

## ESTUDO COMPARATIVO ENTRE OS EFEITOS DO TRATAMENTO TÉRMICO DE CEMENTAÇÃO E SOLUBILIZAÇÃO NO AÇO AISI 304H INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO\*

Bruno Ribeiro Pinheiro<sup>1</sup>  
Ana Karine Pereira de Almeida  
Marcelo José Gomes da Silva<sup>2</sup>

### Resumo

O objetivo deste trabalho foi o de tratar termicamente, por cementação e solubilização, e caracterizar amostras de aço AISI 304H inoxidável austenítico afim de simular os efeitos do processo térmico de envelhecimento em um ambiente redutor. A peça do presente trabalho foi recebida contendo dimensões de 200 mm x 100 mm x 10 mm, levada ao forno e submetida a uma cementação, por 450 horas, a uma temperatura de 850°C. Uma posterior solubilização foi feita a uma temperatura de 1100°C, por 4 horas, em uma amostra da peça para restaurar as propriedades anticorrosivas e promover uma dissolução dos carbetos formados. Realizou-se uma preparação metalográfica das amostras envelhecidas e solubilizadas para que as características morfológicas da microestrutura fossem avaliadas por quantificação de fases e as propriedades mecânicas por meio de medições de microdureza. A caracterização microestrutural foi efetuada com auxílio microscopia óptica. Em relação a aplicação desses aços, constatou-se uma elevada sensitização na amostra envelhecida devido ao meio que comumente está inserida e um considerável ganho de dureza na amostra solubilizada.

**Palavras-chave:** Tratamento térmico; Envelhecimento; Solubilização; Aço inoxidável austenítico AISI 304H.

## COMPARATIVE STUDY BETWEEN THE EFFECTS OF HEAT TREATMENT OF CEMENTING AND SOLUBILIZATION IN AISI 304H AUSTENITIC STAINLESS STEEL

### Abstract

The objective of this study was treat termally, by cementation and solubilization, and characterize samples of steel AISI 304H austenitic stainless steel in order to simulate of the termal process of aging in a reducing enviroment. The sample that was used for this study was received containing dimensions of 200 mm x 100 mm x 10 mm, taken to the oven and subjected to a cementation for 450 hours at a temperature of 850°C. A posterior solubilization was made at a temperature of 1100°C for 4 hours, to restore the anticorrosive properties and promote a dissolution of the carbide. A metallographic characteristics of the microstructure were evalueted by quantification of phases and mechanical properties by means of optical microscopy. Regarding the aplication of these steel, it was observed a hight sensitization in the aged sample due to the medium that is commonly inserted and a considerable hardness gain in the solubilized sample.

**Keywords:** Heat treatment; Aging; Solubilization; Austenitic stainless steel AISI 304H.

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

<sup>2</sup> Graduanda em Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

<sup>3</sup> Prof Dr de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil..

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos são caracterizados, principalmente, por possuírem uma elevada resistência à corrosão. Esse fato possibilita que, dentre os demais aços da família dos aços inoxidáveis, este seja o mais recomendado para diversas aplicações, tanto no mercado, quanto na indústria, na qual se pode citar a alimentícia, farmacêutica, hospitalar, química, petroquímica, aeroespacial e de óleo e gás. Nesse trabalho, o aço estudado será o AISI 304H, pertencente a família dos aços AISI 304, também conhecida como 18/8 (18% de Cromo e 8% de Níquel), no campo de aplicação para a indústria petroquímica. O material de estudo foi simulado com base em outro material entregue para um projeto de pesquisa do Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem (LPTS). A Petrobrás disponibilizou para a instituição um componente estrutural de uma das suas plataformas, conhecido como Flare. Esse mecanismo foi recebido nas condições de envelhecimento natural, exposto a uma atmosfera redutora devido a queima do excedente de gás natural proveniente dos processos de craqueamento do petróleo.

O trabalho consiste em estudar o processo de envelhecimento do metal base utilizado na fabricação do Flare, por meio da simulação do efeito do envelhecimento do aço AISI 304H através de tratamento térmico de cementação, analisando os efeitos da corrosão intergranular proveniente da precipitação de carbonetos de cromo que reduzem a resistência à corrosão do material.

A fase  $(FeCr)_4C$  presente nesse tipo de aço se dissolve na austenita, quando o material é aquecido até a faixa de temperatura necessária para que ocorra o processo de envelhecimento, e se precipita nos contornos de grãos, promovendo a corrosão intergranular. Diante disso, será feito também um tratamento térmico de solubilização, seguido de um resfriamento rápido, para verificar se a fase precipitada anteriormente tenha sido eliminada ou reduzida na matriz austenítica do material. Serão feitos ensaios de microdureza e caracterização microestrutural para quantificar as fases presentes e como elas afetam algumas propriedades mecânicas do material.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 1.1. Tratamento Térmico de Cementação

A chapa de aço AISI 304H foi recebida com 200mm x 100mm x 10mm de dimensões e foi levada ao forno em um recipiente que continha carvão vegetal peneirado e com uma granulometria bastante fina. O aço foi submetido ao tratamento com uma temperatura em torno de 850°C por 450h com o intuito de intensificar a difusão do carbono na superfície do material, promovendo uma maior interação com os demais elementos presentes no aço, como o Cromo, possibilitando que ocorra a formação de precipitados quando ultrapassasse a temperatura estimada de 400°C perante um aquecimento lento. Um posterior resfriamento foi feito no próprio forno para que houvesse tempo para uma maior precipitação das fases de carbonetos de cromo, caracterizando uma microestrutura típica de um processo de envelhecimento natural. Para isso, o material foi tratado termicamente de acordo com o seguinte gráfico:

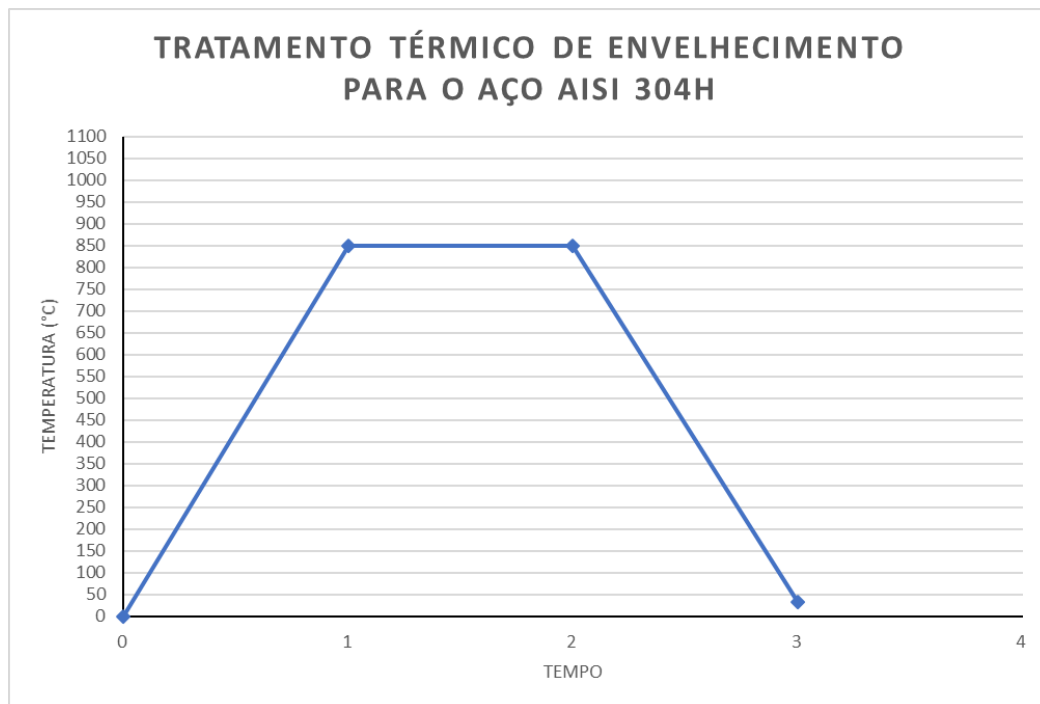


Gráfico 1 - Representação esquemática da curva de aquecimento para o tratamento térmico de envelhecimento. Os tempos em horas  $t_0$ ,  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$  e  $t_4$  representam configurações de aquecimento do forno utilizado.

Foram adotados os seguintes parâmetros para o tratamento térmico acima:

Tabela 1. Condições de temperatura e tempo para o tratamento térmico de envelhecimento

Temperatura	Tempo
Aquecimento até 850°C	450 horas ( $t_1$ a $t_2$ )
Resfriamento à temperatura ambiente	32 horas* ( $t_2$ a $t_3$ )

### 1.2. Tratamento Térmico de Solubilização

Como foi visto anteriormente, o aço 304H a altas temperaturas e em meio redutor sofre o fenômeno chamado de sensitização. Para restaurar suas propriedades anticorrosivas, a peça envelhecida foi submetida a um tratamento térmico de solubilização. Nesse tratamento térmico, a peça foi aquecida em forno por 1 hora e 30 minutos até que atingisse os 1100°C, sendo mantida nesta temperatura por 4 horas. Após o tempo mencionado, a peça foi retirada do forno e resfriada rapidamente em tanque com salmoura, visando assim, evitar que os carbonetos dissolvidos pudessem se formar.

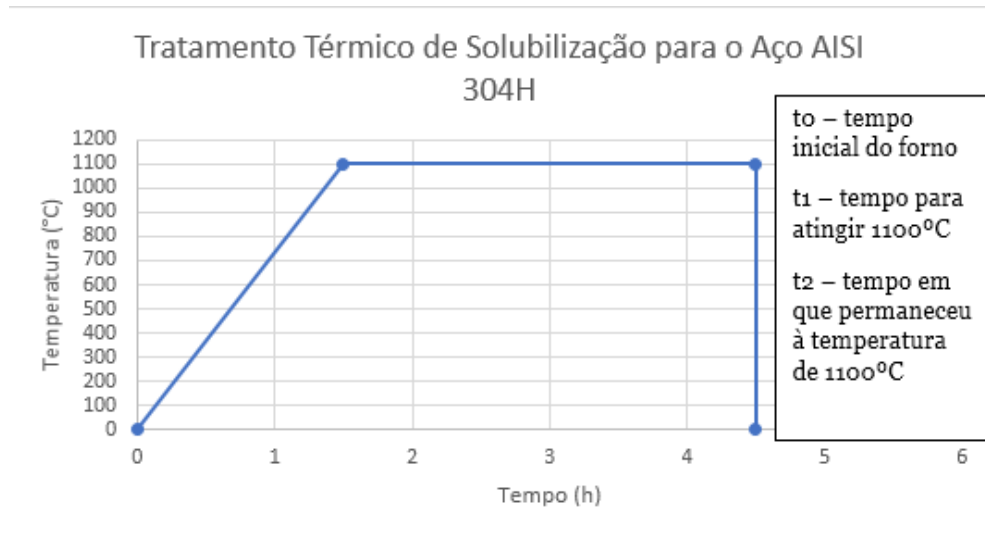


Gráfico 2 - Representação esquemática da curva de aquecimento para o tratamento térmico de envelhecimento. Os tempos em horas  $t_0$ ,  $t_1$ ,  $t_2$ ,  $t_3$  e  $t_4$  representam configurações de aquecimento do forno utilizado.

Para o tratamento térmico de solubilização foram utilizados os seguintes parâmetros:

Tabela 2. Condições de temperatura e tempo para o tratamento térmico de solubilização

Temperatura	Tempo
Aquecimento até 1100°C	1 hora e 30 minutos ( $t_0$ a $t_1$ )
1100°C	4 horas ( $t_1$ a $t_2$ )

### 1.1. Preparação Metalográfica

As amostras foram preparadas para a análise metalográfica com as seguintes etapas:

- 1.1.1. Corte;
- 1.1.2. Lixamento;
- 1.1.3. Polimento;
- 1.1.4. Ataque Eletroquímico.

- 1.1.1 O corte foi realizado para reduzir o tamanho da chapa de aço AISI 304H inoxidável austenítico. As amostras foram seccionadas em formato retangular com dimensões de 20 mm x 10 mm x 10 mm;
- 1.1.2 A amostra foi lixada utilizando politrizes com lixas de granulometria de 80, 120, 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh, removendo os riscos e marcas mais profundas na superfície;
- 1.1.3 Para o polimento, utilizaram-se politrizes e pastas de diamante com 6 $\mu$ m, 3 $\mu$ m, 1 $\mu$ m, além da MiniMET para fazer polimento automático com sílica, possibilitando um melhor acabamento e qualidade na superfície da amostra.
- 1.1.4 Em seguida, as amostras foram submetidas a um ataque eletrolítico com uma solução de 20 mg de ácido oxálico em 180 ml de água destilada. A amostra envelhecida foi atacada utilizando uma corrente em torno de 0.10 A e uma tensão por volta de 2,0 V durante 45s para revelar a microestrutura do

material. Já a amostra que passou por tratamento térmico de solubilização, precisou ser atacada com corrente de 0,35 por 2 minutos e 30 segundos. Aqui, já podemos perceber a primeira grande diferença entre a peça pós envelhecimento e a pós solubilização. Sua resistência à corrosão foi melhorada consideravelmente devido à dissolução de boa parte dos precipitados.

### **1.2 Micrografia**

As microestruturas das amostras foram analisadas por meio do microscópio óptico Zeiss com aumentos de 200x, 500x e 1000x.

### **1.3 Microdureza**

Para análise das propriedades mecânicas, foi realizado um mapa de microdureza para verificar as diferentes durezas ao longo da amostra. A força utilizada na impressão foi de 100gf espaçadas de 300µm.

A região analisada foi da superfície até o centro da peça, visando ver a diferença da dureza entre a superfície, com mais concentração de precipitados, e o centro, com carbonetos mais dispersos.

Também foi realizado um mapa de microdureza na amostra solubilizada para analisar se houve mudança de suas propriedades mecânicas. O ensaio foi feito com os mesmos parâmetros da amostra anterior: força de impressão de 300gf e espaçamentos de 300µm.

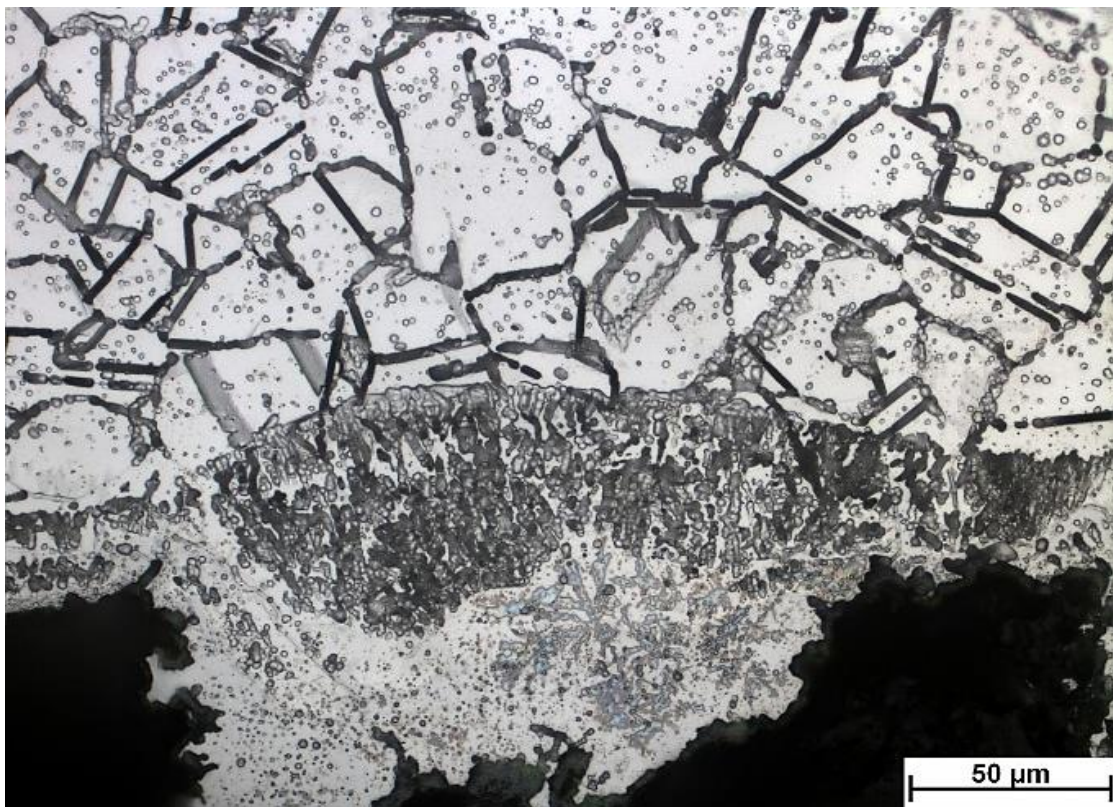
## **2. Resultados e Discussões**

### **2.1. Micrografia**

Nas micrografias do aço após tratamento térmico de cementação por 450h podemos observar maior concentração de carbonetos na superfície e que foram migrando para o interior da peça, por difusão. Além de carbonetos de cromo, podemos observar a presença de ferrita delta e inclusões dispersas ao longo da peça. Com isso, evidenciam-se os efeitos após tratamento térmico de envelhecimento que podem alterar inclusive as propriedades mecânicas do material, dependendo do tipo de ambiente que estiver submetido. Comumente se observa a presença de casos de corrosão sob solicitações mecânicas, visto que muito desses materiais são usados em tubos que estão submetidos a um intenso fluxo de gases redutores que podem tanto desprender carbono quanto submeterem algum tipo de fadiga térmica, ocasionando em fenômenos mais graves na superfície do material, tal como regiões concentradora de tensão. Dessa forma, uma trilha poderia se nuclear e iniciar a sua propagação no interior do material pelos contornos de grão ou através deles, caracterizando assim um tipo de corrosão por fadiga, comprometendo a estrutura ao se propagar de maneira intergranular ou transgranular.

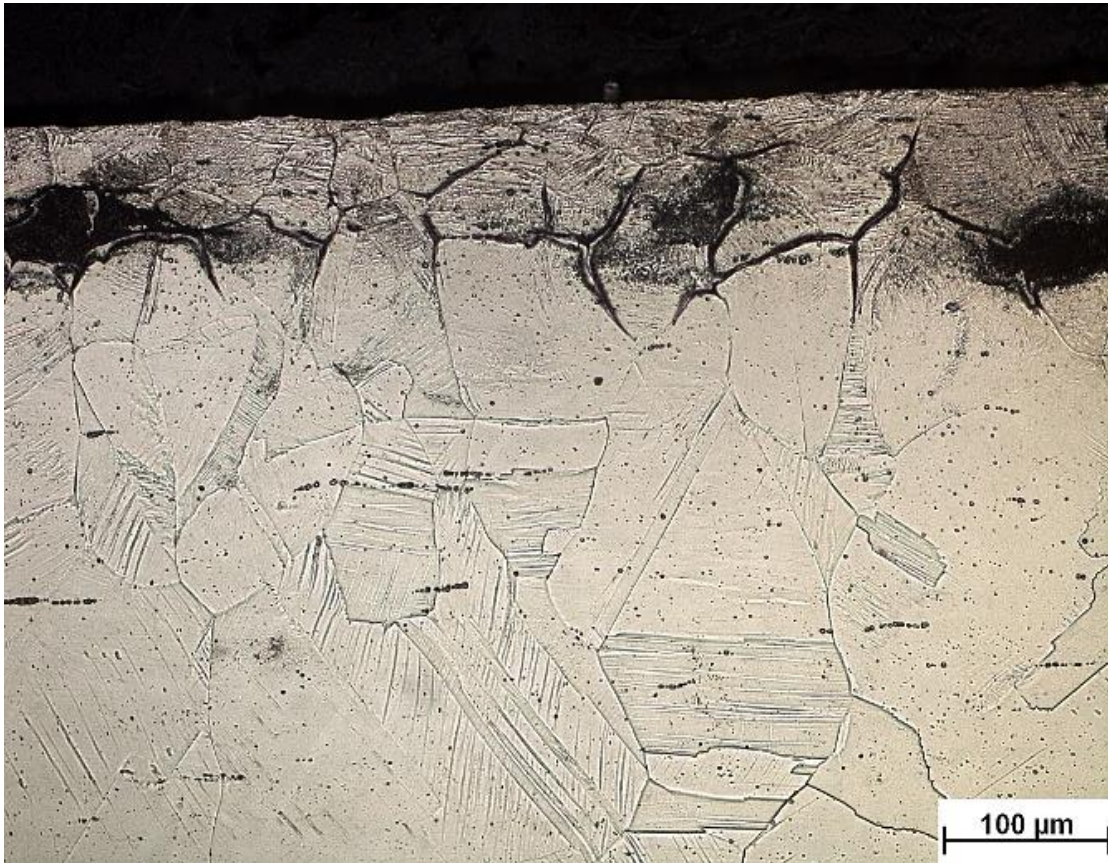


**Figura 1.** Micrografia obtida por meio de microscópio óptico evidenciando a precipitação de carbonetos na amostra. Aumento de 200x.



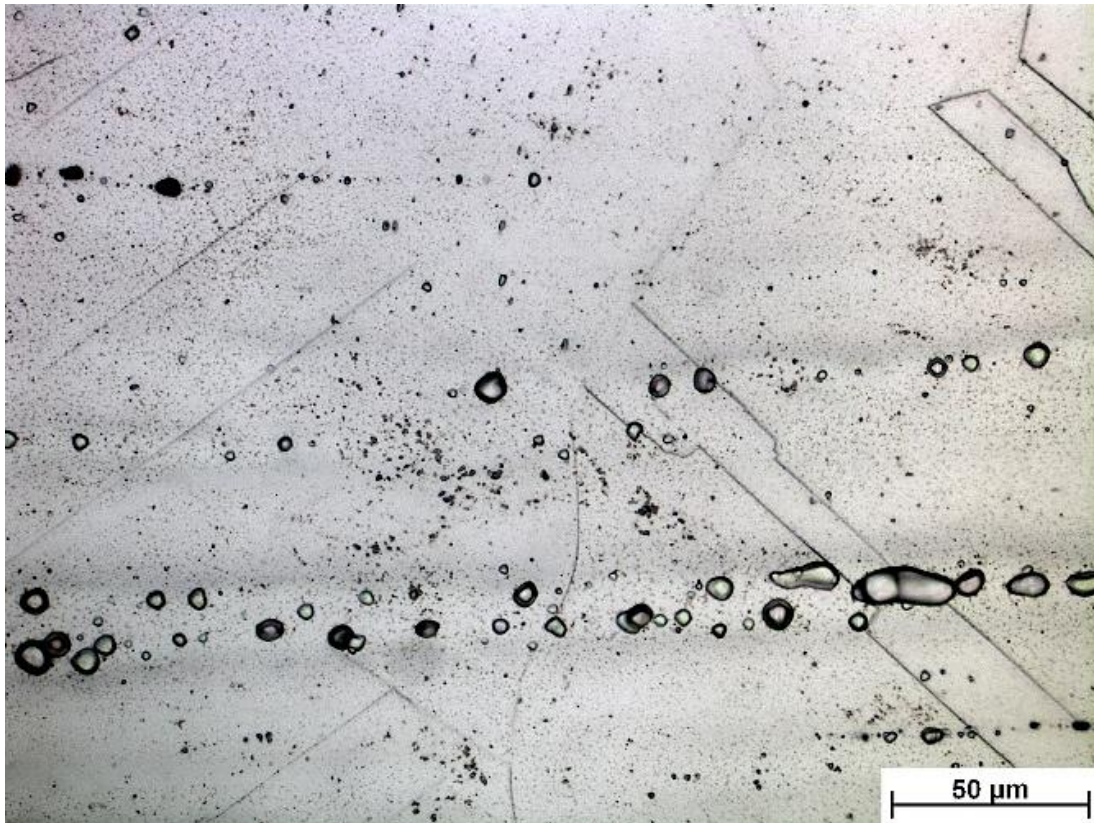
**Figura 2.** Micrografia obtida por meio de microscópio óptico evidenciando a precipitação de carbonetos ao longo dos contornos de grão na camada superficial. Aumento de 500x.

Já na amostra solubilizada, vemos que boa parte dos carbonetos foram solubilizados, formando uma austenita saturada de carbono. O carbono que não pôde ser dissolvido formou uma solução sólida nos contornos de grão. Esse tipo de tratamento térmico possibilitou uma diferenciação da amostra em duas situações distintas e os efeitos prejudiciais causados pela precipitação de carbonetos. Como houve essa dissolução dos carbetos formados, possivelmente ocorreu uma restauração das propriedades anticorrosivas do material, apenas analisando visualmente a Figura 3. Entretanto, apenas com ensaios específicos que seria possível verificar esses tipos de propriedades.



**Figura 3.** Micrografia obtida por meio de microscópio óptico evidenciando a dissolução dos carbetos após o tratamento térmico de solubilização. Aumento de 200x.

Na figura 4 abaixo é possível identificar parte dos carbetos que se apresentaram sob a forma de solução sólida na matriz austenítica da amostra.

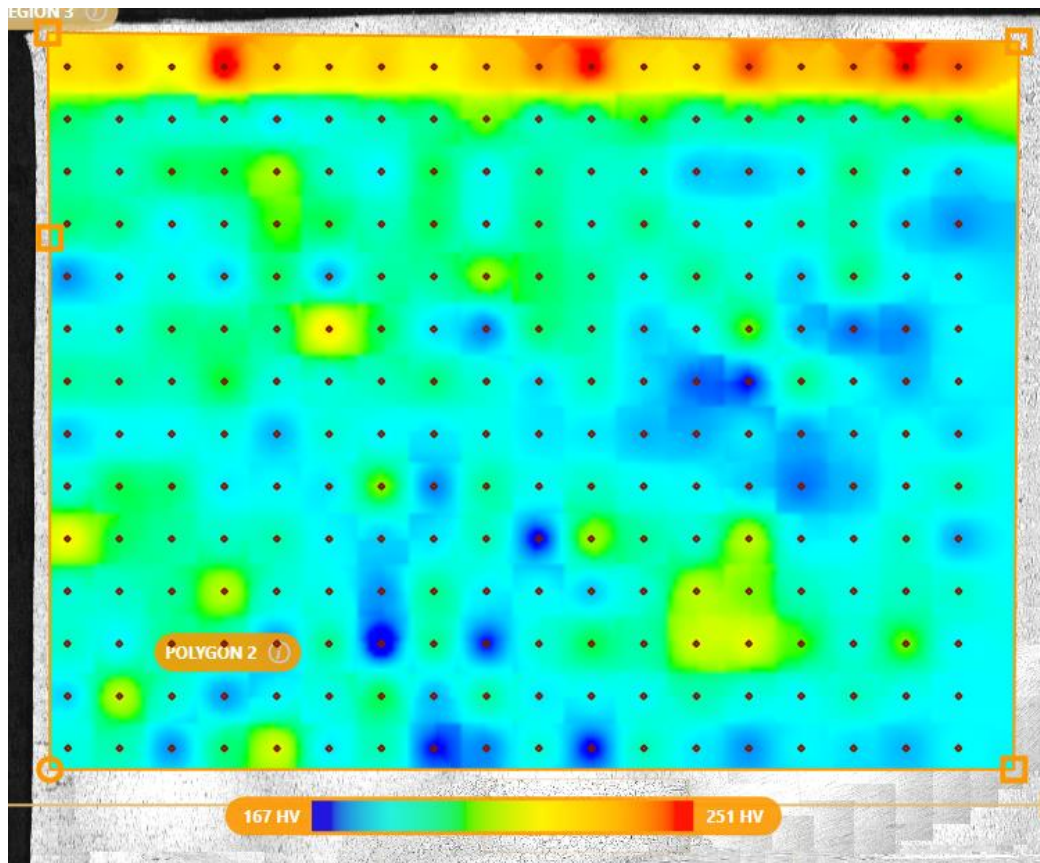


**Figura 4.** Micrografia obtida por meio de microscópio óptico evidenciando a dissolução dos carbeto após o tratamento térmico de solubilização. Aumento de 500x.

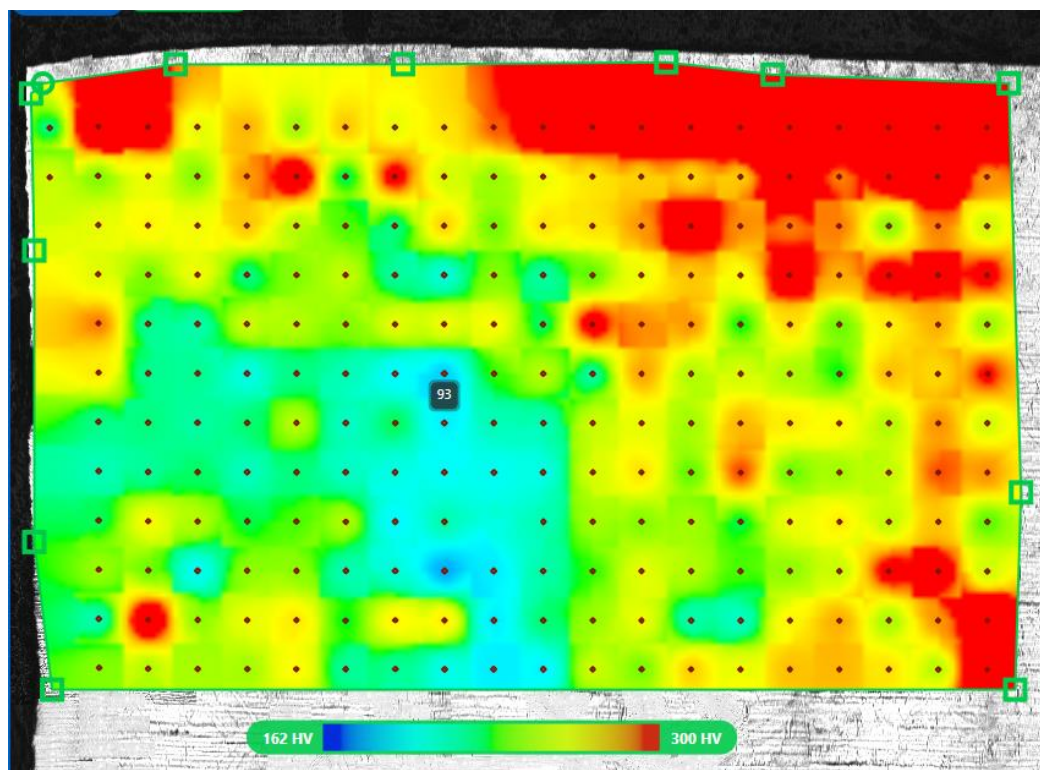
## 2.2. Microdureza

Através do mapa de microdureza, foi possível analisar um pouco das propriedades mecânicas das amostras. A amostra após 450h de cementação em caixa apresentou dureza entre 167HV e 251HV. Observamos uma maior presença de carbonetos de cromo na superfície e, com isso, uma dureza maior nesta região. À medida que se distancia da superfície e se aproxima do centro da peça, a dureza vai diminuindo, como podemos ver no mapa abaixo.





**Figura 5.** Mapa do perfil de dureza da amostra envelhecida após tratamento térmico de 450 horas.



**Figura 6.** Mapa do perfil de dureza da amostra envelhecida submetida ao tratamento térmico de solubilização.

### 3 CONCLUSÃO

Com a cementação, observou-se uma maior presença de carbonetos de cromo na superfície e, com isso, uma dureza maior nesta região. Devido ao elevado tempo de forno, muito carbono migrou até o interior da peça por difusão. Com a grande quantidade de carbono, formaram-se muitos carbonetos de cromo e ocorreu o que é chamado de sensitização, isto é, o carbono reage com o cromo da peça formando carbonetos de cromo nos contornos de grão. Isso faz com que as vizinhanças dos contornos de grão fiquem pobres de cromo, facilitando a corrosão intergranular, fazendo com que a peça perca sua resistência à corrosão.

Após a solubilização, notou-se uma melhora considerável da resistência a corrosão da peça, pois precisou de uma corrente mais alta e muito mais tempo para revelar sua microestrutura. Com os resultados de microdureza, nota-se um aumento das propriedades mecânicas: a microdureza mínima subiu de 167 para 172HV e máxima de 251 para 368HV. E as maiores durezas observadas se encontram na superfície pois era onde tinha maior presença de precipitados.

Com isso, conclui-se que a amostra solubilizada é formada por austenita saturada de carbono, tornando-se mais dura, porém, sua tenacidade será diminuída. Sua resistência à corrosão foi melhorada.

### Agradecimentos

Quando houver Auxílios ou Bolsas provenientes de órgãos de fomento, os autores deverão fazer referência ao nome da instituição financiadora da pesquisa, ao ano e ao número do processo a que se refere o apoio.

Demais casos são opcionais.

### REFERÊNCIAS

- 1 Novikov, I. Teoria dos Tratamentos Térmicos dos Metais. Rio de Janeiro: Editora UFRJ; 1994.
- 2 Chiaverini, V. Tratamento Térmicos das Ligas Metálicas. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais; 2008.
- 3 Estrutura de referência de artigo: Autor(es). Título do artigo. Título do periódico. Ano; volume(número): página inicial e final do artigo.
- 4 Exemplo de referência de artigo: Farina PFS, Farina AB, Goldenstein H. Tratamento criogênico e de alívio de tensões em um aço AISI D2. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração. 2012;9(2):140-147.
- 5 Estrutura de referência de artigo em meio eletrônico: Autor(es). Título do artigo. Título do periódico abreviado. Ano [data de acesso com a expressão "acesso em"];volume(número):paginação. Disponível em: URL.
- 6 Exemplo de referência de artigo em meio eletrônico: Marini OJ. Panorama técnico-científico do setor mineral brasileiro. Parcerias Estratégicas. 2001 [acesso em 26 ago. 2012];11:74-92. Disponível em: [http://www.cgEE.org.br/arquivos/pe\\_11.pdf](http://www.cgEE.org.br/arquivos/pe_11.pdf).
- 7 Estrutura de referência de livro: Autor(es). Título do livro. Edição (a partir da segunda). Cidade: Editora; Ano.