

## ANÁLISE DE MICROESTRUTURAL, DE RESISTÊNCIA À CORROSÃO E DE MICRODUREZA DO AÇO ASTM 890 GRAU 3A EM DIFERENTES TEMPOS DE SOLUBILIZAÇÃO\*

Francisco Carlos Gomes da Silva Junior<sup>1</sup>  
Matheus Souza Rodrigues<sup>2</sup>  
Stephany Aparecida Santos da Mata<sup>3</sup>  
Janaina Goncalves Maria Da Silva Machado<sup>4</sup>  
Walney Silva Araújo<sup>5</sup>

### Resumo

O aço inoxidável duplex (AID) ASTM 890 de grau 3A tem grande utilização na indústria de tubulações de petróleo no Brasil e no mundo. O estudo da variação do tempo necessário para solubilizar um material é importante, pois, diminuindo esse tempo, pode ser reduzido gastos com forno. O objetivo desse trabalho é comparar diferentes resultados para três tempos distintos de solubilização do aço inoxidável duplex fundido ASTM 890 de grau 3A. A literatura indica que a solubilização desse aço deve ocorrer na temperatura de 1120°C, no período de 4 horas. Entretanto, não existem trabalhos que mostrem a influência da diminuição do tempo do tratamento térmico na resistência à corrosão desse material. A fim de analisar isso, foram feitos três tratamentos térmicos a 1120°C, em tempos 30 minutos, 2 horas e 4 horas. O grau 3A tem como característica, por exemplo, não conter cobre em sua composição, ter 1%p Mn e ter também 25%p Cr. Para tal estudo foi feita uma análise microestrutural em microscópio ótico para observar diferenças nas fases do material. Em seguida, foi usado ensaios eletroquímicos de monitoramento de potencial de circuito aberto, espectroscopia de impedância e polarização potenciodinâmica anódica, utilizando um eletrólito de NaCl 1M, para ver o desempenho contra a corrosão nessa liga. Também foi feita uma avaliação mecânica do aço sendo exposto a testes de microdureza. Por fim, foi obtido, com esses resultados, pouca mudança significativa no comportamento do material após diferentes tempos.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável; Resistência à corrosão; Solubilização; Ensaios Eletrolíticos.

### MICROSTRUCTURE, CORROSION RESISTANCE AND MICROHARDNESS ANALYSIS OF ASTM 890 GRADE 3A IN DIFFERENT SOLUBILITY TIMES

#### Abstract

ASTM 890 grade 3 stainless steel duplex (AID) has great use in the oil tube industry in Brazil and worldwide. The material of the time variation necessary to solubilize a material is important, therefore, by decreasing this time, it can become spent with an furnace. The objective of this paper is the comparison of results for the different solubilization times of ASTM 890 grade 3A molten duplex stainless steel. A literature indicates that a solubilization a year must have the temperature of 1120 ° C, in the period of 4 hours. However, there are no results that show the influence of time intensity on the corrosion resistance of this material. In order to analyze it, 3 thermal intervals were made at 1120 ° C, in times 30 minutes, 2 hours and 4 hours. Grade 3A is characteristic, for example, it does not cover its composition, for example 1% w M and also 25% w Cr. The study was made a microstructural analysis under optical microscope to observe the differences in the phases of the material. Then, electrochemical tests of open circuit potential, impedance spectroscopy and anodic polarization, using a 1M NaCl electrolytic system, were used to verify the corrosion in the alloy. The test was made a review of the steel being exposed to tests of microhardness. Finally, the results were obtained with which expectations do not evolve.

**Keywords:** Stainless steel; Corrosion resistance; Solubilization; Electrochemical tests.

<sup>1</sup> Graduando, Eng. Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>2</sup> Graduando em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFC, Fortaleza, Ceará, Brasil.

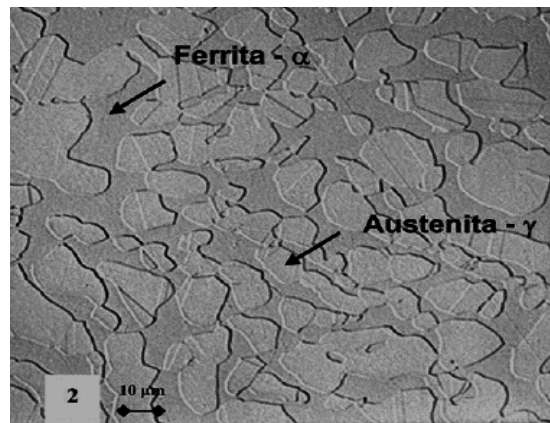
<sup>3</sup> Engenheira Metalurgista, Dr. -Ing, Professor, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFC, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>4</sup> Eng. Metalurgista, Dr.-Ing, Prof., Dep. Eng. Metalúrgica e de Materiais, UFC, Fortaleza, Ceará, Brasil

## 1 INTRODUÇÃO

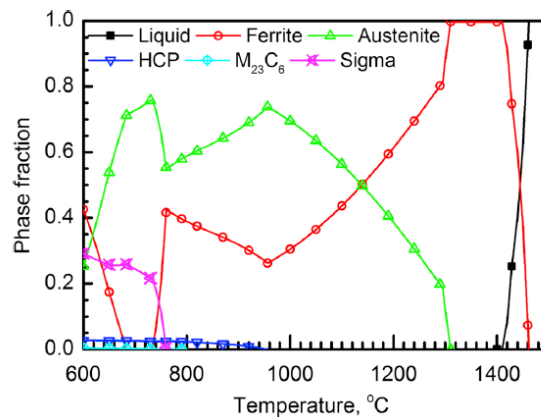
Um aço inoxidável duplex (AID) apresenta o nome “duplex” por apresentar, em sua matriz, duas grandes fases, a austenita e a ferrita (Figura 1) [1], que gera um aço tanto resistente à corrosão (principalmente pelo teor de Cromo), como dúctil e tenaz [2]. É importante que antes da utilização de um aço, este seja solubilizado. Solubilizar um aço é aquecê-lo a determinada temperatura para uma homogeneização na microestrutura, isto é, dissolvendo os precipitados que surgem durante o processo de fabricação, permanecendo somente as fases matrizes (principais) de sua estrutura [3]. No caso do AID ASTM 890 grau 3A, sua solubilização ocorre a 1120°C em 4 horas como indicado pela literatura (Figura 2).

**Figura 01:** Microestrutura por Microscópio óptico do aço ASTM 890 grau 3ª



Fonte: MIDORE, S.H, 2011 [4]

**Figura 02:** Variação das fases do AID ASTM 890 grau 3A com a temperatura



Fonte: HAA, Heon-Young, 2011 [5]

Nesse trabalho, o AID ASTM 890 de grau 3A foi submetido a tratamentos térmicos em diferentes tempos solubilização, pois, na literatura é constatado que o tempo necessário para dissolver precipitados do material seria 4 horas. Tendo isso em vista, buscou-se analisar menores tempos para esse procedimento.

Para essa análise, amostras do aço ASTM 890 grau 3A foram submetidas a tratamentos de 4 horas, de 2 horas e de 30 minutos por meio de diversos ensaios. O

objetivo é avaliar se o tempo de solubilização desse aço pode ser reduzido e ainda obter boas propriedades anticorrosivas e resistência mecânica.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 Materiais e métodos

O aço utilizado foi o aço inoxidável duplex ASTM 890 de grau 3A [3], apresentando a composição conforme a Tabela 01.

**Tabela 01:** Composição química de referência do AID

AID ASTM 890			
Grau		3A	
Tipo		25Cr-5Ni-Mo-N	
Composição			
Carbono, Max	0,06	Cromo	24,0 - 27,0
Manganês, Max	1,00	Níquel	4,0 - 6,0
Silício, Max	1,00	Cobre	0,00
Enxofre, Max	0,04	Molibidênio	1,75 - 2,5
Fosforo, Max	0,04	Nitrogênio	0,15 - 0,25

Fonte: ASTM A890/ A890M 2007

Primeiramente, foi realizado um corte por meio da máquina *cut-off* na amostra do aço, de modo que a área resultante foi de aproximadamente 2cm<sup>2</sup>. As amostras foram divididas e realizados os tratamentos térmicos, conforme Tabela 02.

**Tabela 02:** Divisão de amostras feitas.

Tempo de tratamento a 1120°C	30 minutos	2 horas	4 horas
Quantidade	4 amostras	4 amostras	4 amostras

Fonte: Próprio autor

Em seguida, as amostras foram embutidas em resina a frio e lixadas com lixas de 80, 120, 220, 320, 400 e 600 grãos por unidade de área e depois polidas com pasta de diamante de 1µm e 2µm de granulometria para realizar processos de revelação microestrutural. No entanto, para tal revelação foi feito um ataque químico por uma solução Behara a qual consegue corroer a fase Ferrita e mostrar o contraste das duas fases dos microscópios. A caracterização micro estrutural foi realizada por meio de microscopia ótica e por ensaio de difração de raio X (DRX) [6] usando um ânodo de cobalto (Co), varrendo o 2θ de 45° a 125° por uma velocidade de 0,02°/s por uma difratômetro *Xpert-Pro*.

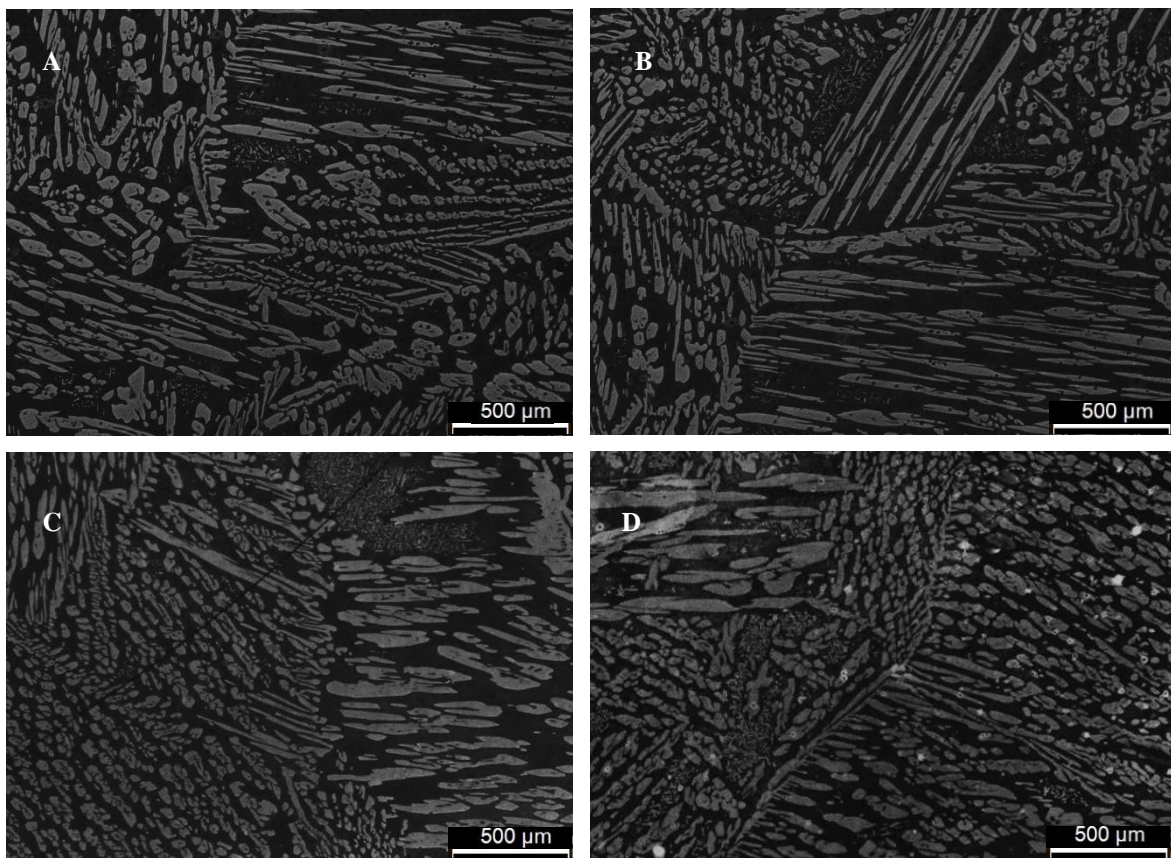
Para investigar a resistência à corrosão dos corpos-de-prova, foram feitos ensaios eletroquímicos de monitoramento de potencial de circuito aberto, espectroscopia de impedância eletroquímica, polarização pontenciodinâmica anódica [7], utilizando como eletrólito uma solução de NaCl 1M. Os ensaios foram realizados em uma célula eletroquímica convencional de três eletrodos: sendo o eletrodo de trabalho, o aço investigado; o de referência, o eletrodo de Ag/AgCl (prata cloreto de prata), e uma placa de platina.

Por fim, para avaliar a dureza do material, foi feito um ensaio de microdureza vickers [8] ao qual realiza uma prensa em formato de pirâmide no material que consiste em uma endentação estática no material aplicando uma força pelo maquinário.

## 2.2 Resultados e discussão

Na figura 3 são apresentadas as micrografias das amostras estudadas usando um aumento de 50X no microscópio ótico: sem tratamento térmico (A), e com tratamento térmico em 30 minutos (B), 2 horas (C) e 4 horas (D).

**Figura 03:** A – Micrografia em 50X das amostras do AID ASTM 890 grau 3A sem estar solubilizada (A); solubilizada a 1120°C em: 30 min (B); 2 horas (C); 4 horas (D)



Fonte: Próprio autor

A partir das micrografias (Figura 3), foi realizado um tratamento de imagem por meio do programa *ImageJ* para quantificação das fases austenita e ferrita. O resultado encontra-se na Tabela 03.

**Tabela 03:** Quantificação das fases austenita e ferrita antes e depois dos tratamentos térmicos

Amostras	Austenita (%)	Ferrita (%)	Desvio Padrão
Branco	48,499	51,501	1,66
30 minutos	47,785	52,215	0,87
2 horas	49,912	50,088	2,01

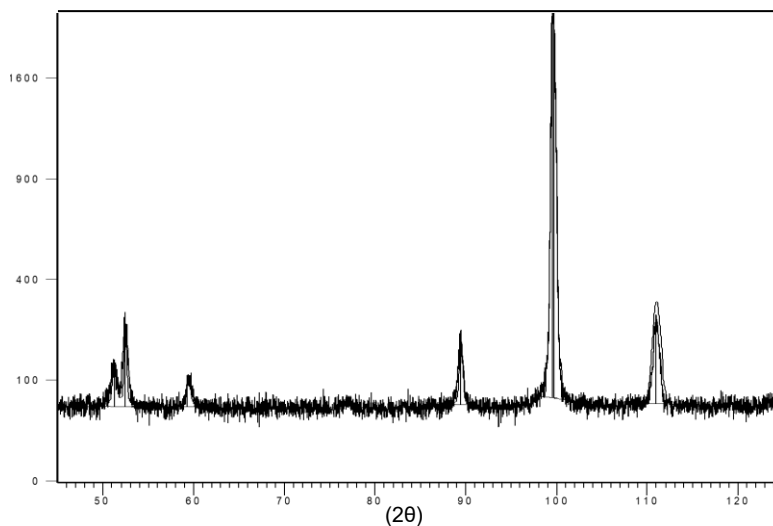
4 horas	48,890	51,110	1,53
---------	--------	--------	------

Fonte: Próprio autor

Pode ser observado na Tabela 3, que mesmo com o aumento do tempo de aquecimento da amostra, não houve uma mudança significativa na quantificação das fases presentes no material. Outro fator a ser citado é que por ter apresentado uma proporção aproximada de 50/50% das fases austenita e ferrita, comprova-se que o aço trabalhado é um duplex. O desvio padrão mostrado se dá pois, para cada amostra foram realizadas diversas micrografias, portanto este valor de porcentagem é a média.

Em seguida, foi realizada uma caracterização por difração de raio X (DRX) na amostra retirada do aço inoxidável duplex ASTM 890 de grau 3A e foi observado os seguintes picos de difração (Figura 04) e foi montada a Tabela 04:

**Figura 04:** Picos gerados pelo difratômetro de raio X para o aço ASTM 890 de grau 3A no qual o eixo x é o  $2\theta$  e o eixo y é a intensidade do pico.



Fonte: Próprio autor

**Tabela 04:** Relação da posição do pico com sua intensidade e o espaçamento interplanar do plano ao qual este foi gerado

Posição ( $2\theta$ )	Intensidade (cts)	Espaçamento-d (Å)
51,2454	77,05	2,06999
52,4253	191,06	2,02659
59,3358	44,23	1,80849
89,3803	162,17	1,27284
99,5002	2194,49	1,17199
110,9319	192,51	1,08584

Fonte: Próprio autor

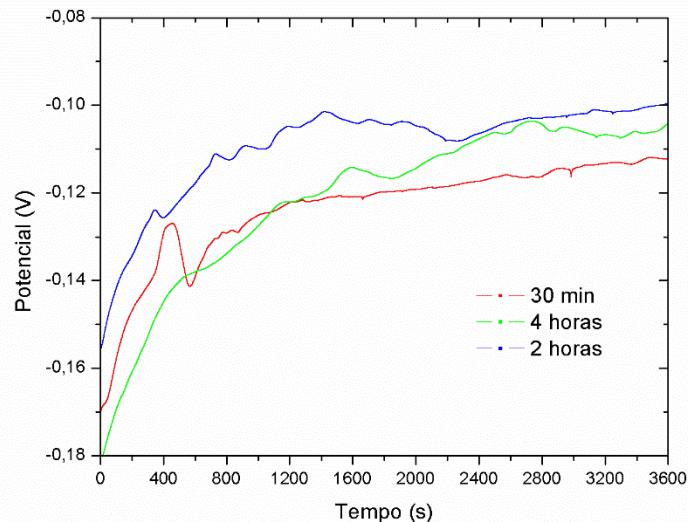
Para analisar espaçamentos interplanares observados foi usada a Fórmula 01 que relaciona a distância interplanar (d) com o parâmetro de rede (a) do material e os índices de Miller do plano observado [9]:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (1)$$

Com isso, usou-se o parâmetro de rede da austenita e da ferrita e foi notado que tais picos são relativos às duas fases, que estão presentes na estrutura do aço ASTM 890 de grau 3A.

Na figura 05 é mostrado o monitoramento do potencial de circuito aberto com o tempo das amostras estudadas. Foi verificada uma estabilização do potencial por volta de 1 hora de imersão, sendo a amostra com 30 minutos apresentou potencial mais negativo, indicando uma superfície eletroquimicamente mais ativa.

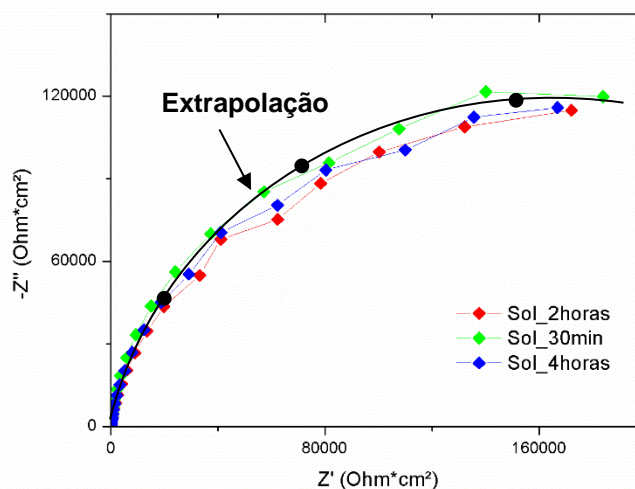
**Figura 05:** Curvas de OCP para o aço duplex 3A em diferentes tempos de tratamento térmico a 1120°C.



Fonte: Próprio autor

Os resultados de impedância eletroquímica são apresentados na Figura 5. Na Tabela 05, são mostradas as resistências obtidas a partir da extrapolação dos diagramas.

**Figura 06:** Curvas de Impedância para o aço duplex 3A em diferentes tempos de tratamento térmico a 475°C.



Fonte: Próprio autor

Com este ensaio, foi observado que não houve diferença qualitativa dos gráficos de impedância, ou seja, todos os gráficos apresentaram somente um arco

capacitivo. No gráfico (Figura 6) está sendo mostrado a extrapolação do arco capacitivo, onde são obtidas as resistências a polarização de cada amostra (Tabela 5). Esse resultado indicou que a amostra com 2 horas apresentou maior resistência à corrosão.

**Tabela 05:** Resistências geradas pela curva de estrapolação

Tempos de solubilização	Resistências
4 horas	490,3K $\Omega$ *cm <sup>2</sup>
2 horas	520,8K $\Omega$ *cm <sup>2</sup>
30 minutos	477,1K $\Omega$ *cm <sup>2</sup>

Fonte: Próprio autor

Por fim, na Tabela 06, é observado os resultados da média, calculado a partir de 5 pontos por amostra, dos valores do ensaio de microdureza para o aço inoxidável duplex ASTM 890 grau 3A.

**Tabela 06:** Resultados de ensaio de microdureza Vickers e a conversão para Rockwell C no aço ASTM 890 grau 3A

Ensaio de Microdureza			
Tempos	HRC	HV	Desvio Padrão
30 minutos	23,0	254	2,03
2 horas	22,3	250	2,56
4 horas	22,1	249	2,97

Fonte: Próprio autor

Esse ensaio mostrou que mesmo com modificações no tempo de solubilização do material estudado, não houve mudanças significativas na microdureza do aço. O desvio padrão mostrado na Tabela 06 se dá pois o maquinário realiza 5 aplicações da força. O resultado mostrado é a média destas e há um desvio padrão.

### 3 CONCLUSÕES

Foi observado com as fotos do microscópio ótico que o aço analisado nessa solubilização apresentava uma divisão igualitária de quantidade de fases, se aproximando de 50/50% por unidade de área, algo esperado para aço estudado, por ser um aço duplex.

Os resultados eletroquímicos, monitoramento do potencial de circuito aberto e impedância eletroquímica, mostraram que a amostra com 2 horas de solubilização apresentou maior resistência à corrosão.

A caracterização por difração de raio X também comprovou estar se tratando de um aço duplex por ter apresentado picos de austenita e ferrita.

Os ensaios de microdureza também mostraram resultados bem semelhante nos diferentes tempos de solubilização.

### Agradecimentos

Agradecimentos ao CNPq pelo suporte financeiro e a Empresa Sulzer pelo fornecimento do material.

## REFERÊNCIAS

1. ASTM A890/A890M Standard Specification for Castings, Iron-Chromium-Nickel-Molybdenum Corrosion-Resistant, Duplex (Austenitic/Ferritic) for General Application. 2016.
2. SENATORE, M. *Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L*. Escola de Minas, 2007.
3. RITONI, M. *Efeito do tratamento térmico de solubilização na microestrutura e nas propriedades de impacto do aço inoxidável superaustenítico ASTM A 744 Gr. CN3MN*. Escola de Minas, 2011.
4. FERREIRA, A. C. *Avaliação da resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex fundidos astm a890/a 890m grau 3a e 1b*. 2014, Fortaleza
5. HAA, Heon-Young. *Understanding the Relation Between Pitting Corrosion Resistance and Phase Fraction of S32101 Duplex Stain Less Steel*. Elseiver, 2011.
6. NIKULIN, S. A. *Analysis of the Stress State in Steel Components Using Portable X-Ray Diffraction*. NTF, 2016.
7. WOLYNEC S. *Técnicas eletroquímicas em corrosão*. EDUSP, 2002.
8. Souza, V. C. G. *Efeito dos elementos estranhos (foreign íons) sobre a Microdureza Vickers das fases cristalinas em clínqueres co-processados* Escola de Minas, 2010.
9. CULLITY, B. D. *Elements of X-Ray Diffraction*. PEARSON, Third Edition, 2014