuição heterogênea do cromo. Ainda na FIGURA 12, um nitreto de titânio está bem destacado ao centro, o destaque negro característico dos nitretos e a morfologia cúbica sugere ser formada a partir do titânio. Também são observadas finas estruturas que também são nitretos, possivelmente são de cromo. A FIGURA 13 a seguir, com um aumento maior, facilita a compreensão.

Vasconcelos P.M., 2011, identificou no AISI 410S nitretos de cromo e titânio com aumento de 3000x, sendo as estruturas menores formadas por pontos representando os nitretos de cromo e as maiores com formato cúbico representando os nitretos de titânio.

Figura 13 – Microestrutura do AISI 410S envelhecida a 600 °C por 1 hora. Imagem aumentada 4000x destacando nitretos de cromo e titânio.



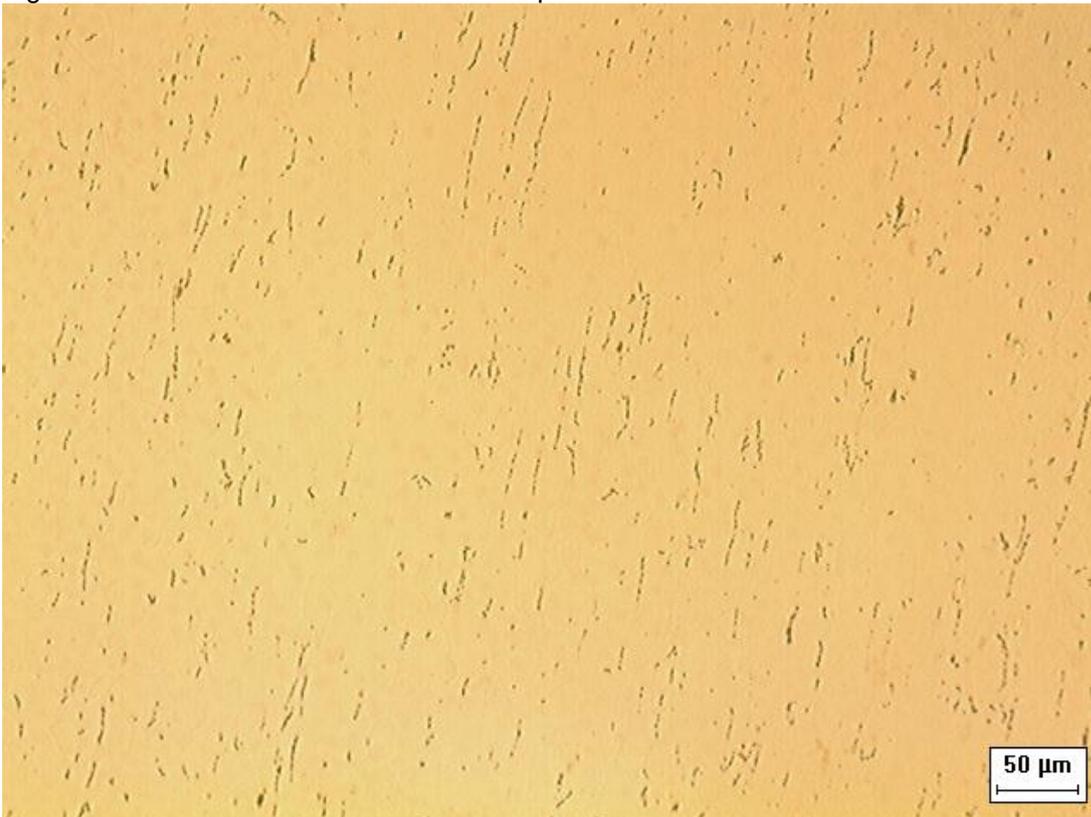
Fonte: Elaborada pelo autor.

Nota-se que a FIGURA 13 destaca dois nitretos, o maior com formato cúbico representa um nitreto de titânio, já a menor mais alongada representa um nitreto de cromo.

A presença dos nitretos de cromo segundo BEDDOES (1999) apud PORTO (2007) sensitiza a matriz ferrítica por conta do empobrecimento de cromo. Isso torna o material suscetível à corrosão. Segundo OGWU, 1997, apud PORTO, 2007, o titânio rouba o nitrogênio presente formando os nitretos de titânio observados acima, estabilizando dessa forma o material, evitando assim a sensitização.

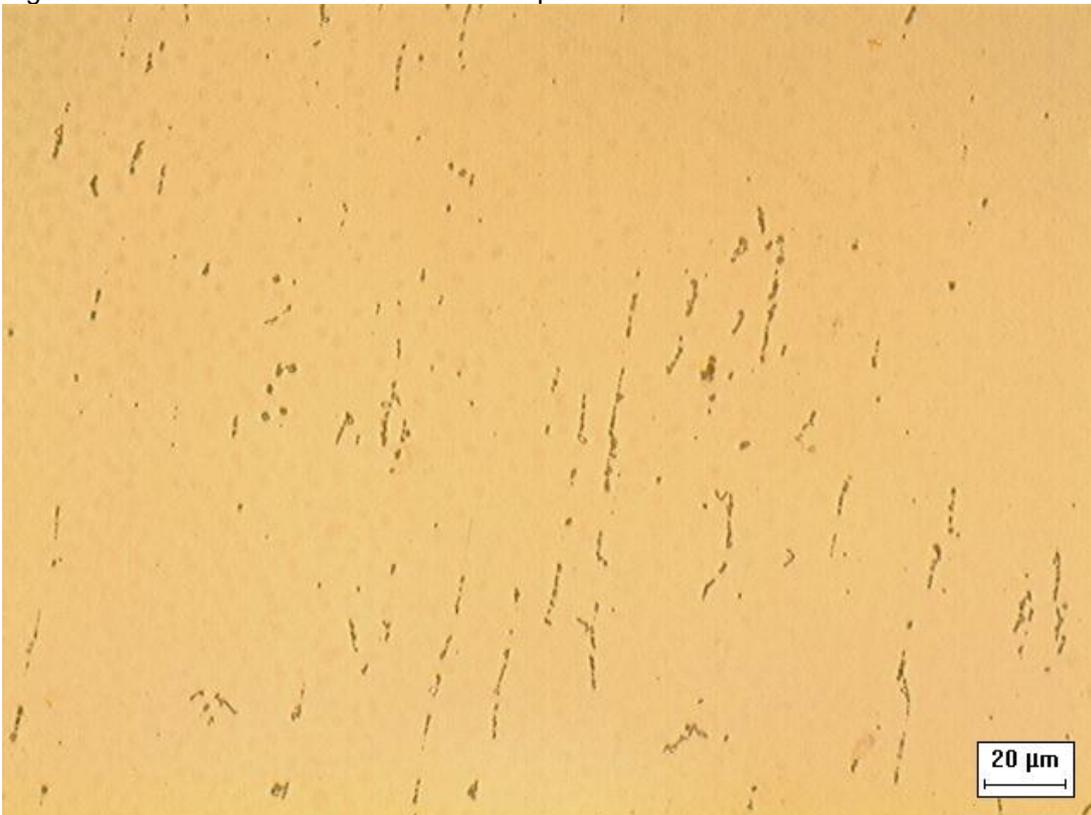
Foi realizado um ataque eletrolítico com a solução de 10% de KOH em água destilada. É uma solução recomendada para revelar fase sigma, contudo estruturas com elevada porção de cromo também são destacadas. A FIGURA 14, 15 e 16 são micrografias que destacam os precipitados em aumentos progressivos para a condição de 100 horas de exposição.

Figura 14 – AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 200x



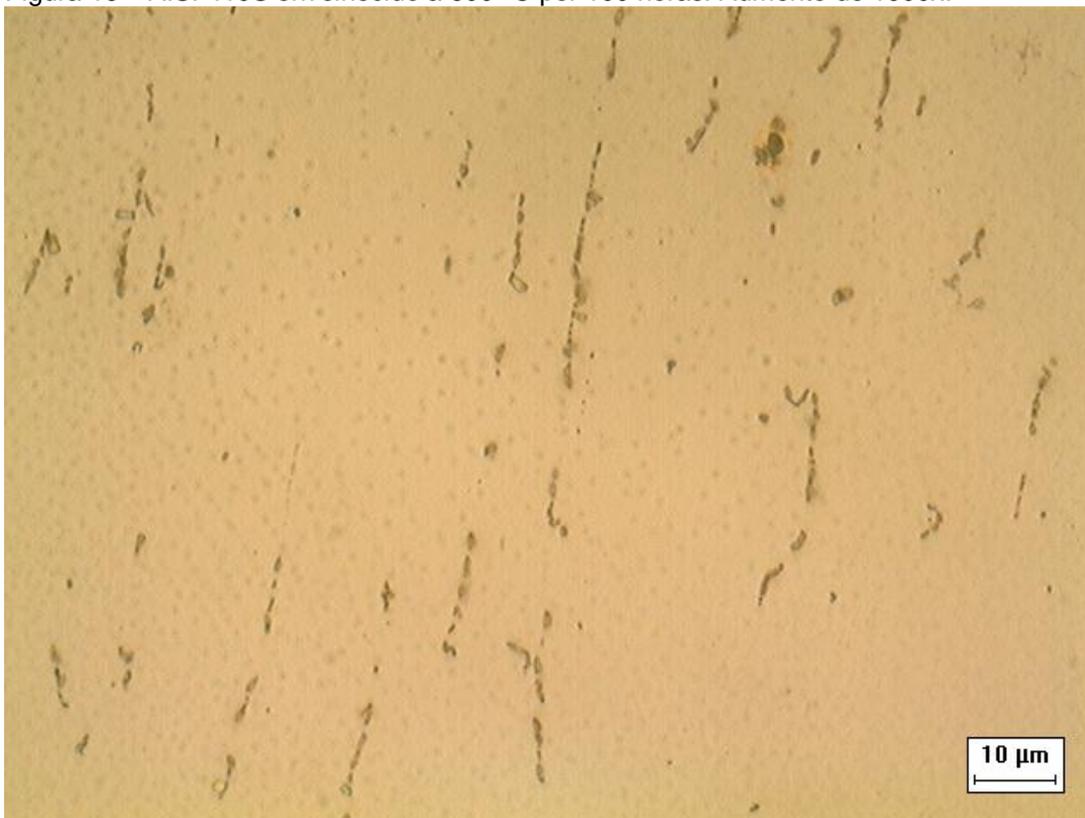
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 15 – AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 500x.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 16 – AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 1000x.

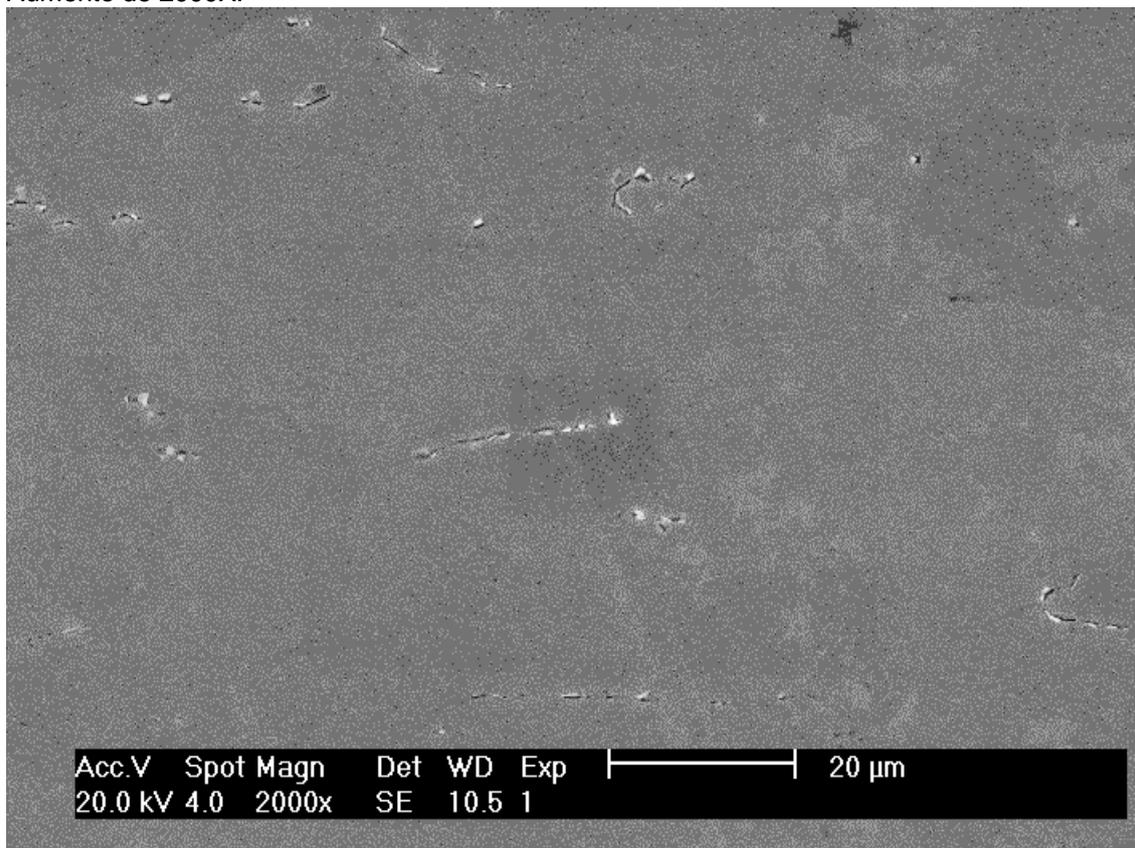


Fonte: Elaborada pelo autor.

As amostras envelhecidas a 600 °C, quando aplicados ao ataque eletrolítico de 10% de KOH, apresentaram precipitados tal como esta disposta nas FIGURAS 14, 15 e 16. É uma precipitação muito fina, não foi possível identifica-las em aumentos de 1000x, para tal foi realizado algumas imagens na microscopia eletrônica de varredura.

Na FIGURA 17 foi realizada uma imagem de microscopia eletrônica de varredura no modo SE para a amostra de 100 horas revelada pelo KOH.

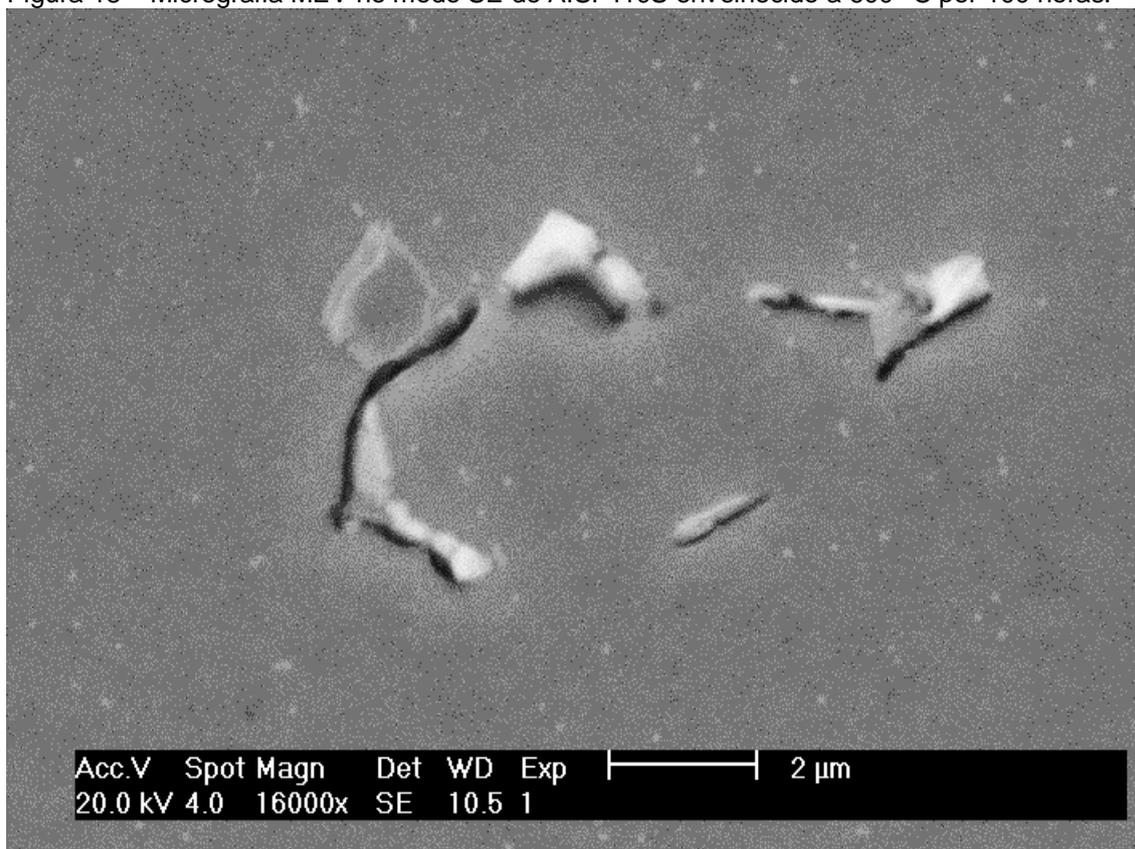
Figura 17 – Micrografia MEV no modo SE do AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas. Aumento de 2000X.



Fonte: Elaborada pelo autor.

O modo *secondary electron* (SE) destaca as imagens, sobretudo por diferença de relevo (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). O ataque eletrolítico de KOH corroeu a amostra nas regiões de cromo elevado gerando essas estruturas muito finas. Observe que na FIGURA 17 algumas dessas estruturas parecem estar contornando os grãos de ferrita. A FIGURA18 ampliou ainda mais focando em apenas uma estrutura.

Figura 18 – Micrografia MEV no modo SE do AISI 410S envelhecido a 600 °C por 100 horas.



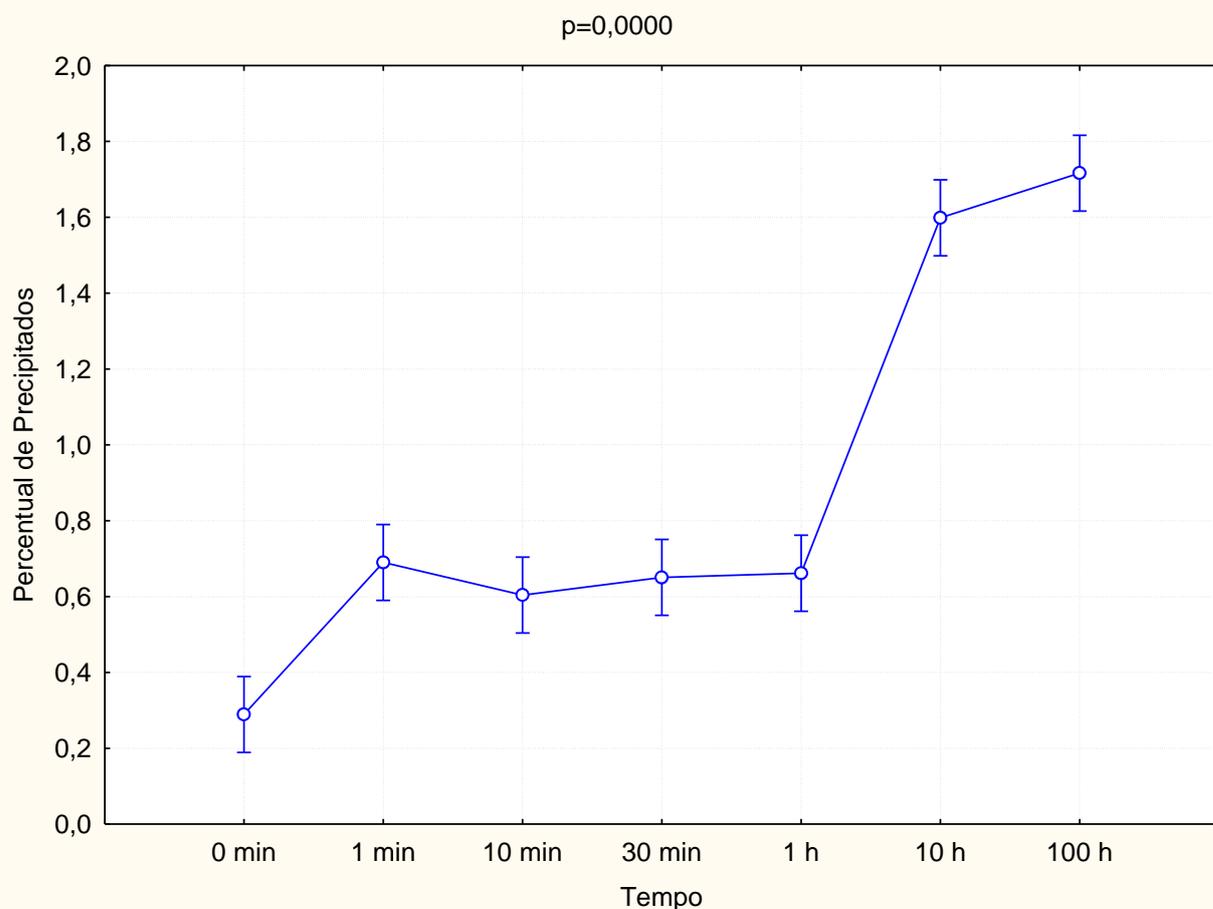
Fonte: Elaborada pelo autor.

Analisando com um aumento maior, apesar de ser uma estrutura muito pequena, aproximadamente 8 μm , a forma como ela está disposta se assemelha muito com o contorno de grão ferrítico poligonal, o mesmo visto nas FIGURAS 11, 12 e 13, isso nos leva a crer que estão contornando o grão e como a fração de precipitados na matriz é muito pequena, isso explica o fato de que apenas alguns grãos estarem plenamente circundados pelos precipitados.

4.2 Quantificação dos precipitados

A FIGURA 19 apresenta o gráfico evolutivo da quantificação dos precipitados para todas as condições de tempo.

Figura 19 – Quantificações dos precipitados do AISI 410S envelhecido a 600 °C.



Fonte: Elaborada pelo autor.

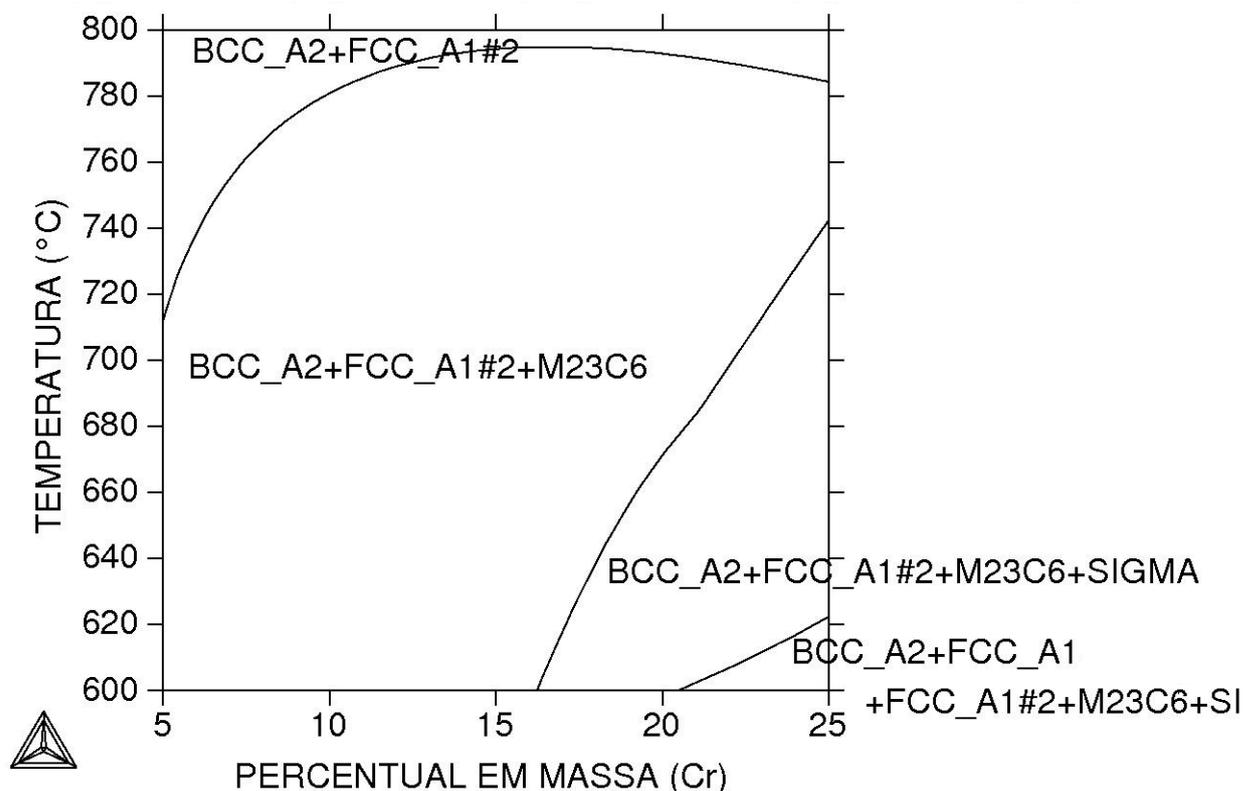
Na amostra como recebida (representada no gráfico como 0 min) houve um indicio de precipitação em torno de 0,3%, esse percentual evoluiu para as amostras tratadas, não havendo distinção entre as condições de tempo de 1 min até 1 h, apresentando um valor de 0,7% de precipitados. Já para tempos mais elevados de exposição, entre 10 horas e 100 horas, houve um aumento significativo com relação aos demais tratamentos, mas ambos estão com magnitudes muito parecidas, não sendo possível afirmar uma tendência apesar da inclinação que há entre eles, os valores percentuais ficaram em torno de 1,7% de precipitados.

4.3 Simulação de fases

Segue abaixo na FIGURA 20 a simulação de fases realizada no *software* THERMO-CALC. Foram aplicadas as composições obtidas na espectroscopia de

emissão ótica avaliando a formação das possíveis fases para o AISI 410S na condição de temperatura.

Figura 20 – Simulação de fases pelo software THERMO-CALC.



Fonte: Elaborada pelo autor.

A primeira região da simulação, que vai de aproximadamente 720 °C a 800 °C para a composição de 5%Cr é composta pela fase austenítica e ferrita coexistindo, portanto representa a região do *loop* austenítico.

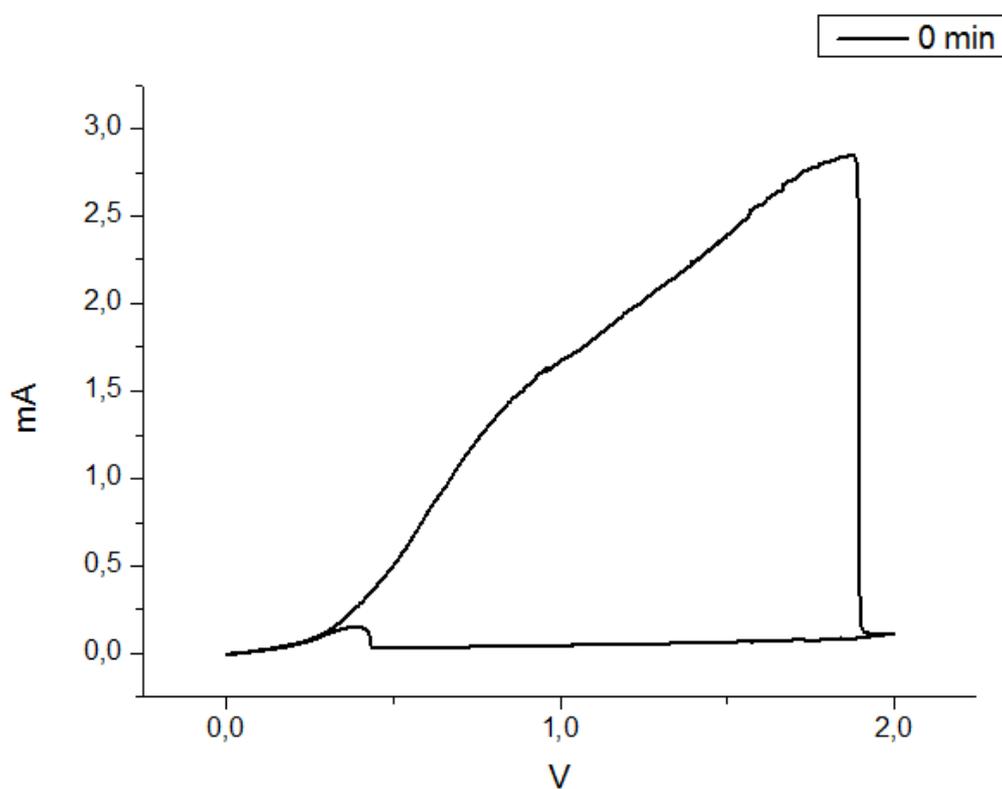
A segunda região logo abaixo da primeira, variando aproximadamente de 5 a 17% de cromo, corresponde à região pela qual foi realizando o estudo. Estão presentes as fases austenita (γ), ferrita (α) e o carboneto $M_{23}C_6$. A presença do carboneto nos leva concluir que os precipitados obtidos no ataque eletrolítico de 10% de KOH sejam carbonetos.

Nas outras duas regiões da simulação coexistem as fases austenita (γ), ferrita (α), $M_{23}C_6$ e a sigma (σ). A fase sigma só se torna presente em percentuais aproximadamente acima de 17% de cromo para a temperatura de 600 °C, reforçando as micrografias de MEV no modo *backscattering electron* (BSE) que não identificou um contraste característico da fase sigma.

4.4 Ensaio de *Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactvation (DL-EPR)*

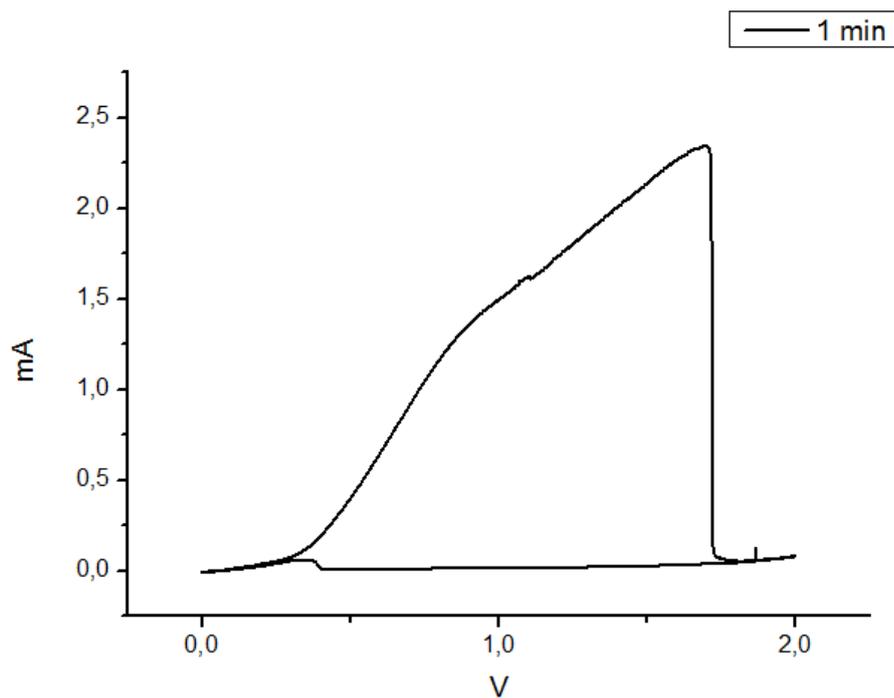
A seguir teremos uma sucessão de gráficos para cada ensaio de DL-EPR nos diversos tempos de exposição ao envelhecimento. Nas FIGURAS 21, 22, 23, 24, 25, 26 e 27 representam as condições como recebida, 1 min, 10 min, 30 min, 1 h, 10 h e 100 h respectivamente.

Figura 21 – Ensaio de DL-EPR para as condições como recebida.



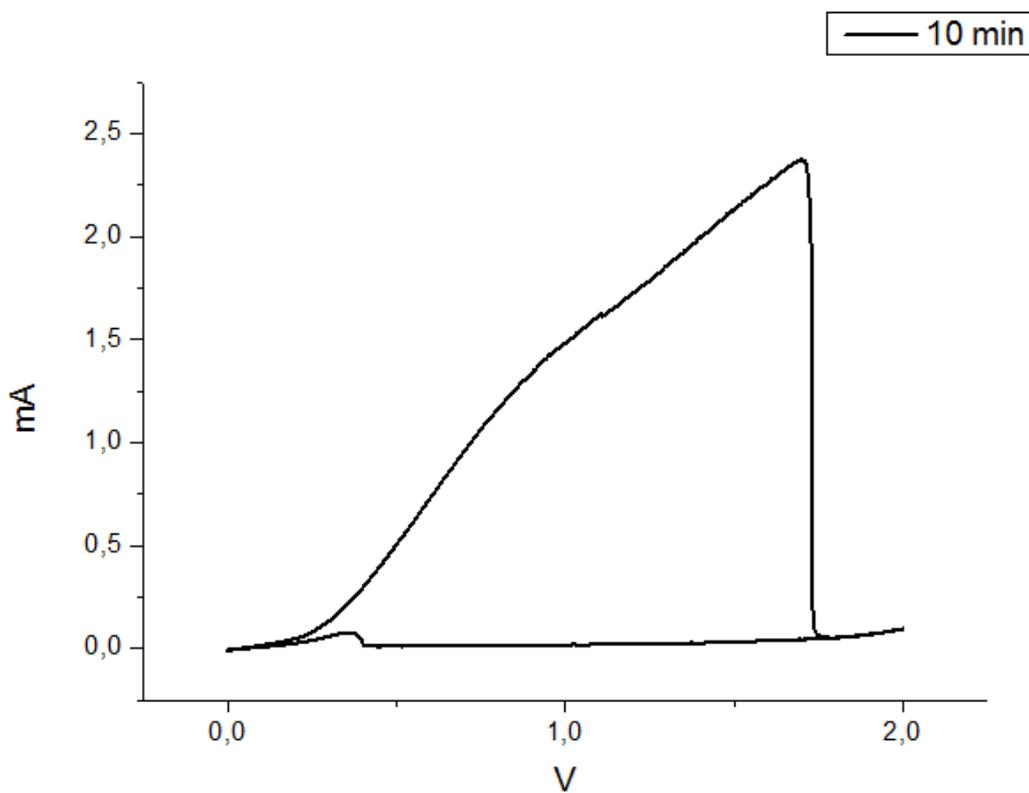
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 22 – Ensaio de DL-EPR para 1 min de exposição ao envelhecimento a 600 °C.



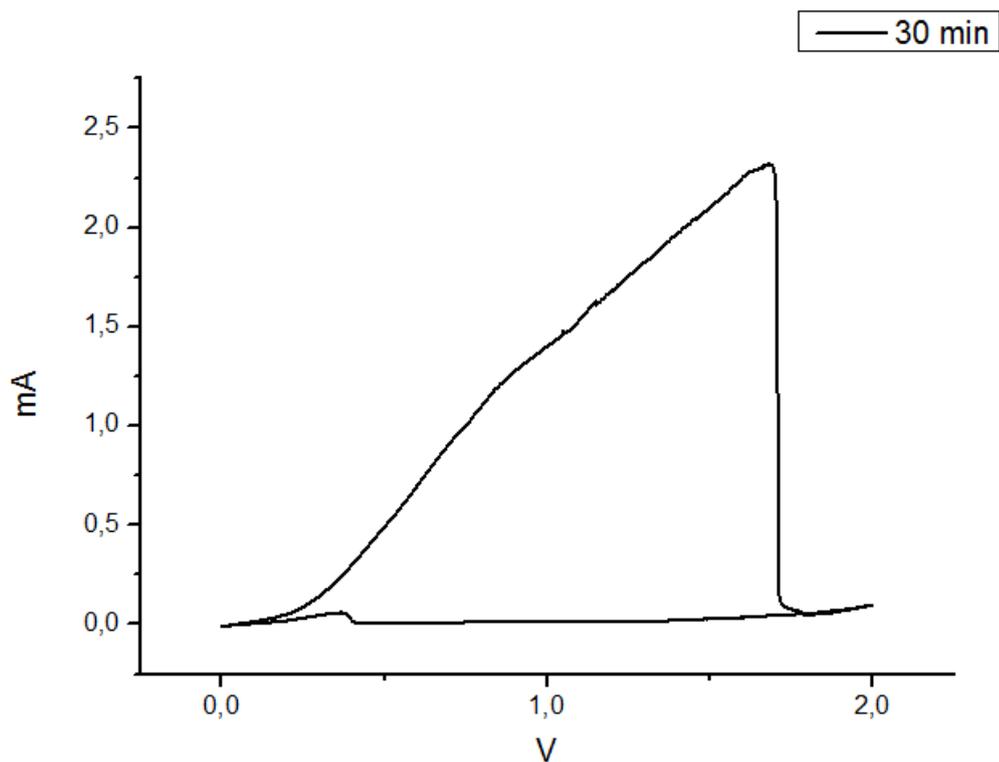
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 23 – Ensaio de DL-EPR para 10 min de exposição ao envelhecimento a 600 °C.



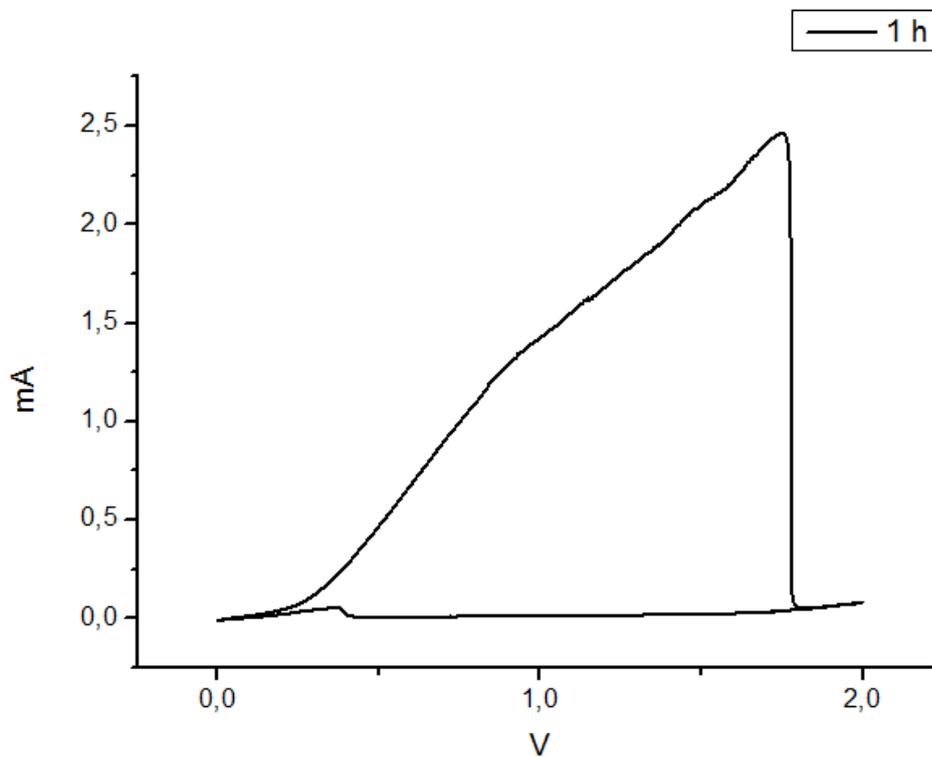
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 24 – Ensaio de DL-EPR para 30 min de exposição ao envelhecimento a 600 °C.



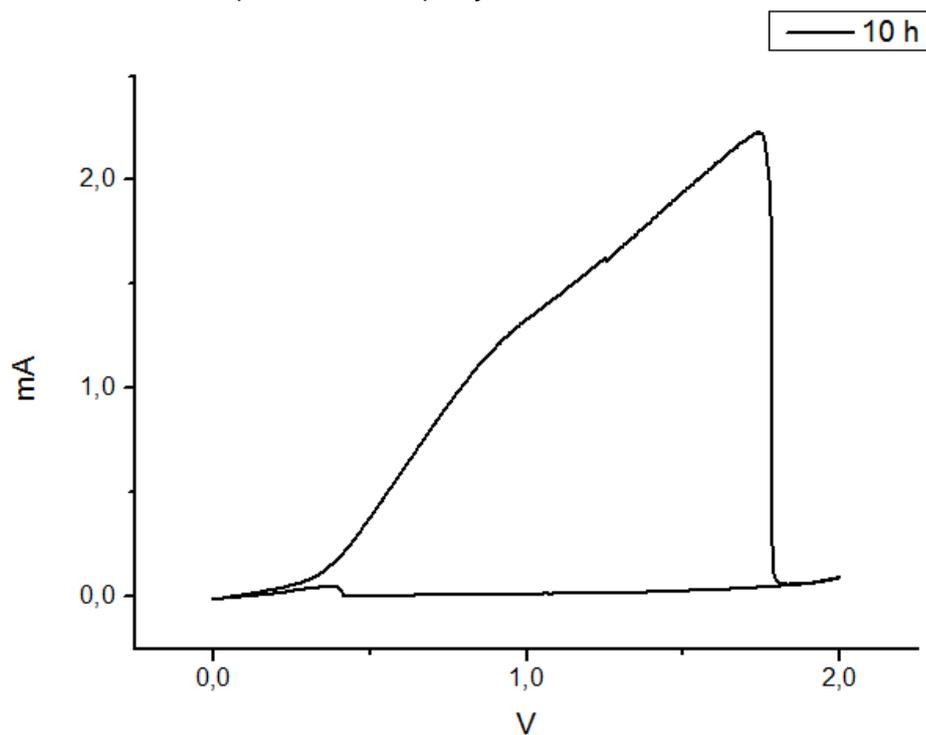
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 25 – Ensaio de DL-EPR para 1 h de exposição ao envelhecimento a 600 °C.



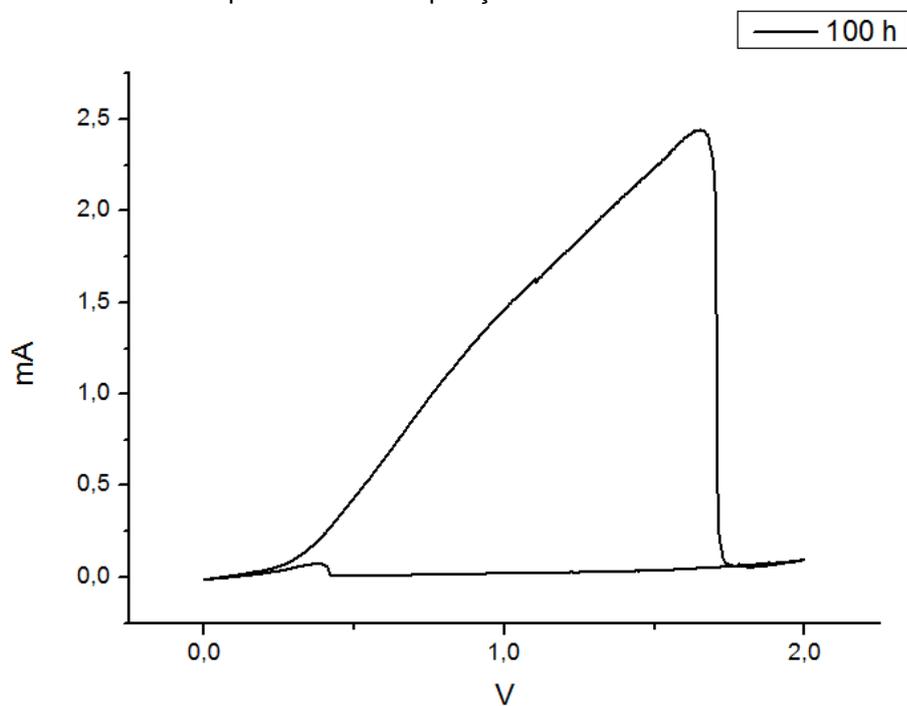
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 26 – Ensaio de DL-EPR para 10 h de exposição ao envelhecimento a 600 °C.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 27 – Ensaio de DL-EPR para 100 h de exposição ao envelhecimento a 600 °C.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Todos os gráficos de DL-EPR apresentaram pequenos picos de polarização reversa, apesar de ser muito sutil isso representa a quebra da camada

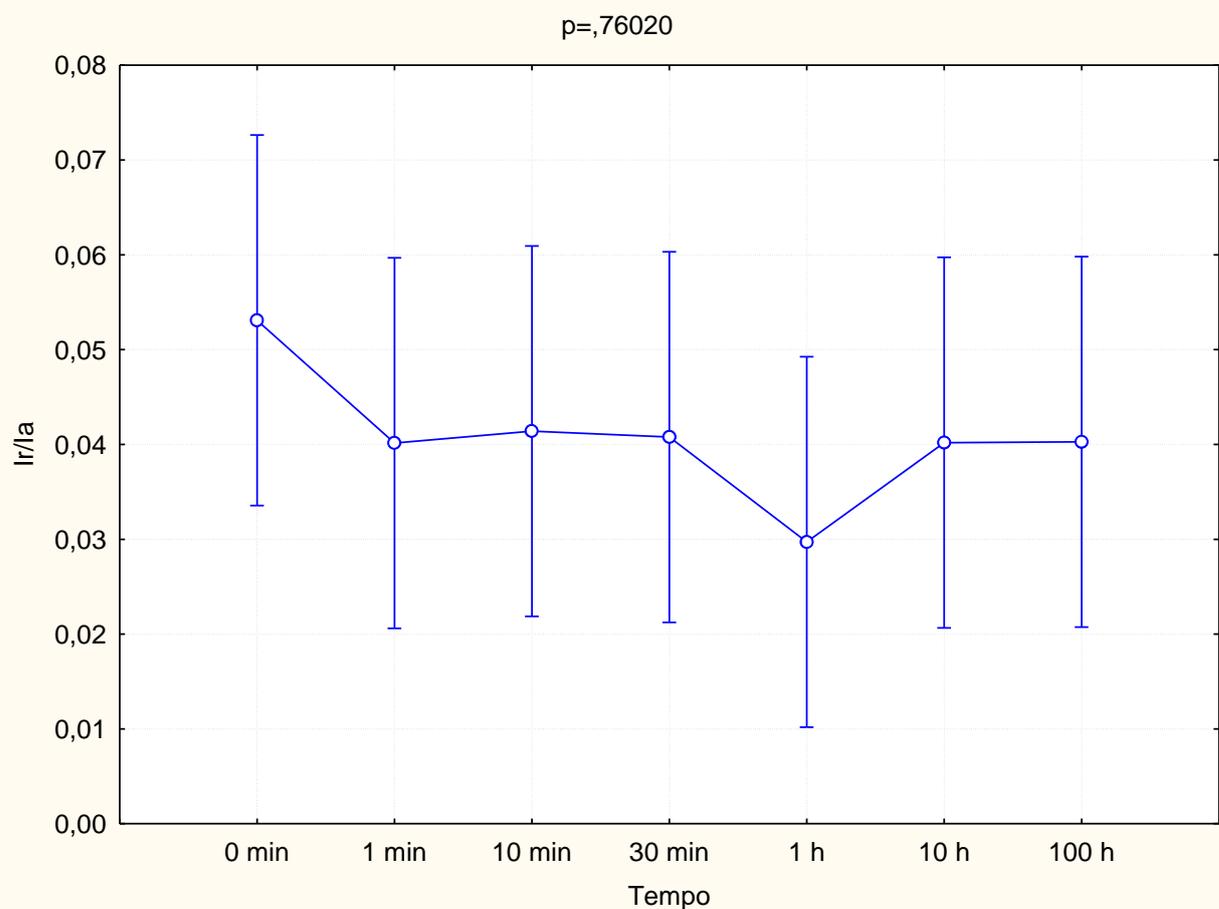
de passivação, ou seja, há uma sensitização da matriz. Aparentemente todas as sete condições estão com o mesmo nível de sensitização. A explicação para esse fenômeno está na solução utilizada no ensaio que apesar da tentativa de adequação da solução ainda continua muito agressiva. Além disso, o percentual de precipitados identificados anteriormente nas imagens de microscopia ótica e de varredura, que possivelmente seja $M_{23}C_6$ (previsto na simulação feita no THERMO-CALC), é percentual uma percentual muito pequena que não gera uma distinção entre os tempos de tratamentos. É plausível afirmar que esses carbonetos $M_{23}C_6$ são realmente de cromo levando em consideração a sensitização apresentada pela matriz.

De acordo com OGWU (1997) apud PORTO (2007) a causa para o fenômeno da sensitização são os carbonetos e nitretos de cromo e nos casos dos ferríticos se torna mais evidentes nas bordas dos contornos de grão, já que o carbono e o nitrogênio possuem baixa solubilidade na fase ferrítica, o que reforça ainda mais a suposição de que os precipitados identificados nas FIGURAS 17 e 18 são carbonetos nucleando nos contornos de grãos.

A passivação do material foi muito lenta, mesmo estando submetido à solução mais branda de 0,25 M de H_2SO_4 , sendo necessária uma amplitude de varredura de 0 a 2 V para garanti-la. A solução ainda é forte.

A seguir temos a FIGURA 28 que faz um comparativo da razão entre pico polarização reversa e o pico de polarização anódica nas sete condições de tempo.

Figura 28 – Gráfico comparativo das razões I_r/I_a para as sete condições de tempo de exposição ao envelhecimento de 600 °C.



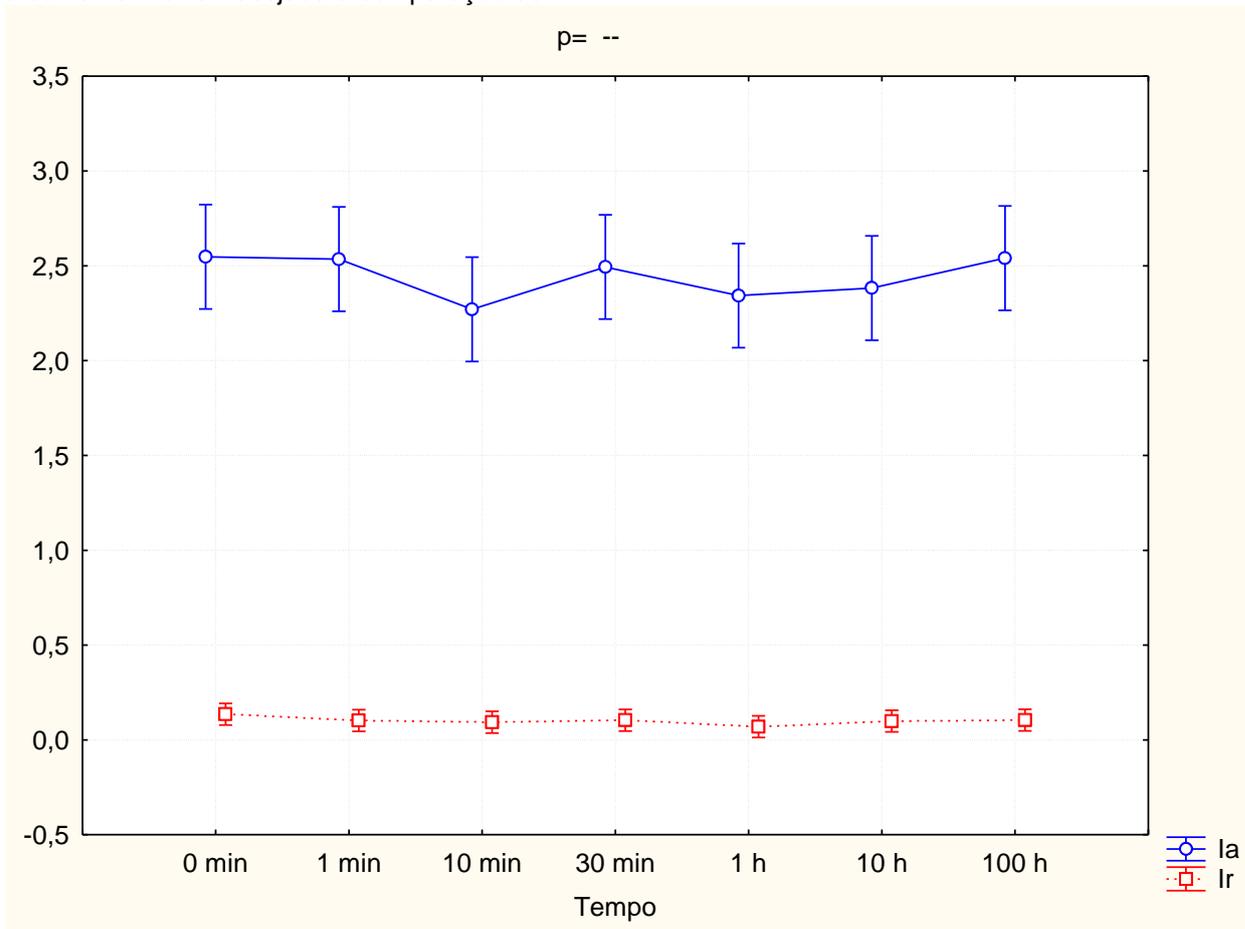
Fonte: Elaborada pelo autor.

O ensaio não foi capaz de distinguir o nível de sensitização, calculado pela razão I_r/I_a , para as diferentes condições de tempo de exposição à temperatura, isso porque o percentual de carbono e nitrogênio presente no 410S é muito pequeno para formar diferentes graus de sensitização mesmo para longos tempos de exposição como foi o caso deste trabalho, ou seja, o aumento da precipitação de carbonetos e nitretos de cromo não são relevantes o suficiente para gerar uma tendência no gráfico comparativo de I_r/I_a .

Vasconcelos (2011) realizando ensaios de DL-EPR no AISI 410S também não conseguiu gerar uma distinção nos resultados de I_r/I_a , mesmo para condições tão distintas como era o seu caso que analisava diferentes zonas de soldagem.

A FIGURA 29 ilustra duas curvas, uma comparando os picos de polarização anódica e a outra os picos de polarização reversa, ambas para as sete condições de tempo.

Figura 29 – Efeito do tempo de exposição no i_a e no i_r . A curva azul representa a comparação de i_a e a curva vermelha tracejada a comparação de i_r .



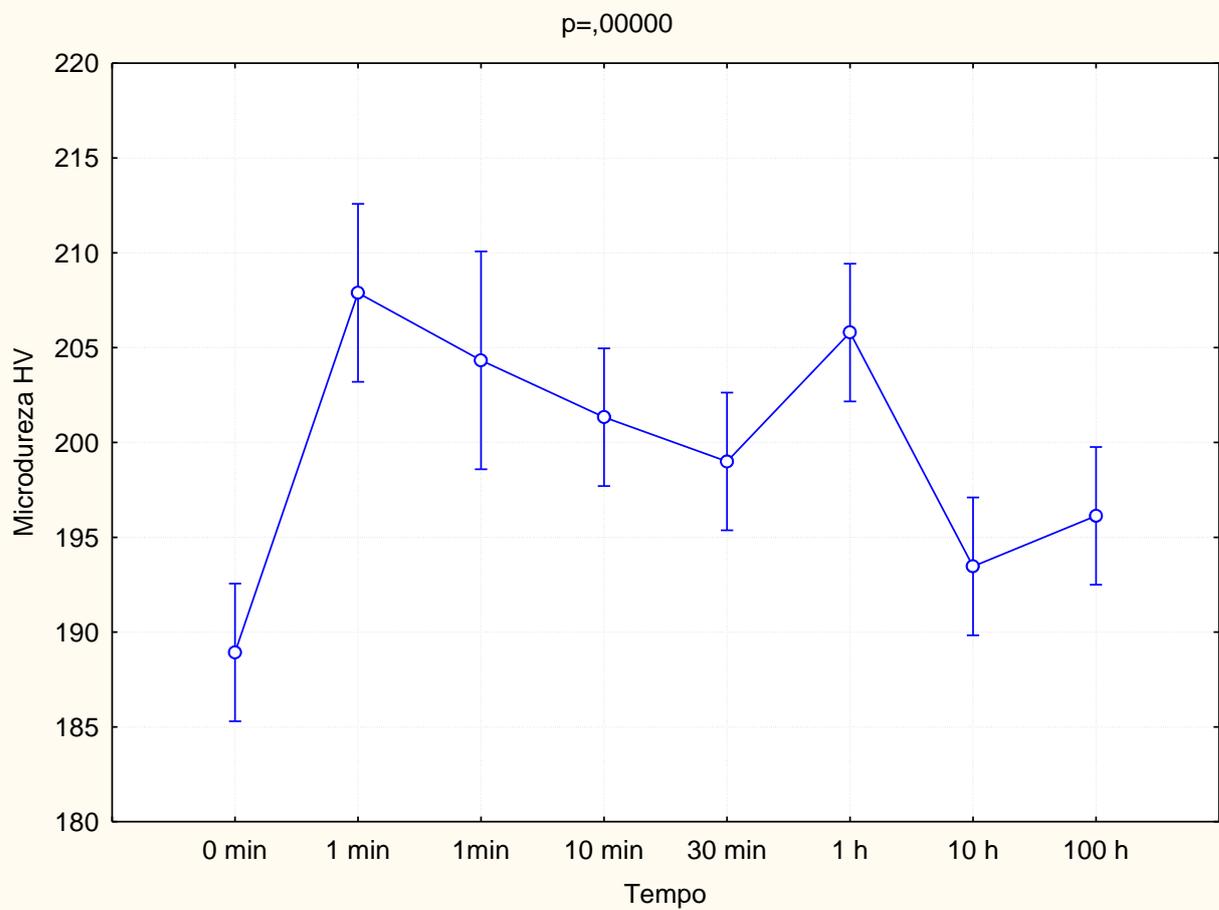
Fonte: Elaborada pelo autor.

Não houve diferença significativa na variação dos picos de polarização anódica e reverso, apesar da intenção de tentar analisar uma alteração relevante no i_a , esse resultado era previsto já que também não foi possível distinguir as variações na razão i_a/i_r . O pico de polarização reversa também se comportou do mesmo modo que o i_a .

4.5 Ensaio de Microdureza

Na FIGURA 30 foi realizado um comparativo do efeito do tempo de exposição ao tratamento de envelhecimento na microdureza.

Figura 30 – Comparativa da microdureza HV no AISI 410S para as sete condições de tempo de envelhecimento a 600 °C.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Houve um acréscimo na microdureza HV em condições normais em relação para as demais condições, isso se deve ao mesmo acréscimo observado na formação de precipitados.

Pouca alteração pode ser observada com relação à microdureza HV nas condições entre 1 min e 1 hora. Já para os tempos mais longos de exposição ao envelhecimento foi possível notar uma sutil redução na magnitude da microdureza HV, mas ainda assim apresentaram valores maiores que para as condições normais, possivelmente provocadas pela maior dispersão dos precipitados de cromo, tornando a matriz mais homogênea.

5 CONCLUSÃO

Com base nos resultados experimentais e de simulação obtidas para o presente trabalho foi possível concluir que:

O AISI 410S possivelmente precipitou carbonetos $M_{23}C_6$ de cromo variando de 0,2-1,8%, sendo mais acentuada em tempo de tratamento acima das 10 horas. Nitretos de titânio e cromo também foram identificados.

Não foi identificada a presença de fase sigma (σ) no AISI 410S. O que foi indicada pela simulação realizada no *software* THERMO-CALC e comprovada pelas micrografias de MEV no modo BSE.

O material sofreu uma leve sensitização, segundo os resultados obtidos dos ensaios de EPR-DL.

A passivação do 410S foi muito lenta, sendo necessários em média 1,8 V de amplitude de varredura para que houvesse a passivação quando submetido à solução de 0,25M de H_2SO_4 + 0,01M de KSCN. Lembrando que a solução forte dificulta a passivação.

Houve um sutil aumento na microdureza. Para tratamentos de maior exposição houve pequena queda na microdureza em comparação com os tratamentos de menor duração, provavelmente provocada pela maior homogeneidade da dispersão dos precipitados ao longo da matriz, mas ainda assim foram maiores que o apresentado na amostra em condições normais.

6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Realizar novas condições de tempo variando de 10 h a 100 h e tentar observar uma tendência na formação dos precipitados.
- b) Adequar à solução utilizada no ensaio de DL-EPR para uma maior distinção dos resultados.
- c) Fazer um comparativo para diferentes temperaturas de envelhecimento.
- d) Realizar técnicas de EDS e EBSD para identificar com precisão os precipitados encontrados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASM. Stainless Steel. American Society for Metal International, IO, United States, 1986.

BEDDOES, J.; PARR J.G. Introduction to Stainless Steels. ASM International, p. 102-113, 1999.

BELL, T.; AKAMATSU, K.; Stainless Steel 2000 – Thermochemical Surface Engineering of Stainless Steel, The Institute of Materials, UK, 2001.

BELL, T.; SUN, Y.; Low-temperature plasma nitriding and carburising of austenitic stainless steels, Heat Treatment of Metals, v. 29, p. 57-64, 2002.

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, Sir R. Steels Microstructure and Properties, 3^o ed., Published by Elsevier Ltd., 2006.

BLACKBURN, M. J.; NUTTING, J.; Metallography of a iron -21% chromium alloy subjected to 475 °C embrittlement, Journal of The Iron Steel Institute, v. 202, p. 610-613, 1964.

BOTTON, T. Estudo comparativo da Resistencia à corrosão em meio ácido e em meio contendo cloreto dos aços inoxidáveis UNS S30403 e UNS S31603, obtidos por laminação a quente. Dissertação de Mestrado – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

CASTELETTI, L.C.; FERNANDES, F. A. P.; LOMBARDI-NETO, A.; PICON, C. A.; TREMILIOSI-FILHO, G. Caracterização de camadas nitrocementadas por plasma produzidas no aço inoxidável austenítico AISI 316L. Revista Escola de Minas, v. 63, p. 143-146, 2010.

CORTIE, M. B.; POLLAK, H. Embrittlement and Aging at 475 °C in an Experimental Stainless Steel Containing 38 wt% Chromium. Materials Science and Engineering, v 199, p. 153-163, 1995.

ČIHAL, V.; ŠTEFEC, R. On the development of the electrochemical potentiokinetic method. Electrochimica Acta, v. 46, p. 3867–3877, 2001.

CZERWIEC, T.; RENEVIER, N.; MICHEL, H.; Low-temperature plasma-assisted nitriding. Surface and Coatings Technology, v. 131, p. 267-277, 2000.

DAVIS, J. R., Metals Handbook Desk Edition, 2^o ed., p. 854-855, Editorial Advisory Board, 1998.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO G. “Microscopia eletrônica de varredura aplicações e preparação de amostras”, EDIPUCRS, Porto Alegre – RS, 2007.

DEMO, J. J. Handbook os Stainless Steels. McGraw-Hill Company, Chap. 5, p. 1-37, 1977.

FILHO, D. F.; FERRARESI, V. A. Soldabilidade do aço inoxidável ferrítico. 16° POSMEC. FEMEC/UFU, Minas Gerais – Uberlândia, 2006.

FISHER, R. M. et al. Identification of the precipitate accompanying 885 °C embrittlement in chromium steels. Transaction AIME, v. 197, p. 690-695, 1953.

GORDON, W.; BENNEKOM A. Review of stabilization of ferritic stainless steels. Materials Science and Technology, v. 12, p. 126-131, 1996.

GROBNER, P. J. The 885 °F (475 °C) embrittlement of ferritic stainless steels. Metallurgical Transactions, v. 4, p. 251-260, 1973.

HSU, C-H.; LIN C-H. Effects of R-ratio on high-temperature fatigue crack growth behavior of a precipitation-hardening stainless steel. International Journal of Fatigue, v. 30, p. 2147–2155, 2008.

ISSF. 2007. “A solução Ferrítica – Guia essencial para o aço inoxidável ferrítico”. International Stainless Steel Forum (ISSF), disponível em <http://www.nucleinox.org.br>; acessado em 10/02/2011.

KIM, J. K.; KIM Y. H.; UHM S. H.; LEE J. S.; KIM K. Y. Intergranular corrosion of Ti-stabilized 11 wt% Cr ferritic stainless steel for automotive exhaust systems, Corrosion Science, v. 51, p. 2716–2723, 2009.

KOBAYASHI, D. Y.; WOLYNEC, S. Evaluation of the low corrosion resistant formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels. Materials Research, v. 2, n. 4, p. 239-247, 1999.

KURT, B.; ORHAN, N.; SOMUNKIRAN, I.; KAYA, M. The effect of austenitic interface layer on microstructure of AISI 420 martensitic stainless steel joined by keyhole PTA welding process. Materials and Design, v. 30, p. 661-664, 2009.

LAGNEBORG, R. Metallography of the 475 °C embrittlement in an iron – 30% chromium alloys Transaction. ASM, v. 60, p. 67-78, 1967.

LARISCH, B.; BRUSKY, U.; SPIES, H-J. Plasma nitriding of stainless steels at low temperatures. Surface and Coatings Technology, v. 116-119, p. 205-211. 1999.

LI, C.X.; BELL, T. Corrosion properties of plasma nitride AISI 410 martensitic stainless steel in 3.5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions. Corrosion Science, v. 48, p. 2036–2049, 2006.

LIANG, W.; BIN, X.; ZHIWEI, Y.; YAQIN, S. The wear and corrosion properties of stainless steel nitrided by low-pressure plasma-arc source ion nitriding at low temperatures. Surface and Coatings Technology, v. 130, p. 304-308, 2000.

LIPPOLD, C. J.; DAMIAN, K. J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. Canada, John Wiley & Sons, Inc., Hoboken. 2005.

LUZ, T. S.; FARIAS, J. P.; LIMA NETO, P. Aplicação da Técnica REPC na Identificação de Sensitização na Soldagem dos Aços Inoxidáveis Austeníticos. Anais do II Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Uberlândia-MG, 2003.

MENTHE, E. et al. Structure and properties of plasma nitride stainless steel. Surface and Coatings Technology, v.74-75, p.412-416, 2000.

NOSEI, L. et al. Stability under temperature of expanded austenite developed on stainless steel AISI 316L by ion nitriding. Thin Solid Films, v.468, p. 134-141, 2004.

MIRANDA, M. Aspectos metalúrgicos e de corrosão do aço inoxidável super duplex UNS S32750 solubilizado. Monografia de graduação – Departamento de engenharia metalúrgica e de materiais, Escola engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro – RJ.

OGWU, A. A.; DAVIES, T. J. Improving the Sensitization Resistance of Ferritic Stainless Steels. Scripta Materialia, V. 37, N 3, p. 259-263, 1997.

POHL, M. et al. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel Materials Characterization, v. 58, p. 65–71, 2007.

PORTO, P. C. R. Análise de tubos de aço inoxidável ferrítico ASTM A 268 GR 446 submetidos a temperaturas elevadas e ambiente com gás sulfídrico. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2007.

RIVIÈRE, J. P. et al. Microstructure of expanded austenite in ionnitrided AISI 316L single crystals. Surface and Coatings Technology, v. 201, p. 8210-8214, 2007.

ROLINSKI, E. Effect of plasma nitriding temperature on surface properties of austenitic stainless steel, Surface Engineering, v. 3, p. 35–40, 1987.

SANDMEYER STEEL COMPANY, Specification Sheet: Alloy 410S, Disponível em <http://www.sandmeyersteel.com/images/Alloy-410S-Spec-Sheet.pdf>, acessado em 23/01/2013.

SILVA, C.C. et al. Estudo da Sensitização causada pelo ciclo térmico de soldagem no aço inoxidável superferrítico AISI 444. 3º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, 2005.

SILVA, C. C. Avaliação da microestrutura e resistência à corrosão em petróleo cru de juntas soldadas de aços inoxidáveis. Monografia. Fortaleza, Universidade Federal do Ceará. 2004.

SILVA, C. C.; SILVA, F. D. A.; MOTTA, M. F. da; MIRANDA, H. C. de; FARIAS, J. P. Precipitação em aço inoxidável 12% Cr após rápido envelhecimento à 600°C. In: 18º Congresso brasileiro de engenharia e ciência dos materiais - CBECIMAT, 2008, porto de galinhas. anais do 18º congresso brasileiro de engenharia e ciência dos materiais - CBECIMAT, 2008.

SOUZA, J.A. Avaliação da fragilização a 400 e 475 °C do aço inoxidável ferrítico AISI 444 utilizado em torres de destilação de petróleo. Dissertação de Mestrado –

Departamento de Engenharia Mecânica e Produção, Universidade Federal do Ceará, 2004.

STAINLESS STEEL. Preface by L. Colombier, J. Hochmann; scientific editor P. Lacombe B. Baroux, G. Beranger Les Editions de Physique Les Ulis, p. 25-35, p. 507-547, p. 551-501, 1993.

TABAN, E.; DELEU, E.; DHOOGHE, A.; KALUC, E. Evaluation of Dissimilar Welds between Ferritic Stainless Steel Modified 12% Cr and Carbon Steel S355 Welding Journal, v. 88, p. 291-s, 2008.

TSCHIPSCHIN, A. P.; PINEDO, C. E. Estrutura e propriedades do aço inoxidável austenítico AISI 316L Grau ASTM F138 nitretado sob plasma à baixa temperatura. Revista Escola de Minas, v. 63, p. 137-141, 2010.

USTINOVSHIKOV, Y.; PUSHKAREV, B.; Morphology of Fe-Cr Alloys. Materials Science and Engineering, v. 241, p. 159-168, 1998.

VASCONCELOS, P. M. A. Soldagem autógena do aço inoxidável ferrítico AISI 410S. Monografia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza – CE, 2011.

VENKATESAN, K.; SUBRAMANIAN, C.; GREEN, L.K.; STRAFFORD, K. N. Influence of chromium content on corrosion of plasma-nitrided steels. Corrosion, v. 53, p. 507-515, 1997.

WELDING HANDBOOK, "American Welding Society", v. 4, 7ª ed., USA, 1991.

WILLIAMS, R. O.; PAXTON, H. W. The nature of aging of binary iron chromium alloys around 500 °C, Journal of The Iron Steel Institute, v. 185, p. 358-374, 1957.

XI, Y.T.; LIU, D. X.; HAN, D. Improvement of corrosion and wear resistances of AÇO AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature, Surface & Coatings Technology, v. 202, p. 2577-2583, 2008.

XI, Y.T.; LIU, D.X.; HAN, D. Improvement of mechanical properties of Martensitic stainless steel by plasma Nitriding at low temperature, Acta Metall. Sin.(Engl. Lett.), v. 21, n.1, p. 21-29, 2008.

XU, X.L., YU, Z.W., Metallurgical analysis on a bending failed pump-shaft made of 17-7PH precipitation-hardening stainless steel. Journal of materials processing technology, vol. 198, p. 254–259, 2008.

ZAPFFE, C.A., "Fractographic pattern for 475 °C embrittlement in stainless steel", Transaction AIME, v 191, p. 247-248, 1951.

ZHU, X. et al., "Structure and properties of plasma nitrided austenitic stainless steel" In: 20th ASM Heat Treating Society Conference Proceedings, 9-12 October, p.217-221, 2000.