UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPIRITO SANTO CENTRO TECNOLÓGICO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

DÍMISSON ABREU LOUZADA

ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO TÉRMICO NA RESISTÊNCIA À CORROSÃO-EROSÃO DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 304

VITÓRIA 2008

DÍMISSON ABREU LOUZADA

ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO TÉRMICO NA RESISTÊNCIA A CORROSÃO-EROSÃO DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 304

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica pela da Universidade Federal do Espírito Santo.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo.

VITÓRIA 2008

DÍMISSON ABREU LOUZADA

ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO TÉRMICO NA RESISTÊNCIA A CORROSÃO-EROSÃO DO AÇO INOXIDÁVEL AISI 304

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica pela da Universidade Federal do Espírito Santo.

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo – Orientador Universidade Federal do Espírito Santo – UFES

Prof. Dr. António Cesar Bozzi – Membro interno Universidade Federal do Espírito Santo – UFES

Prof. Dr. Sinésio Domingues Franco – Membro externo Universidade Federal Uberlândia – UFU

Dedico este trabalho a toda minha família, em especial a minha mãe Leila Silva Abreu, que estiveram sempre presentes, incentivando-me na realização deste sonho.

Ao meu amor, Mônica.

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP) (Biblioteca Central da Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil)

Louzada, Dímisson Abreu, 1981-

L895a Análise da influência de tratamento térmico na resistência à corrosão-erosão do aço inoxidável AISI 304 / Dímisson Abreu Louzada. – 2008.

89 f. : il.

Orientador: Marcelo Camargo Severo de Macêdo. Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Aço inoxidável. 2. Aço inoxidável - Corrosão. 3. Aço -Tratamento térmico. 4. Metais - Erosão. I. Macêdo, Marcelo Camargo Severo de. II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro Tecnológico. III. Título.

CDU: 621

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Marcelo Camargo Severo de Macêdo pela orientação neste trabalho de pesquisa.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica e à Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo pela oportunidade de realização deste trabalho.

Ao Professor Dr. Flávio José da Silva, pela assistência dada na utilização do Microscópio eletrônico de varredura da Universidade Federal do Espírito Santo.

Ao Temístocles de Sousa Luz, que sempre se mostrou disposto a ajudar.

Aos professores do curso de pós-graduação, pelos conhecimentos transmitidos.

Aos técnicos, Olimpio Luiz Félix, do Laboratório de Tecnologia Mecânica da UFES, e Carlos Alberto Zampieri do Laboratório de Materiais /DEM da UFES.

Aos amigos Jeanderson Sessa Colodette e Leandro Bitti Santa Anna, pelo apoio dado nos momentos difíceis da vida.

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

A Deus.

SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA
2.1. CONSIDERAÇÕES SOBRE O AÇO INOXIDÁVEL
2.1.1. Aço Inoxidável Austenítico3
2.1.2. Sensitização4
2.2. EROSÃO7
2.2.1. Definição7
2.2.2. Classificação7
2.2.3. Taxa de erosão8
2.2.4. Variáveis que afetam a taxa de erosão em meios lamacentos8
2.3. CORROSÃO
2.3.1. Definição15
2.3.2. A influência dos gases sulfurosos15
2.3.3. Taxa de corrosão17
2.3.4. Corrosão intergranular18
2.4. CORROSÃO-EROSÃO21

2.4.1. Definição	21
2.4.2. Efeito sinergético	22
2.4.3. Variáveis que afetam a taxa de corrosão – erosão	23
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	26
3.1. DESCRIÇÃO DO EXPERIMENTO	26
3.1.1. Erosímetro	26
3.1.2. Amostras.	28
3.1.3. Taxas	29
3.1.4. Abrasivo	29
3.1.5. Líquido	30
3.1.6. Velocidade de teste	30
3.1.7. Desaeração com argônio	30
3.1.8. Tratamento térmico	31
3.1.9. Ensaios de dureza e microdureza, metalografia e MEV	31
3.1.10. Procedimentos para realização dos ensaios no erosímetro	32
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
4.1. ANÁLISE QUÍMICA	33
4.2. MEV DA SEÇÃO DE AMOSTRAS NÃO ERODIDAS	34
4.3. ANÁLISE METALOGRÁFICA E ENSAIO DE DUREZA	36
4.4. ENSAIO DE EROSÃO PURA	43
4.5. ENSAIO DE CORROSÃO PURA	46

4.6. ENSAIO DE CORROSÃO-EROSÃO	48
4.7. ANÁLISE SUPERFICIAL DAS AMOSTRAS	52
5. CONCLUSÕES	66
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	68
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	69

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.2. Influência do ângulo de impacto da partícula na taxa de erosão do aço inoxidável AISI 316 (20 m/s, 102 µm a temperatura ambiente) [Divakar et alii, 2005]......10

Figura 2.4. Influência da dureza superficial na taxa de erosão do aço inoxidável AISI 316 (26 m/s, 102 µm a temperatura ambiente) [Divakar et alii, 2005]......13

Figura 2.5. Ir/la em função do tempo de envelhecimento a 650℃ e 750℃ para o material como recebido e solubilizado previamente [Tavares et alii, 2008]......19

Figura 2.6. Microestrutura da amostra envelhecida a 750°C por 175 h [Tavares et alii, 2008]......20

Figura 3.1. Componentes do erosímetro [Bowen, 2004]......28

Figura 3.2. Amostra-suporte fixada ao eixo......29

Figura 4.4. Amostra encruada e sensitizada durante 90 minutos. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X
Figura 4.5. Amostra encruada e sensitizada durante 180 minutos. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X
Figura 4.6. Amostra encruada e sensitizada durante 300 minutos. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X
Figura 4.7. Aço Inoxidável 304 sensitizado (300min) – Aumento: 500X36
Figura 4.8. Aço Inoxidável 304 sensitizado (180min) – Aumento: 500X37
Figura 4.9. Aço Inoxidável 304 sensitizado (90min) – Aumento: 500X37
Figura 4.10. Aço Inox AISI 304 solubilizado e sensitizado – Objetiva: 500X
Figura 4.11. Dureza das amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas, encruadas- sensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas
Figura 4.12. Dureza em função do tempo de tratamento térmico do aço inoxidável AISI 30440
Figura 4.13. Microdureza das amostras solubilizadas e não sensitizadas em função da região da seção transversal41
Figura 4.14. Microdureza das amostras solubilizadas e sensitizadas em função da região da seção transversal41
Figura 4.15. Taxa de erosão das amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas, encruadas-sensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas com o tempo
Figura 4.16. Perda de massa das amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas, encruadas-sensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas com o tempo

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. Dureza, modulo de elasticidade, dureza relativa das amostras estudad	as
[Recco et alii, 2007]	12
Tabela 2.2. Taxa de erosão das amostras estudadas [Recco et alii, 2007]	12
Tabela 2.3. Espectro do processo de erosão-corrosão	25
Tabela 3.1. Amostras utilizadas nos testes	32
Tabela 4.1. Teores de Fe, Ni e Cr do aço inoxidável AISI 304	34
Tabela 4.2. Dureza e tamanho de grao	42
Tabela 4.3. Efeito sinergetico calculado dentro do regime permanente para	as
amostras de aço inox AISI 304 encruadas e soludilizadas	ŧΖ

RESUMO

Este presente estudo visa obter informações e dados que possibilitem a análise do desgaste por erosão pura, corrosão pura e corrosão-erosão do aço inoxidável AISI 304 submetido a quatro condições microestruturais: encruada, sensitizada e não sensitizada, e solubilizada, sensitizada e não sensitizada. A sensitização foi gerada a partir de um tratamento térmico a uma temperatura de 650 °C durante 5 horas com resfriamento em ar, enquanto a solubilização foi realizada a uma temperatura de 1050 °C durante 1 hora, com resfriamento rápido em água. Estas amostras foram ensaiadas em um erosímetro, onde os experimentos foram realizados a uma velocidade de impacto de 7,5 m/s na temperatura ambiente. Foram utilizadas partículas de sílica com granulometria de 150 µm e carga sólida igual a 4 % em peso. Os testes de corrosão e corrosão-erosão foram realizados em uma solução de cloreto de sódio mais ácido acético contendo uma concentração de 10⁻³ mol/l de tiossulfato de sódio, a qual busca simular a presença de H₂S. Amostras cilíndricas com diâmetro de 4,76 mm foram confeccionadas a partir de um tarugo e submetidas à pesagem antes e depois de cada teste. A sensitização, nas amostras encruadas, não afetou ou pouco afetou a resistência à erosão. Já as amostras solubilizadas tiveram a maior taxa de erosão para ambas as condições. Foram observadas perdas de massa por corrosão de duas a seis vezes menores as que haviam sido observadas durante os ensaios de erosão. Para as amostras encruadas, as não sensitizadas tiveram uma perda de massa por corrosão seis vezes menor do que por erosão, no entanto, as sensitizadas tiveram uma perda de massa por corrosão três vezes menor do que por erosão. Nas amostras solubilizadas, as não sensitizadas tiveram uma perda de massa por corrosão quatro vezes menor do que por erosão, já para as sensitizadas a perda de massa por corrosão foi duas vezes menor. Finalmente, foi observado o efeito sinergético nas condições de ensaio, visto que, a perda de massa obtida por corrosão-erosão do material foi considerável para os três tempos analisados e todos os tipos de amostras e, somente em dois casos foi inexistente.

ABSTRACT

This work intends to evaluate the damaged caused by the erosion-corrosion process of a stainless steels AISI 304, under four microstructures conditions, used in various applications by the erosion, corrosion, and erosion-corrosion rates. With these rates it is possible to verify if there is a synergistic effect under the test conditions. For that reason, a slurry pot tester was useful. The experiments were performed at an impact of 7,5 m/s at room temperature. The abrasive particles of quartz used are in granulometric range 150 μ m and an average sand concentration of 4 % wt. The corrosion and erosion-corrosion tests were performed in a solution of sodium chloride and acetic acid with 10⁻³ mol/l of sodium thiosulfate which is used to simulate the effect of the H₂S presence. The samples obtained from dowel steel are cylindrical with 4,76 mm diameter and were weighted before and after each test. The erosion rate is higher than the corrosion rate. The synergistic effect was observed for the test conditions.

1 – INTRODUÇÃO

A erosão e a corrosão são processos de deterioração de materiais, onde um é puramente mecânico e o outro químico ou eletroquímico. Estes processos de deterioração são encontrados em vários setores da indústria, como em tubulações ou equipamentos usados em indústria química, petroquímica, na exploração de minério e também de petróleo. Estes fenômenos são encontrados, às vezes atuando sozinhos, às vezes em conjunto. Dependendo de parâmetros como velocidade, pH, temperatura, a atuação combinada pode dar origem à chamada corrosão-erosão, que devido ao efeito de sinergia pode causar, geralmente, danos maiores do que a soma das perdas geradas pela erosão ou a corrosão atuando separadamente. Esses efeitos são muito nocivos na engenharia causando prejuízos da ordem de milhões de dólares [**Ochoa**, 2007].

Por esse fato existe, hoje em dia uma preocupação muito grande na escolha dos materiais para essas aplicações, visando aumentar a vida útil do equipamento, evitando paradas não programadas por falhas, e conseqüentemente reduzindo os custos de manutenção. Em função disto, o número de estudos envolvendo erosão e corrosão vem crescendo bastante. Como geralmente estes dois fenômenos de deterioração nunca agem separadamente, a escolha de um material resistente à corrosão e à erosão será função do fluido atuante, já que às vezes pode ser mais corrosivo, e das condições escoamento.

Os aços inoxidáveis são muito utilizados em equipamentos sujeitos à erosãocorrosão, principalmente quando a corrosão é o fenômeno dominante. Por exemplo, o aço inoxidável martensítico tem melhores propriedades mecânicas que o aço inoxidável austenítico, que por sua vez é mais resistente à corrosão. Daí a importância de se conhecer e escolher o aço inoxidável e seus elementos liga que sejam mais eficientes para uma determinada aplicação, a um custo viável de projeto [**Padilha**, 2004].

Os aços inoxidáveis austeníticos têm um campo de aplicação bastante abrangente e podem ser encontrados tanto no dia-a-dia em produtos de uso doméstico quanto em

produtos empregados em indústrias químicas, petroquímicas, alimentícias, farmacêuticas, médico-hospitalar e outras. Devido às excelentes propriedades mecânicas a elevadas temperaturas apresentadas por estes aços, é comum sua aplicação em serviço envolvendo altas temperaturas por longos períodos de tempo, como válvulas de pressão, aquecedores, trocadores e condensadores de calor. Contudo, ao serem expostos a altas temperaturas, na faixa de 450º a 850ºC, ou a processos de soldagem, este tipo de aço torna-se susceptível à corrosão intergranular devido à chamada sensitização. Este fenômeno é um processo relacionado com a precipitação de carbonetos ricos em cromo na região dos contornos de grão, deixando a região adjacente empobrecida em Cromo, o que gera uma corrosão muito localizada e por isto deletéria. Por exemplo, quando trincas atingem certa profundidade, a peça pode se romper, ou podem ser destacados pedaços do material, pela ação de esforços mecânicos, mesmo muito baixos.

O objetivo do presente trabalho é contribuir para o estudo do efeito da sensitização no processo de desgaste por erosão, corrosão e corrosão-erosão em um aço inoxidável 304, em diferentes condições microestruturais.

2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1) CONSIDERAÇÕES SOBRE O AÇO INOXIDÁVEL

2.1.1) Aço Inoxidável Austenítico

Os aços inoxidáveis austeníticos recebem esse nome devido a sua microestrutura ser a austenita estabilizada a temperatura ambiente graças ao acréscimo, principalmente, de níquel ao ferro, o que provoca mudanças consideráveis nas propriedades, como por exemplo, não podem ser endurecidos por tratamento térmico, mas podem ser endurecidos por deformação plástica (encruamento), não são magnéticos e têm a estrutura cúbica de face centrada (CFC). Em geral têm boa ductilidade, conformabilidade e tenacidade (existe aqui uma grande mudança nas propriedades mecânicas em relação aos ferríticos) mesmo em temperaturas abaixo de zero, propriedades essas que não dependem somente da matriz austenítica, além disso, outras e numerosas fases podem estar presentes, tais como ferrita \bar{o} , carbonetos, fases intermetálicas, nitretos, sulfetos, boretos e até martensitas induzidas por deformação, podem estar presentes na microestrutura dos aços inoxidáveis austeníticos. A quantidade, o tamanho, a distribuição e a forma destas fases têm influência marcante nas propriedades do material [**Padilha**, 2004].

Isto, entre outras, permite uma gama gigantesca de aplicações que faz com que esse aço inoxidável seja responsável por aproximadamente 70% da produção de aços inoxidáveis. Essas aplicações dos inoxidáveis austeníticos variam desde trabalhos à temperatura ambiente até em elevadas temperaturas (até 1150 °C) e em baixíssimas temperaturas (condições criogênicas), gerando uma série de alternativas que dificilmente são conseguidas com outros materiais [**Carbó**, 2001]. E graças às indústrias petrolíferas, aeronáuticas, criogênicas, que evoluem sem parar, os avanços e as aplicações não param de crescer [**Padilha**, 2004].

O mais comum dos aços inoxidáveis austeníticos é o AISI 304 (18%Cr – 8%Ni), que tem excelente resistência à corrosão, excelente ductilidade e excelente soldabilidade.

O aço 304 é um material com grandes possibilidades em suas aplicações, a tal ponto que o encontramos em nossas casas (em um garfo ou em uma panela, por exemplo) e também na indústria, em aplicações de grande responsabilidade. Entretanto, dependendo do meio, o aço 304 não é o austenítico mais utilizado, por isso outros elementos podem estar presentes, como o Molibdênio, Nióbio, Titânio, Nitrogênio, Alumínio entre vários outros, em proporções que caracterizam a estrutura, propriedades mecânicas e o comportamento final específico para cada serviço.

2.1.2) Sensitização

Apesar do grande avanço que significou o descobrimento dos aços inoxidáveis no desenvolvimento de materiais resistentes à corrosão e à oxidação, os aços austeníticos sempre apresentaram certa susceptibilidade à chamada corrosão intergranular. Esta é causada pelo empobrecimento em cromo das regiões adjacentes aos contornos de grãos devido à precipitação nestes locais de carboneto de M₂₃C₆, que até 1933 acreditava-se ser Cr₄C ano que Westgren mostrou a estequiometria correta. Tal fenômeno é chamado de sensitização por deixar os aços inoxidáveis suscetíveis à corrosão intergranular [**Padilha**, 2004].

A sensitização pode resultar de tratamentos térmicos, soldagem, resfriamento lento através da faixa de temperatura de sensitização ou de condições de trabalho nesta faixa.

No aço 304, assim também como nos 316 e 317, a quantidade máxima de carbono é 0,08%, e quando são submetidos a temperaturas entre 400 e 925 °C ocorre tal precipitação, ocasionando a já citada falta de Cromo nas adjacências dos contornos de grãos devido à formação do $Cr_{23}C_6$, pois o Cromo em solução sólida no aço migra para o contorno de grão para combinar com o carbono devido a afinidade entre eles, tornando o material popularmente chamado de sensitizado. Se esse empobrecimento atingir números abaixo do limite de 10,5% do teor de Cromo, essa região não terá mais a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis, portanto elas

serão corroídas preferencialmente destacando os grãos na chamada corrosão intergranular. Além disso, os aços sensitizados também ficam mais propensos às mais variadas formas de corrosão [**Padilha**, 2004].

A sensitização, além de depender da temperatura, geralmente entre 400 e 925 °C para os aços austeníticos, também depende do teor de carbono do aço inoxidável e do tempo que fica em certa temperatura dentro da faixa crítica. (IOPE, acesso em 20 jul. 2008).

Uma forma prática para avaliar o desempenho do aço relativo à sensitização e conseqüente corrosão intergranular é através das curvas em 'C' do tipo TTT (tempotemperatura-transformação). No caso presente cita-se a curva TTS (tempotemperatura-sensitização), conforme indicado abaixo na **Figura 2.1**, para os aços inoxidáveis UNS S30400 com várias porcentagens de carbono na liga [**Zanetic** *et alii*, 2001].



Figura 2.1. Curva Tempo-Temperatura-Sensitização (TTS) para o aço inoxidável 304 [Zanetic *et alii*, 2001].

Um detalhe é que a exposição de um aço inoxidável sensitizado ao meio corrosivo não leva necessariamente à ocorrência da corrosão intergranular. Muitos meios corrosivos como, por exemplo, ácido acético na temperatura ambiente, soluções alcalinas como carbonato de sódio, ou ainda água potável não causam corrosão intergranular, nestes casos não há motivo de preocupação quanto à sensitização (IOPE, acesso em 20 jul. 2008).

Por outro lado, diversos meios causam corrosão intergranular, como: ácidos acético à quente, nítrico, sulfúrico, fosfórico, crômico, clorídrico, cítrico, fórmico, lático, oxálico, ftálico, maleico e graxos; nitrato de amônia, sulfato de amônia, cloreto ferroso, sulfato de Cobre e SO₂ (úmido) (IOPE, acesso em 20 jul. 2008).

Para tentar solucionar este problema, são usadas duas estratégias: redução do teor de carbono e adição de elementos de liga com maior afinidade com o carbono do que o Cromo, como Nb, Ta, Ti e V [**Padilha**, 2004].

A redução do Carbono para teores de até 0,03% gera os aços de grau L, (304L, 316L, 317L). Isso evita que o carbono reaja com o Cromo formando o carboneto responsável por regiões empobrecidas de cromo [**Padilha**, 2004].

Já os elementos de liga reagem com o Carbono evitando a formação do carboneto de Cromo e deixando o Cromo livre para formar sua camada passivadora, evitando a corrosão. Exemplos destes tipos de aço são o 321 e o 347, basicamente aços 304 estabilizados, já o 316Ti, também utilizado em situações especiais, é a versão estabilizada do 316.

Há também a técnica de solubilização, que consiste em elevar a temperatura do aço sensitizado até uma faixa de dissolução dos carbonetos (geralmente 1050°C), seguido de um resfriamento muito rápido de modo que não haja tempo para a precipitação dos carbonetos.

2.2) EROSÃO

2.2.1) Definição

A erosão é o desgaste na superfície de um material causado pelo impacto de partículas sólidas, líquidas ou gasosas, ou ainda, uma combinação delas. Alguns tipos de desgaste erosivo são: a erosão por partículas sólidas carregadas por uma corrente de gás ou de um líquido, a erosão devido à ação de um líquido, a erosão por cavitação, a erosão por ação térmica e a erosão-corrosão. Geralmente o desgaste é causado em corpos sólidos pela ação de impactos ou deslizamentos de partículas duras arrastadas nos líquidos e nos gases. Quando estas partículas são conduzidas por um líquido o desgaste pode ser chamado de erosão por meio lamacento (slurry erosion). As velocidades das partículas no desgaste erosivo variam de 5 a 500 m/s, podendo sair desta faixa em alguns casos.

2.2.2) Classificação

Segundo **Zum Gahr** [1987], a erosão pode ser classificada em função de diferentes modos de desgaste. A seguir serão citados alguns tipos de desgastes erosivos e suas respectivas características.

- Erosão por partículas sólidas em meio gasoso;
- Erosão por partículas sólidas em meio líquido;
- Erosão devido à ação de líquidos;
- Erosão por cavitação;
- Erosão por ação térmica;
- Erosão-corrosão.

Neste presente estudo são focados dois modos de erosão, a erosão por partículas sólidas em meio líquido e a erosão-corrosão. O primeiro modo, também conhecido como erosão por meio lamacento, é causada por partículas sólidas que são

conduzidas por um fluxo de líquido. Tubulações transportando meios lamacentos são exemplos deste tipo de erosão.

Já o segundo modo é definido como sendo o dano causado pela ação simultânea de processos erosivos e corrosivos durante o transporte de líquidos quimicamente agressivos. Dutos de transferência e tubos de revestimento na indústria petrolífera são alguns exemplos de locais onde pode ocorrer o fenômeno da erosão-corrosão.

2.2.3) Taxa de erosão

A taxa de erosão pode ser medida como a perda de massa do material por unidade de área e unidade de tempo [g/mm².min], ou medida como a perda do material por unidade de área e unidade de massa das partículas que estejam impactando contra a amostra [g/mm².g]. A primeira é citada na maioria dos livros especializados com a nomenclatura \mathbf{R}_{t} , e é muito útil para se monitorar equipamentos em serviço, já que com esta taxa é possível determinar sua vida útil, evitando paradas não programadas para manutenção. Já a segunda tem como nomenclatura mais usual \mathbf{R}_{m} , e é mais útil quando o dano individual provocado pelo impacto das partículas é o interesse primário do estudo.

O parâmetro R_t foi o adotado para este estudo, já que o objetivo principal do trabalho é avaliar a perda de massa em amostras de aço inoxidável usando um modelo confeccionado baseado em estudos anteriores [**Clark**, 1991].

2.2.4) Variáveis que afetam a taxa de erosão em meios lamacentos

Existem inúmeras variáveis que afetam a erosão, e entendê-las individualmente é o primeiro passo para compreender o fenômeno de erosão em si. **Clark** [2002] enumerou em seus estudos as principais variáveis que acarretam uma maior ou menor taxa de erosão, Rt, em um tanque contendo lama abrasiva sendo agitada:

- a) Concentração da partícula;
- b) Velocidade de impacto da partícula;
- c) Ângulo de impacto da partícula;
- d) Tamanho da partícula;

- e) Forma da partícula;
- f) Densidade e dureza da partícula;
- g) Natureza do líquido em suspensão;
- h) Natureza do escoamento do meio lamacento;
- i) Natureza do material alvo (amostra).

No presente estudo, as duas variáveis que mais poderiam estar afetando a erosão seriam as variáveis que se referem ao ângulo de impacto da partícula e ao efeito do material alvo. A seguir, são apresentados estudos e resultados experimentais que mostram o efeito destas duas variáveis na erosão do aço inoxidável AISI 304.

• Ângulo de impacto da partícula

Na erosão, o ângulo de impacto da partícula é usualmente definido com relação ao plano da superfície. Para impacto normal, θ = 90°, enquanto que para impactos oblíquos o ângulo de incidência tende a zero.

Segundo **Divakar** *et alii*, o dano provocado pela erosão em aço inoxidável austenítico AISI 316 é típico de materiais com comportamento dúctil, sendo assim máximo em um ângulo entre 20° à 30° e caindo para a metade do pico da taxa de desgaste com incidência normal, como pode ser visto na **Figura 2.2**.



Figura 2.2. Influência do ângulo de impacto da partícula na taxa de erosão do aço inoxidável AISI 316 (20 m/s, sílica 102 µm a temperatura ambiente) [**Divakar** *et alii*, 2005].

Num estudo realizado por **Clark** [1993], foram observados ângulos de impacto das partículas variando de 0 a 90° com relação aos corp os de prova cilíndricos usados nos experimentos. Nos pontos mais próximos das extremidades destes corpos de provas foram observados impactos oblíquos em maior número, enquanto que nos pontos mais próximos da *linha de estagnação*, linha que divide a área de impacto ao meio, foi observada uma maior incidência de impactos normais.

Efeito do material alvo

Diversos trabalhos experimentais tentam mostrar a existência de uma relação direta entre a dureza da superfície e a resistência ao desgaste erosivo para diferentes metais e ligas. Em um estudo feito por **Recco** *et alii*, foram estudados seis tipos diferentes de amostras de aço inoxidável AISI 304. As amostras foram solubilizadas a 1100 ℃ e 1h, nitretadas por nitretação a gás a a lta temperatura e por nitretação a plasma pulsada (austenita expandida), e também para cada tipo citado acima foi depositada uma camada com 3,5 µm de espessura de nitreto de titânio (TiN) pelo processo PVD.

Estas amostras foram submetidas a testes de erosão por partículas sólidas a uma velocidade de 8 m/s com ângulo de impacto de 90°. O meio lamacento constituía de

900 ml de água destilada e 100 g de carboneto de silício com tamanho de partícula variando de 212 a 300 µm. Foi utilizado o método gravimétrico para obter a erosão acumulada e os resultados obtidos são mostrados na **Figura 2.3**.



Figura 2.3. Erosão acumulada do aço inoxidável AISI 304 em função do tempo de exposição. Ângulo de impacto de 90º, velocidade de impacto de 8 m/s e partículas de carboneto de silício [**Recco** *et alii*, 2007].

Na condição solubilizada, como esperado, foi obtida uma alta perda de massa. As amostras HTGN mostraram uma perda de massa 1,5 vezes menor que para a condição solubilizada, enquanto as amostras nitretadas por nitretação a plasma tiveram uma perda de massa 2 vezes menor. Por outro lado, as amostras revestidas por TiN mostraram uma substancial redução da perda de massa, chegando a ser 20 vezes menor que para a condição solubilizada [**Recco** *et alii*, 2007].

Segundo **Recco** *et alii*, estes bons resultados se devem à severidade do desgaste que é quantificada na forma de uma dureza relativa, que relaciona a dureza da partícula erosiva e a dureza da superfície. Esta dureza relativa é definida como $H_{SIO}/H_{SUPERF/CIE}$. Nas amostras com revestimento de TiN esta dureza relativa é próxima de 1, evidenciando assim um regime moderado de desgaste, entretanto, para as outras amostras, onde este valor é superior que 2.2, o regime de desgaste passa a

ser severo. Os resultados obtidos em relação a dureza, modulo de elasticidade, dureza relativa e taxa de erosão são mostrados nas **Tabelas 2.1 e 2.2.**

Tabela 2.1 – Dureza, módulo de elasticidade, dureza relativa das amostras estudadas [**Recco** *et alii*, 2007].

Material	Modulo de Elasticidade (GPa)	Dureza (50 mN) (GPa)	H _{SIC} / H _{SUPERF} ície
Solubilizadas	200±10,0	1,85±0,21	14,0
Nitretada a gás a alta temperatura (HTGN)	200±10,0	3,17±0,35	8,2
Nitretada a plasma pulsada (explanded austenite)	200±10,0	15,0±0,9	1,7
Solubilizadas + TiN	430±25,6	21,86±2,14	1,2
Nitretada a gás a alta temperatura (HTGN) + TiN	425±23,4	22,50±1,81	1,2
Nitretada a plasma pulsada (explanded austenite) + TiN	435±19,5	21,54±2,21	1,2

Tabela 2.2 – Taxa de erosão das amostras estudadas [Recco et alii, 2007].

Material	Taxa de Erosão (µg/min)	Tempo (min)
Solubilizadas	88,0	240,00
Nitretada a gás a alta temperatura (HTGN)	57,0	240,00
Nitretada a plasma pulsada (explanded austenite)	43,0	240,00
Solubilizadas + TiN	4,3	60,00 ^a
Nitretada a gás a alta temperatura (HTGN) + TiN	4,8	60,00 ^a
Nitretada a plasma pulsada (explanded austenite) + TiN	5,2	60,00 ^ª

^aPara este tempo, o revestimento começou a ser removido da superfície da amostra.

Em um estudo feito por **Divakar** *et alii* com o objetivo de avaliar a influência dureza superficial na erosão do aço inoxidável austenítico AISI 316, amostras deste material foram submetidas ao teste de impigimento ao ar (ASTM G76). Nos testes foram utilizadas amostras como recebidas, deformadas a frio (10%, 20% e 25% de redução) e nitretadas a gás com espessura da camada nitretada de 12 µm e 16 µm. A sílica foi utilizada como partícula erosiva, com granulometria de 102, 140 e 225 µm. Os resultados obtidos são mostrados na **Figura 2.21.**



Figura 2.4. Influência da dureza superficial na taxa de erosão do aço inoxidável AISI 316 (26 m/s, 102 µm a temperatura ambiente) [**Divakar** *et alii*, 2005].

As taxas de erosão para as amostras, na condição como recebida, são cerca de duas a mais de três vezes maiores que as obtidas para as amostras deformadas a frio e nitretadas. A dureza superficial das amostras nesta condição foi de 180 HV. Enquanto as deformadas a frio com 10%, 20% e 25% de redução, a dureza superficial foi de 234 HV, 266 HV e 294 HV, respectivamente. A tensão compressiva introduzida na superfície pela deformação a frio teve pouco efeito sobre a perda de massa. O aumento da dureza promoveu resistência à penetração, que por conseqüência, resultou em uma menor taxa de erosão. Em adição a este efeito, é notada em materiais polimórficos a existência de uma baixa energia de falha de empilhamento e de elevada capacidade de encruamento, sendo estes fatores empíricos benéficos à resistência a erosão [**Divakar** *et alii*, 2005].

Finalmente outros modelos de erosão (**Chen** *et alii,* 1997, **Hutchings**,1981 e **Sundararajan** *et alii*, 1983) principalmente em incidência normal de materiais dúcteis levantam a importância de outras propriedade tais como capacidade de deformação plástica.

2.3) CORROSÃO

2.3.1) Definição

A definição de corrosão mais difundida e aceita universalmente é a que define corrosão como sendo a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos [Gentil, 1996].

A deterioração gerada pela ação físico-química entre o material e o seu meio operacional representa alterações prejudiciais indesejáveis sofridas pelo material, tais como desgaste, variações químicas ou modificações estruturais, tornando-o inadequado para uso. Os problemas de corrosão são freqüentes e ocorrem nas mais diferentes atividades, como por exemplo, na indústria química, petrolífera, naval, automobilística entre outras. Assim, no estudo de processos corrosivos devem ser consideradas as variáveis dependentes do material metálico, do meio corrosivo e das condições operacionais para que se possa indicar o material mais adequado a ser utilizado em determinados equipamentos.

2.3.2) A influência dos gases sulfurosos

A presença de H₂S na água é, geralmente, devido a causas puramente químicas ou biológicas. Este gás pode gerar odor e gosto característicos na água e ação corrosiva no ferro, aço e outros metais com formação dos sulfetos correspondentes. O gás sulfídrico quando dissolvido na água torna-se um ácido fraco e, portanto, corrosivo, já que vira uma fonte de íons de hidrogênio. Na ausência de íons protetores, a água equilibrada com um 1 atm de H₂S possui um pH ao redor de 4, porém, sob elevadas pressões o valor do pH pode chegar a ser menor do que 3. Além disso, o H₂S atua como catalisador promovendo a absorção pelo aço de hidrogênio atômico, que é formado pela redução catódica dos íons de hidrogênio.

aços de alta resistência e, conseqüentemente, pode levar a uma ruptura catastrófica do material em tensão inferior à esperada [Lowe e Ponciano, 2000].

• Mecanismo de ataque do H₂S

O hidrogênio quando adsorvido na superfície metálica, normalmente acontece a difusão deste para o interior do material, gerando a fragilização deste material. Esta difusão é tão rápida que ela ocorre em temperaturas relativamente baixas [Gentil, 1996].

Quando o ferro sofre oxidação, tem-se a seguinte reação de dissolução:

 $Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}$

Com a produção de hidrogênio atômico (H^0) na reação catódica, pode ocorrer a difusão deste elemento para o interior do aço ou a formação de hidrogênio gasoso (H_2). A presença de H_2S favorece a absorção de hidrogênio e é representada pelas seguintes reações:

Presença de H_2S 2H⁺ + 2e⁻ \rightarrow H⁰_{ADSORVIDO} + H⁰_{ADSORVIDO}

Ausência de H_2S $H^+ + H^+ \rightarrow H_{2(g)}$

Observa-se que a presença de H₂S faz com que na superfície do aço ocorra o aumento da concentração de hidrogênio atômico, o que leva a conclusão de que o H₂S funciona como um "envenenador" catalítico na reação de produção do gás hidrogênio, uma vez que ele aumenta a velocidade de dissolução do ferro [**Lowe e Ponciano**, 2000].

2.3.3) Taxa de corrosão

A taxa de penetração é muito importante, sob o ponto de vista da engenharia, pois permite fazer uma estimativa da vida útil remanescente de um componente com base na sua resistência estrutural.

A equação 2.1 permite expressar a taxa de corrosão do material em milésimo de polegada de penetração por ano (mpy) que é o recomendado pela norma NACE TM – 01 – 69:

$$mpy = \frac{534.W}{D.A.t} \tag{2.1}$$

Onde: W = perda de massa do material [mg];

D = densidade da amostra [g/cm³];

A = área da amostra $[pol^2]$;

t = tempo de exposição [h].

A densidade do aço inoxidável AISI 304 é igual a 8,0 g/cm³

A taxa de corrosão obtida através da **equação 2.1** só é valida para corrosão uniforme, não se aplicando para casos de corrosão localizada como, por exemplo, puntiforme, intergranular e transgranular.

Quando o ataque corrosivo for uniforme, os metais podem ser classificados em três grupos, de acordo com suas taxas de corrosão e aplicação projetada:

Menor do que 5 mpy (0,127 mm / ano) – Metais com boa resistência a corrosão.
São apropriados para partes críticas de equipamentos.

 5-50 mpy (0,127 – 1,27 mm / ano) – Metais usados no caso em que uma alta taxa de corrosão é tolerada como, por exemplo, em tanques, tubulações e corpo de válvulas. Maior do que 50 mpy (1,27 mm / ano) – Metais pouco resistentes, daí não ser recomendado o uso dos mesmos.

Se for conhecida a taxa de corrosão de um material em determinado meio, o tempo de vida útil de um equipamento pode ser estimado. Assim uma espessura da parede pode ser projetada para atender características como pressão, temperatura, e o próprio peso do equipamento. A utilização de uma espessura extra para a corrosão, que é conhecida como sobreespessura de corrosão, que tem o objetivo de compensar a perda de massa por corrosão durante o tempo previsto para a operação do equipamento.

2.3.4) Corrosão intergranular

A sensitização dos aços inoxidáveis é conceituada como a formação de carbonetos complexos de Cromo, devido à combinação do Cromo com Carbono livre existente nos aços. Isto ocorre quando os aços cromo-níquel quando submetidos a temperaturas entre 450°C e 850°C, por um tempo sufi ciente, para que o material fique suscetível a corrosão intergranular. Este efeito de formação destes carbonetos complexos é conseqüência de tratamentos térmicos e soldagem. Em um estudo feito por Tavares et alii [2008] com o objetivo de analisar a influência da temperatura de envelhecimento e de um prévio tratamento térmico de solubilização, amostras do aço inoxidável austenítico AISI 304 foram envelhecidas a 650°C e 750℃ para intervalos de tempo de até 200 h. Alguma s amostras foram solubilizadas a temperatura de 1050°C durante 1h e temperadas em água antes do tratamento de envelhecimento. A corrosão intergranular foi investigada pelo método eletroquímico de reativação potenciocinética cíclica – DL-EPR (Double Loop Electrochemical Potentionkinetic Reactivation Method). Como eletrólito foi utilizado uma solução de 0,5M H₂SO₄ + 0,01 M KSCN. A perda de resistência à corrosão devido a regiões com ausência de cromo foi avaliada como a taxa Ir/Ia, aonde Ia a corrente anódica e I_r a corrente de reativação. Para valores de I_r/I_a próximo de zero implica na recuperação da resistência a corrosão [Tavares et alii, 2008]. Os resultados obtidos foram comparados com as amostras envelhecidas sem prévia solubilização (como recebido) e são apresentados na Figura 2.5.


Figura 2.5. Ir/la em função do tempo de envelhecimento a 650°C e 750°C para o material como recebido e solubilizado previamente [**Tavares** *et alii*, 2008].

O aumento no tempo de envelhecimento a temperatura de 750°C promoveu uma recuperação da capacidade de passivação (desensitização) do material, reduzindo I_r/I_a para zero. Esta condição foi atingida depois de 48 h para as amostras sem prévia solubilização e depois de 175 h para as amostras com prévia solubilização. Uma observação metalográfica para esta última condição, contudo, mostra uma estrutura tipo vala (ditch, ver **Figura 2.6**). Assim, o processo de recuperação da capacidade de passivação não é baseado na dissolução dos carbonetos $Cr_{23}C_6$, mas na magnitude da difusão do cromo para as regiões com ausência dele.



Figura 2.6. Microestrutura da amostra envelhecida a 750°C por 175 h [Tavares et alii, 2008].

O envelhecimento a 650°C também promoveu uma severa sensitização do material. Os valores de I_r/I_a medidos são significativamente maiores do que para as amostras envelhecidas a 750°C para o mesmo tempo. Além disso, a desensitização não foi observada depois de 200 h de envelhecimento a 650°C. Porque a desensitização é um processo controlado por difusão, e o aumento da temperatura de 650°C para 750°C gerou uma desensitização mais rápida que aumentou a recuperação da resistência à corrosão intergranular [**Tavares** *et alii*, 2008].

2.4) CORROSÃO - EROSÃO

2.4.1) Definição

Corrosão-erosão é a aceleração na taxa de deterioração ou ataque a um metal por causa do movimento relativo entre o fluído corrosivo, contendo partículas duras e sólidas, e a superfície do metal. Geralmente, este movimento é muito rápido e efeitos de desgaste mecânico por erosão estão envolvidos [**Fontana**, 1967].

A remoção do metal é feita a partir da superfície como íons dissolvidos, ou através da formação de produtos de corrosão sólidos que são removidos mecanicamente da superfície do metal.

Em inúmeros casos, a falha de um equipamento devido à corrosão – erosão acontece em um tempo relativamente curto. Além disso, esta falha ocorre de maneira inesperada, ou porque os testes de corrosão foram feitos em condições estáticas ou porque não foram levados em consideração os efeitos da erosão.

Muitos metais e ligas são susceptíveis ao dano por corrosão – erosão bem como também a maioria dos equipamentos expostos ao movimento de fluídos com sólidos em suspensão (slurries). Sistemas de tubulação, estranguladores, bombas, conexões, agitadores, lâminas de turbinas e reservatórios agitados, são alguns exemplos onde este tido de desgaste ocorre. O aparecimento de riscos, ondulações, cavidades arredondadas e vales, que freqüentemente, possuem uma tendência direcional, é a caracterização de uma superfície de um metal exposto a corrosão – erosão.

2.4.2) Efeito sinergético

O efeito sinergético é definido como sendo o fenômeno no qual ocorrem significativas interações entre os efeitos mecânicos e os efeitos eletroquímicos resultando assim em uma perda de massa do material maior do que a soma das perdas de massa conseguida quando cada efeito é analisado separadamente **[Neville e Hu**, 2001].

Muitos estudos foram realizados no decorrer dos últimos anos sob diversas condições de ensaio a fim de investigar a existência ou não do efeito sinergético e se possível quantificá-lo através da perda de massa por desgaste erosivo e a perda de massa por corrosão para aquela determinada condição [**Watson** *et alli*, 1995].

Neste presente estudo, o sinergismo total (S) é definido como a diferença entre a perda de massa total (T), obtida através dos ensaios de corrosão – erosão, e as perdas de massa de erosão pura (E) e corrosão pura (C).

$$S = T - E - C \tag{2.2}$$

Este sinergismo total (S) pode ser dividido em dois componentes:

S': Aumento da corrosão devido à erosão

S": Aumento da erosão devido à corrosão

Sendo que:

$$S = S' + S''$$
 (2.3)

E importante observar que o sinergismo pode ou não ocorrer e que ele depende do eletrólito presente, do material estudado, da condição de escoamento e de diversas condições tribológicas. Um pequeno efeito da erosão na corrosão é esperado em ligas metálicas expostas a um determinado eletrólito onde o comportamento da

perda de massa por corrosão não é dependente da presença de um filme passivo. Mas, por outro lado, em materiais como o aço inoxidável, onde a formação de um filme passivo exerce grande influência na resistência à corrosão, o efeito da erosão é considerável [**Madsen**, 1988].

2.4.3) Variáveis que afetam a taxa de corrosão – erosão

Uma vez que a corrosão pura e a erosão pura estão envolvidas com a corrosão – erosão, todos os fatores já mencionados devem ser considerados. Abaixo, são apresentados fatores relacionados a corrosão – erosão neste estudo.

1) Filme na superfície

As propriedades e a natureza do filme protetor que se forma em muitos metais e ligas são muito importantes no que se refere à resistência a corrosão – erosão.

A capacidade deste filme proteger a superfície metálica depende dos seguintes pontos:

- Da velocidade ou capacidade com que o filme é formado quando o metal é submetido ao ambiente corrosivo;
- Da sua resistência ao dano mecânico ou ao desgaste;
- Da sua capacidade de repassivar o metal quando o filme é removido ou danificado.

Em relação aos pontos acima citados, **Poulson** [1999] estudou a variação de mecanismos num processo de erosão-corrosão. Estes mecanismos são apresentados na **Tabela 2.3.**

Tabela 2.3. Espectro do processo de erosão-corrosão.

Dissolução dominante Escoamento reduz o filme protetor a uma espessura de equilíbrio a qual é uma função de ambos os processos, transferência de massa e cinética de crescimento. A taxa de erosão-corrosão é controlada pela dissolução do filme protetor.

Filme é localmente removido por dissolução, tensão induzida pelo fluido, ou impactos de partícula/bolhas: mas pode re-passivar. A taxa de erosãocorrosão é uma função da freqüência de remoção do filme, da taxa de dissolução do metal "nu" e da taxa de re-passivação subseqüente.

O filme é removido e não se forma novamente. A taxa de erosão-corrosão é a taxa na qual o metal "nu" pode ser dissolvido.

O filme é removido e a superfície do metal exposto é danificada mecanicamente o que contribui para a perda de massa total, i.e., a taxa de erosão-corrosão é igual à taxa de dissolução do metal nu, mas possível efeito sinérgico com o dano mecânico.

O filme é removido e o dano mecânico ao metal exposto é o mecanismo de dano dominante

Dano mecânico dominante

Assim, um filme de maior dureza, aderente e contínuo irá oferecer melhor proteção do que um filme com grande facilidade de remoção por esforços mecânicos ou pelo desgaste da superfície. Geralmente, a natureza do filme protetor que se forma em um dado metal depende do ambiente específico o qual o metal está exposto. O aço inoxidável é um exemplo de material altamente vulnerável à corrosão-erosão, já que ele depende da sua passividade para garantir a resistência à corrosão.

2) Turbulência

No escoamento turbulento ocorrem agitações maiores de um líquido quando comparado com um escoamento laminar. Como conseqüência desta característica, torna-se maior a freqüência com que partículas sólidas colidem contra a superfície de um material e assim tornando a formação do filme passivo mais difícil.

O tipo de escoamento obtido depende da taxa e da quantidade de fluido bombeado bem como da geometria e características de projeto do equipamento. Agitadores e estrangulamentos em tubulações são componentes típicos que operam sob a condição turbulenta.

3) Natureza do metal ou liga

Fatores como, a composição química, resistência à corrosão, dureza e o histórico metalúrgico de metais e ligas, podem influenciar no desempenho destes materiais sob condições de corrosão-erosão. A composição química tem papel fundamental na resistência à corrosão. Uma vez que, seja um metal ativo ou uma liga composta por elementos ativos, esta resistência à corrosão é devido à facilidade de se formar e de se manter filmes protetores sobre a superfície metálica.

3 – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os experimentos foram realizados com o objetivo de determinar a taxa de erosão, a taxa de corrosão e a taxa de corrosão-erosão de um aço inoxidável AISI 304 submetido a quatro condições: encruado, encruado e sensitizado, solubilizado e solubilizado e sensitizado. As condições dos ensaios foram pré-estabelecidas para que se pudesse verificar a influência dos tratamentos térmicos nas taxas de erosão, corrosão e corrosão-erosão, e também investigar para cada condição a presença de algum efeito sinergético que pudesse vir a acelerar a perda de massa do material. Nos testes de erosão, os tempos de ensaio foram de 10, 15, 20, 30, 45, 60, 90, 120 e 180 minutos com o objetivo de verificar a transição do regime transiente para o regime permanente. Já os testes de corrosão e corrosão foram de 60, 90 e 120 minutos. Para cada tempo de ensaio foram utilizadas quatro amostras.

3.1) Descrição do experimento

Todos os experimentos foram realizados no Laboratório de Materiais do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo.

3.1.1) Erosímetro

O erosímetro utilizado para realização dos testes pertence ao laboratório de materiais da UFES, e foi construído por **Bowen** [2004], que o empregou para o estudo da corrosão-erosão de aço para tubo de revestimento em meio contendo H₂S. O projeto deste erosímetro foi idealizado de acordo com **Clark** [1991], onde Clark empregou para comparar a perda de massa por erosão em quatro tipos de aço utilizados como material para tubos de revestimento na indústria petrolífera.

Todas as suas partes foram dimensionadas para que se pudesse garantir a suspensão das partículas sólidas abrasivas quando o mesmo fosse agitado [**Bowen**, 2004]. Durante os testes, deveria ser atingido um fluxo turbulento dentro do

reservatório, tal como ocorrem em poços de petróleo, e um alto índice de partículas em suspensão deveria colidir contra a amostra em diferentes ângulos de incidência.

O reservatório foi construído a partir de um tubo de aço inoxidável AISI 304 com 250 mm de diâmetro interno e 8 mm de espessura de parede, tendo como capacidade máxima 8 litros. Um eixo de aço inox vertical foi montado no centro, suportando duas amostras verticais a uma distância de 48 mm da rotação axial. Um agitador mecânico de 255 W de potência e rotação máxima de 2000 rpm, regulável através de uma caixa de engrenagens e equipado com tacômetro digital, foi utilizado para realização dos testes. O reservatório dispunha, ainda, de quatro tiras verticais, chamadas de baffles, dispostas 90 ° uma em relação a outra, e foi agitado com uma hélice do tipo naval de 120 mm de diâmetro com inclinação axial. A largura das tiras verticais (L_b) foi tomada com base no diâmetro do tanque (D_T), isto é L_b = 0,1 D_T, e as mesmas foram soldadas a uma distância de 2 mm da parede do reservatório para que não ficasse retida nenhuma partícula sólida na superfície das tiras. O conjunto tiras verticais – agitador tinha como função precípua manter o fluxo turbulento dentro do erosímetro, além de garantir a máxima suspensão das partículas sólidas. O erosímetro dispunha, ainda, de uma junta de vedação de borracha para que não ocorresse nenhum vazamento durante a realização dos experimentos. Os componentes do reservatório citados acima são mostrados na Figura 3.1.



Legenda:

- 1 Recipiente
- 2 Eixo de aço inox
- 3 Bucha de Vedação
- 4 Suporte de polietileno
- 5 Amostras
- 6 Hélice
- 7 Baffle
- 8 Válvula

Figura 3.1. Componentes do erosímetro [Bowen, 2004].

3.1.2) Amostras

As amostras foram obtidas a partir de uma barra de aço inoxidável AISI 304 com diâmetro de 3/16 polegadas (4,76mm) e 12 metros de comprimento, totalizando 200 amostras de comprimento igual a 60 mm. Algumas amostras foram tratadas termicamente para alcançar um grau de sensitização, e também foram solubilizadas. Os tratamentos térmicos são descritos mais adiante.

Durante os testes, as amostras foram fixadas em dois suportes de polietileno para evitar a geração de pilha eletroquímica (amostra-suporte) conforme ilustra a **Figura 3.2.** A área frontal sujeita ao impacto de cada amostra foi de 238,0 mm².



Figura 3.2. Amostra-suporte fixada ao eixo.

As taxas de erosão, de corrosão e de corrosão-erosão das amostras foram determinadas a partir da perda de massa medidas por gravimetria, isto é, pela diferença de peso antes e após os testes utilizando uma balança analítica Sartorius CP 225D com resolução de 0,01 mg.

3.1.3) Taxas

As taxas de erosão pura, corrosão pura e corrosão – erosão foram definidas como sendo a perda de massa do material por unidade de área e por unidade de tempo [g/mm².min]. As nomenclaturas adotadas foram R_t, R_c e R_{c-e} respectivamente. Esta definição foi utilizada para fazer comparações entre as perdas de massa obtidas nos três tipos de processos de desgaste.

3.1.4) Abrasivo

O abrasivo usado nos testes de erosão pura e corrosão - erosão foi a areia normal brasileira do IPT (Instituto de Pesquisas Tecnológicas) padronizada segundo as normas **NBR 7214** e **NBR 5734**, que contém a sílica como mineral predominante, na granulometria média de 150 µm. No experimento, foi adotada uma concentração de 4% em peso (184g) baseado em estudos anteriores [**Clark**, 1991] onde foi

constatado que com essa concentração não há interferência partícula-partícula que pudesse afetar os resultados.

3.1.5) Líquido

O líquido usado no experimento foi água destilada com densidade aproximada de 1000 Kg/m³ e viscosidade de 0,8927 centipoises à temperatura ambiente de 25 °C para minimizar os efeitos da corrosão. O volume de água nos ensaios foi de 4600 ml. Nos testes de corrosão pura e corrosão – erosão foi adotada uma solução proposta por **Tsujikawa** *et alii* [1993]. Esta solução é composta de 5% em peso de cloreto de sódio (NaCl) + 0,5 % em peso de ácido acético (CH₃COOH) + 10⁻³ mol/l de tiossulfato de sódio (Na₂S₂O₃).

3.1.6) Velocidade de teste

A velocidade adotada nos testes foi de 1500 \pm 50 rpm, que corresponde a uma velocidade de impacto de aproximadamente 7,5 \pm 0,4 m/s da areia contra a superfície do corpo de prova.

3.1.7) Desaeração com argônio

Antes de se iniciar os testes de corrosão pura e corrosão-erosão, o reservatório foi desaerado com argônio de alta pureza (99,99%) durante 30 minutos a uma vazão de 2 l/min. O objetivo deste procedimento foi remover o oxigênio contido no recipiente que poderia consumir o H₂S afetando os resultados dos ensaios e não possibilitando a verificação do dano causado pela solução utilizada, que simula uma baixa concentração de H₂S.

3.1.8) Tratamento térmico

O tratamento térmico foi realizado nas amostras utilizadas nos testes de erosão, corrosão e corrosão-erosão. A temperatura e o tempo escolhidos para o tratamento térmico foram de 650°C e 300 minutos, pois segundo estudos realizados por **Batista** *et alii* [2002], com esses parâmetros a microestrutura do aço apresentaria um elevado grau de sensitização. Durante o tratamento térmico, quatro amostras foram retiradas em intervalos de tempo diferentes para acompanhar a evolução do grau de sensitização (formação de carbonetos na microestrutura) e dureza (30, 90, 180 e 300 min). Nesta etapa, todas as amostras foram resfriadas ao ar livre.

Já na segunda etapa dos experimentos, foram utilizadas 100 amostras, onde todas as amostras foram solubilizadas à temperatura de 1050°C pelo período de tempo de 1 hora e depois tiveram um resfriamento rápido em água segundo **Tavares** *et alii,* [2008]. Após este tratamento, 50 amostras foram sensitizadas utilizando os mesmos parâmetros já mencionados. As condições das amostras utilizadas nos ensaios são apresentadas na **Tabela 3.1.**

Со	Quantidade	
Encruadas	Não Sensitizadas	50
	Sensitizadas	50
Solubilizadas	Não Sensitizadas	50
	Sensitizadas	50

 Tabela 3.1.
 Amostras utilizadas nos testes.

3.1.9) Ensaios de dureza e microdureza, metalografia e MEV

As quatro amostras tratadas termicamente com diferentes tempos e mais uma amostra não tratada foram embutidas em baquelite, foram lixadas, polidas e atacadas quimicamente para que se pudesse fazer a análise metalografica. O reagente utilizado foi o Villela (1g ácido pícrico, 5mL HCl, 100 mL etanol) durante 30 segundos.

A partir das fotos obtidas com o microscópio ótico foi feito, através do *software* GSA (Granulometria Semi-Automatica), uma estimativa do tamanho médio dos grãos das amostras sensitizadas nos tempos de 90, 180 e 300 minutos com aumento de 500 vezes.

Então, foi feita a análise no MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) com o recurso EDS (*energy dispersive x-ray detector*, ou EDX) para o cálculo da porcentagem de Cr na região do contorno de grão em função da distância, a medida que se afasta do centro para a extremidade.

O ensaio de dureza Vickers, com carga de 5 kgf, foi realizado em todas as amostras embutidas na baquelite, para comparar com o tamanho de grão e uma possível influência com as taxas de erosão, corrosão e corrosão-erosão.

Na seção transversal das amostras solubilizadas, sensitizadas e não sensitizadas, submetidas ao ensaio de erosão pura durante o tempo de 120 minutos, foi realizado o ensaio de microdureza Vickers, com carga de 200 gf. Nesta seção, as medições foram realizadas em duas regiões distintas, uma na região central da amostra e outra na região erodida, com o objetivo de analisar uma possível ocorrência de transformação de fase por deformação, através da variação de microdureza entre as regiões da seção transversal. Esta possível transformação poderia estar ocorrendo durante os ensaios de erosão pura e corrosão – erosão para estes tipos de amostras.

Foi feito também a análise no MEV das amostras ensaiadas no erosímetro para se verificar, a partir da topografia das amostras, os mecanismos de desgaste ocorridos durante os testes.

3.1.10) Procedimentos para realização dos ensaios no erosímetro

Foram seguidos procedimentos padrões de preparação durante todos os ensaios para que pudesse ser minimizado o erro decorrente da realização dos ensaios. Os mesmos são detalhados no ANEXO I.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1) Análise química

Os teores de Fe, Ni e Cr foram medidos por EDS para averiguar se o material estudado continha os teores especificados. Os resultados são apresentados na **Figura 4.1** e na **Tabela 4.1**.



Figura 4.1. Micrografia com um mapa de distribuição dos elementos Fe, Cr e Ni obtidos numa linha, da amostra encruada e sensitizada com aumento de 10000X. 20,0 kV.

Na micrografia pode ser visto que muitos carbonetos foram arrancados pelo ataque químico. Além disto, pode ser observado que houve um intenso ataque nos contornos de grão e também no interior dos grãos.

Tabela 1.1. Teores de Fe, Ni e Cr do aço inoxidável AISI 304.

Elemento	Teores especificados (% em peso)	Concentração (% em peso)	
Fe	70,9 a 66,5	72,2	
Ni	8,0 a 10,5	8,4	
Cr	18,0 a 20,0	19,4	

Os teores de Ni e Cr estão de acordo com a especificação [Acesita, 2006].

4.2) MEV da seção transversal de amostras não ensaiadas

Serão mostradas a seguir fotos das seções transversais tiradas no MEV das amostras não erodidas, mostrando a evolução da precipitação dos carbonetos de cromo. A **Figura 4.2** mostra a amostra como recebida, no estado encruado, onde percebem-se pequenos carbonetos de cromo provenientes, provavelmente, do processo de fabricação. As demais **Figuras**, **4.3** até **4.6**, mostram a evolução da sensitização onde é visível o aumento da quantidade e do tamanho dos carbonetos de cromo precipitados. É válido ressaltar que a amostra visualizada na **Figura 4.6**, sensitizada durante 300 minutos, foi à amostra utilizada nos testes de erosão pura, corrosão pura e corrosão-erosão.



Figura 4.2. Amostra encruada e não sensitizada. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X.



Figura 4.3. Amostra encruada e sensitizada durante 30 minutos. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X.



Figura 1.4. Amostra encruada e sensitizada durante 90 minutos. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X.



Figura 4.5. Amostra encruada e sensitizada durante 180 minutos. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X.



Figura 4.6. Amostra encruada e sensitizada durante 300 minutos. a) Aumento: 2000 X. b) Aumento: 5000 X.

4.3) Análise metalográfica e ensaio de dureza

Foi realizado ensaio de dureza Vickers no aço inoxidável AISI 304 encruado, encruado e sensitizado nos tempos de 30, 90, 180 e 300 minutos, solubilizado e solubilizado e sensitizado. Além disso, foi feita uma análise metalográfica dessas amostras e calculado o tamanho médio de grão das amostras submetidas às condições acima (**Figuras 4.7, 4.8, 4.9** e **4.10**), usando o software GSA, onde o tamanho médio do grão apresentou uma leve diminuição para as amostras encruadas e sensitizadas, porém pode-se considerar que não houve variação alguma devido à imprecisão do programa. Já para as amostras solubilizadas, o tamanho médio do grão apresentou um grande aumento como já era esperado. Não foi possível fazer a medição para as amostras nas condições encruada, encruada e sensitizada por 30 minutos e solubilizada - não sensitizada. Nesta última condição não foi possível fazer a medição porque o reagente não conseguiu deixar em evidência os contornos de grão. Os resultados são apresentados na **Tabela 4.2**.



Figura 4.7. Aço Inoxidável 304 sensitizado (300min) - Aumento: 500X



Figura 4.8. Aço Inoxidável 304 sensitizado (180min) - Aumento: 500X



Figura 4.9. Aço Inoxidável 304 sensitizado (90min) - Aumento: 500X



Figura 4.10. Aço Inoxidável AISI 304 solubilizado e sensitizado - Aumento: 500X

Condição	Tempo (min)	Temperatura (℃)	Dureza (HV5)	Tamanho de Grão (µm)
Encruado	-	-	347	-
Encruado e Sensitizado	30	650	298	-
	90		303	23,71
	180		288	22,54
	300		297	21,45
Solubilizado	60	1050	163	-
Solubilizado e Sensitizado	60/300	1050/650	171	113,90

Tabela 4.2. Dureza e tamanho de grão.

A dureza da amostra encruada, **Tabela 4.2**, não-sensitizada, apresenta um valor maior comparado às amostras que sofreram sensitização. Esta maior dureza ocorre graças ao processo de fabricação por conformação a frio onde tem-se encruamento do material, que após o tratamento térmico feito sofre alívio de tensão aumentando a ductilidade e diminuindo a dureza. O valor da dureza do material encruado (não sensitizado) está na faixa de aço inoxidável AISI 304 trabalhado a frio com cerca de

30 a 35% de redução [**Milad**, 2008]. Já as amostras solubilizadas tiveram uma dureza 48% menor do que as encrudas. Este resultado era esperado, uma vez que, uma das explicações para isto, seria de que a solubilização teve um efeito maior no alívio de tensões, aumentado ainda mais a ductilidade e diminuindo mais a dureza. A **Figura 4.11** apresenta os valores de dureza para todas as condições.



Figura 4.11. Dureza das amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas, encruadas-sensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas.

Na **Figura 4.12**, onde são mostradas as durezas das amostras encruadas não sensitizadas e das sensitizadas em função de tempo de tratamento térmico. Pode-se notar que a dureza cai significativamente com os primeiros minutos de tratamento, variando muito pouco com o passar do tempo, como no trabalho de **Tavares** *et alii* [2008].



Figura 4.12. Dureza em função do tempo de tratamento térmico do aço inoxidável AISI 304.

Segundo **Tavares** *et alii* [2008], esta queda de dureza pode ser atribuída à precipitação de carbonetos $Cr_{23}C_6$, sendo que essa precipitação é mais intensa nos primeiros instantes de aquecimento.

Para as amostras solubilizadas, sensitizadas e não sensitizadas, submetidas ao ensaio de erosão pura durante o tempo de 120 minutos, foi realizado na seção transversal o ensaio de microdureza Vickers. Estes resultados são apresentados nas **Figuras 4.13** e **4.14**.



Figura 4.13. Microdureza das amostras solubilizadas e não sensitizadas em função da região da seção transversal.



Figura 4.14. Microdureza das amostras solubilizadas e sensitizadas em função da região da seção transversal.

Podemos observar nas **Figuras 4.13** e **4.14** que não existe diferença estatística entre as microdurezas medidas na região central e na região erodida das amostras solubilizadas. Logo, podemos concluir que não houve variação da microdureza entre as regiões analisadas e conseqüentemente não ocorrendo à transformação de fase do material.

4.4) ENSAIOS DE EROSÃO PURA

Foram conduzidos testes de erosão pura para o aço inoxidável AISI 304, sendo que para prever o momento de transição entre o regime transiente, onde a taxa de erosão varia com mais intensidade, e o regime permanente, onde a taxa de erosão se estabiliza, foram feitos testes a partir de 10 minutos.

Foi observado que para o aço inoxidável encruado, os testes entre 10 e 45 minutos, a taxa de erosão variou continuamente caracterizando o regime transiente. Por conta disso, para as amostras encruadas-sensitizadas os tempos de 20 e 45 não foram feitos já prevendo o regime transiente. As amostras solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas foram ensaiadas nos tempos de 20, 30, 60, 90, 120 e 180 minutos.

Os resultados obtidos de taxa de erosão e perda de massa em relação ao tempo das amostras encruadas, encruadas-sensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas são mostrados nas **Figuras 4.15** e **4.16**.



Figura 4.15. Taxa de erosão das amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas, encruadassensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas com o tempo.



Figura 4.16. Perda de massa das amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas, encruadassensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas com o tempo.

Nota-se, na **Figura 4.15**, que a partir de 60 minutos, para as amostras encruadas e encruadas-sensitizadas, a taxa de erosão tendeu a ser uniforme, assim, o intervalo de 60 a 180 minutos pode ser considerado como intervalo de tempo em que a perda de massa do material se deu no regime permanente. A sensitização, nas amostras encruadas, não afetou a resistência à erosão do aço inoxidável AISI 304, pois tomando o mesmo intervalo de tempo, a taxa de erosão foi praticamente igual para as amostras não sensitizadas e sensitizadas. Isto pode ser devido ao fato de que a sensitização influenciou pouco na dureza do material, já que dureza das amostras encruadas não sensitizadas e sensitizadas foram de 348 HV e 299 HV respectivamente.

Já as amostras solubilizadas tiveram a maior taxa de erosão para ambas as condições, não sensitizadas e sensitizadas. Isto mostra que a dureza das amostras teve forte influência nas taxas de desgaste, uma vez que as amostras solubilizadas tiveram uma dureza em média 48% menor do que as das encruadas, e uma taxa de erosão três vezes maior do que as amostras encruadas. Estes resultados comprovam os resultados obtidos por **Recco** *et alii*, [2007] e **Divakar** *et alii*, [2005],

apesar deste último ter estudado um aço inoxidável AISI 316, mas que possui a mesma classificação do material utilizado neste estudo. A sensitização, nas amostras solubilizadas, não afetou negativamente a resistência à erosão, pois segundo a literatura, seu efeito está relacionado com a corrosão.

Na **Figura 4.15** é também observada para as amostras solubilizadas uma significativa variação da taxa de erosão com o tempo. Este comportamento poderia ser explicado, segundo a literatura, pela ocorrência de uma possível transformação de fase devido à deformação gerada pelos impactos das partículas erosivas. Esta hipótese não foi confirmada pelo ensaio de microdureza (ver **Figuras 4.13** e **4.14**), assim, as taxas de erosão para as amostras solubilizadas, tendem a ser uniformes a partir do tempo de 120 minutos, visto que, a variação da taxa de erosão do tempo de 120 minutos para o tempo de 180 minutos é menor se comparada com os outros intervalos de tempo.

As taxas de erosão média para as amostras encruadas e solubilizadas foram de $6,83 \times 10^{-7}$ g/mm².min e 2,23 x 10^{-6} g/mm².min respectivamente. Estas taxas foram obtidas a partir da média das taxas de erosão dos testes de 60, 90 e 120 minutos, e correspondem a uma penetração no material de 0,123 mm/dia e 0,402 mm/dia ou 44,8 mm/ano e 146,7 mm/ano, respectivamente. As taxas erosão média, para ambas as condições, estão na mesma ordem de grandeza que as encontras por **Clark** [1991] e por **Bowen** [2004].

No regime permanente houve um aumento proporcional da perda de massa do material em relação ao tempo (ver **Figura 4.16**) e todos os pontos tenderam a formar uma reta com pequena dispersão em torno da linha média. Acima de 180 minutos existe o arredondamento da partícula abrasiva segundo **Bowen** [2004].

4.5) ENSAIOS DE CORROSÃO PURA

Nos ensaios de corrosão pura as amostras foram ensaiadas dentro da solução proposta por Tsujikawa e colaboradores. A solução é composta de 5% em peso de cloreto de sódio (NaCl) + 0,5 % em peso de ácido acético (CH₃COOH) + 10^{-3} mol/l de tiossulfato de sódio (Na₂S₂O₃). Os ensaios foram realizados em uma atmosfera previamente desaerada com argônio, por 30 minutos, a uma vazão de 2 l/min. Os resultados dos testes são apresentados na **Figura 4.17**.



Figura 4.17. Taxa de corrosão das amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas, encruadassensitizadas, solubilizadas e solubilizadas-sensitizadas com o tempo.

Foram observadas perdas de massa por corrosão de duas a seis vezes menores em relação às que haviam sido observadas durante os ensaios de erosão no intervalo de tempo de 60 a 120 minutos. Para as amostras encruadas, as não sensitizadas tiveram uma perda de massa por corrosão seis vezes menor do que por erosão, no entanto, as sensitizadas tiveram uma perda de massa por corrosão solubilizadas, as não sensitizadas tiveram uma perda de massa por corrosão solubilizadas, as não sensitizadas tiveram uma perda de massa por corrosão quatro vezes menor do que por erosão, já para as sensitizadas a perda de massa por corrosão foi duas vezes menor.

Para as amostras encruadas, as sensitizadas tiveram uma taxa de corrosão 49% maior do que as não sensitizadas. Já as solubilizadas tiveram uma taxa de corrosão quatro vezes maior do que as encruadas devido a sua menor dureza para resistir às tensões de cisalhamento geradas no escoamento, enquanto que para esta mesma condição, as sensitizadas tiveram uma taxa de corrosão 18% maior do as não sensitizadas. Os resultados encontrados para as amostras sensitizadas para ambas as condições comprovam a literatura, uma vez que a sensitização afetou negativamente na resistência à corrosão, tornando o aço inoxidável AISI 304 suscetível a corrosão intergranular como era esperado, já os resultados obtidos para as amostras solubilizadas estão de acordo com os resultados obtidos por **Tavares** *et alii*, [2008].

Através da **Equação 2.1** foi medida a taxa de corrosão segundo a penetração do material, considerando a corrosão como uniforme. Os valores obtidos para as amostras encruadas variam de 202 – 560 milésimos de polegada por ano (mpy), que equivale a uma penetração de 5 – 14 mm por ano. Para as amostras solubilizadas estes valores variam de 1383 – 2104 milésimos de polegada por ano (mpy), que equivale a uma penetração de 35 – 53 mm por ano. Com base nesses valores encontrados e segundo a classificação apresentada anteriormente [**Gentil**, 1996], o aço inoxidável AISI 304, sobe todas as condições acima citadas, se enquadra no patamar de materiais com pouca resistência à corrosão nesta solução.

4.6) ENSAIOS DE CORROSÃO - EROSÃO

Os ensaios de corrosão-erosão foram realizados, também, utilizando-se a solução proposta por Tsujikawa e colaboradores. O meio lamacento corrosivo foi composto da solução mais a mesma quantidade de areia utilizada nos ensaios de erosão pura. Os ensaios foram realizados em uma atmosfera previamente desaerada com argônio, por 30 minutos, a uma vazão de 2 l/min. O intervalo de tempo analisado foi de 60 a 120 minutos. Este intervalo foi adotado com base nos experimentos de erosão pura, onde o desgaste se deu dentro do regime permanente, possibilitando verificar a existência ou não do efeito sinergético para as dadas condições de ensaio. Os resultados obtidos para todas as condições são apresentados na **Figura 4.18.**





As amostras solubilizadas tiveram uma perda de massa por corrosão-erosão três vezes maior do que as amostras encruadas, lembrando que estas mesmas amostras tiveram uma perda e massa por erosão também três vezes maior do que as amostras encruadas no intervalo de tempo de 60 a 120 minutos. Isto evidencia o

grande efeito da dureza no processo de desgaste, uma vez que, estas amostras tiveram uma dureza 48% menor do às encruadas. Assim o efeito da dureza foi maior do que o efeito da sensitização para as amostras solubilizadas, pois as solubilizadas e não sensitizadas tiveram uma taxa de corrosão-erosão 12% maior do às sensitizadas.

Nas amostras encruadas, o efeito da dureza também foi percebido. No entanto, a sensitização que gerou esta menor dureza e não a solubilização para as amostras solubilizadas. As amostras encruadas e sensitizadas tiveram uma taxa de corrosão-erosão 14% maior do às amostras não sensitizadas. As **Figuras 4.19** e **4.20** mostram as taxas de perda de massa por corrosão-erosão, erosão pura e corrosão pura para as condições encruada e solubilizada.



Figura 4.19. Taxas de corrosão-erosão (CE), erosão pura (EP) e corrosão pura (CP) com o tempo para as amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas.



Figura 4.20. Taxas de corrosão-erosão (CE), erosão pura (EP) e corrosão pura (CP) com o tempo para as amostras de aço inoxidável AISI 304 solubilizadas.

Foi observado o efeito sinergético para dadas condições de ensaio no intervalo de tempo de 60 a 120 minutos, uma vez que a diferença de perda de massa do material obtida, através da **Equação 2.2**, foi considerável para os três tempos analisados e todos os tipos de amostras e, somente em dois casos foi inexistente. Os resultados obtidos são apresentados na **Tabela 4.3**.

AÇO INOXIDÁVEL AISI 304										
ENCRUADO										
NÃO SENSITIZADO	TEMPO	PERDA DE MASSA (g)								
	(min)	EROSÃO PURA	CORROSÃO PURA	CORROSÃO-EROSÃO	EFEITO SINERGÉTICO	%				
	60	0,01018	0,00136	0,01414	0,00261	18,4				
	90	0,01451	0,00223	0,01506	INEXISTENTE	-				
	120	0,01960	0,00262	0,02913	0,00691	23,7				
O TEMP	TEMPO	PERDA DE MASSA (g)								
	(min)	EROSÃO PURA	CORROSÃO PURA	CORROSÃO-EROSÃO	EFEITO SINERGÉTICO	%				
SITIZ	60	0,01018	0,00136	0,01412	0,00259	18,3				
SENS	90	0,01451	0,00459	0,01953	0,00043	2,2				
	120	0,01960	0,00621	0,02875	0,00294	10,2				
SOLUBILIZADO										
DO	TEMPO	PERDA DE MASSA (g)								
TIZA	(min)	EROSÃO PURA	CORROSÃO PURA	CORROSÃO-EROSÃO	EFEITO SINERGÉTICO	%				
.ISN:	60	0,04514	0,00902	0,06509	0,01093	16,8				
) SE	90	0,04931	0,01228	0,07137	0,00979	13,7				
NĂ(120	0,05442	0,01534	0,08590	0,01614	18,8				
•	TEMPO (min)	PERDA DE MASSA (g)								
ADO		EROSÃO PURA	CORROSÃO PURA	CORROSÃO-EROSÃO	EFEITO SINERGÉTICO	%				
SITIZ	60	0,03425	0,01167	0,05063	0,00472	9,3				
SENS	90	0,04282	0,01426	0,05953	0,00246	4,1				
	120	0.04657	0.01850	0.06374	INEXISTENTE	-				

 Tabela 4.3. Efeito sinergético calculado dentro do regime permanente para as amostras de aço inoxidável AISI 304 encruadas e solubilizadas.

Segundo a classificação proposta por **Stack** *et alii* [1999], citado em **Bowen** [2004], o regime no qual se deu a perda de massa do material pode ser classificado como erosão-corrosão dominante, já que a perda de massa por erosão, dentro regime permanente, foi em média quatro vezes maior do que a perda de massa por corrosão.

4.7) ANÁLISE SUPERFICIAL DAS AMOSTRAS

Foram analisadas no MEV as amostras de aço inoxidável AISI 304 nas seguintes condições: encruadas, sensitizadas e não sensitizadas e as amostras solubilizadas, também sensitizadas e não sensitizadas.

Para as amostras encruadas e sensitizadas, foi utilizado na análise as amostras submetidas aos testes nos tempos de 10 e 120 minutos. Nos outros tipos de amostras a análise foi feita utilizando somente as amostras ensaiadas durante 120 minutos.

Iniciando pelo desgaste erosivo, são mostradas abaixo, as amostras que sofreram e não sofreram este tipo de desgaste. Nas amostras encruadas e não sensitizadas, observamos na **Figura 4.21** deformações geradas pelo desgaste erosivo, evidenciando assim, o mecanismo dúctil de perda de massa por este tipo de desgaste.



Figura 4.21. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face erodida com aumento de 1000 X; b) parte central da face erodida com aumento de 4000 X.

Nas amostras encruadas e sensitizadas, foi feita uma primeira análise na amostra submetida ao teste de 10 minutos. Estas amostras apresentaram marcas provenientes do processo de fabricação. Estas marcas são características do processo de trefilação, e podem ser vistas na **Figura 4.22**.



Figura 4.22. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, sensitizada, submetida a 10 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte não erodida da amostra com aumento de 1000 X; b) parte não erodida da amostra com aumento de 2000 X. Ambas apresentam marcas provenientes do processo de trefilação.

As amostras submetidas a 10 minutos de ensaio não sofreram desgaste erosivo necessário para eliminar completamente as marcas deixadas da trefilação, como pode ser visto nas **Figuras 4.23** e **4.24**. A foto 'b' da **Figura 4.23** foi tirada próxima do centro da face erodida, com um aumento de 1000 vezes, e nela pôde-se observar, além das marcas do processo, marcas do desgaste erosivo quando o ângulo de impacto aproxima-se de 90°.



Figura 4.23 Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, sensitizada, submetida 10 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face erodida com aumento de 52 X; b) parte central da face erodida com aumento de 1000 X, mostrando ainda, algumas marcas da trefilação.

As amostras submetidas a 120 minutos de ensaio erosivo puro sofreram desgaste erosivo eliminando completamente as marcas deixadas pelo processo de fabricação. A foto 'b' da **Figura 4.24**, tirada próxima do centro da face erodida, mostrada na foto 'a', também sofreu desgaste, pelo mecanismo dúctil do tipo microcorte, como visto anteriormente nas amostras ensaiadas durante 10 minutos.



Figura 4.24. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, sensitizada, submetida 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face erodida com aumento de 52 X; b) parte central da face erodida com aumento de 1000 X, apresentando marcas de desgaste erosivo proveniente de impactos normais.

A **Figura 4.25** mostra os riscos, devido aos impactos oblíquos gerados na extremidade da amostra ensaiada durante 120 minutos.


Figura 4.25. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) próximo da extremidade erodida com aumento de 1000 X; b) próximo da extremidade erodida com aumento de 2000 X. Ambas apresentam marcas de desgaste erosivo com alguns riscos provenientes de impactos oblíquos.

Nas amostras solubilizadas, também ficou claro que o mecanismo atuante de perda de massa pelo processo erosivo é o mecanismo dúctil, mas para estas amostras o tipo de mecanismo dúctil é o de fadiga da superfície e substrato, uma vez que, isto é evidenciado pelo lascamento do material. As **Figuras 4.26** e **4.27** mostram este tipo de mecanismo.



Figura 4.26. Fotos tiradas no MEV da amostra solubilizada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face erodida com aumento de 1000 X; b) parte central da face erodida com aumento de 4000 X.



Figura 4.27. Fotos tiradas no MEV da amostra solubilizada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face erodida com aumento de 1000 X; b) parte central da face erodida com aumento de 4000 X.

Para o dano por corrosão, é mostrada abaixo, a região central das amostras corroídas, submetida ao teste de corrosão pura durante 120 minutos, com prévia desaeração. As **Figuras 4.28** a **4.31** mostram a superfície das amostras ensaiadas neste teste.



Figura 4.28. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra corroída com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra corroída com aumento de 4000X.



Figura 4.29. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra corroída com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra corroída com aumento de 4000X.



Figura 4.30. Fotos tiradas no MEV da amostra solubilizada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra corroída com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra corroída com aumento de 4000X.



Figura 4.31. Fotos tiradas no MEV da amostra solubilizada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra corroída com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra corroída com aumento de 4000X.

Para estas mesmas amostras, foi feito análise química através do recurso EDS visando identificar a composição química dos produtos de corrosão. Estes resultados são mostrados nas **Figuras 4.32** a **4.35**.



Figura 4.32. EDS da amostra encruada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio de corrosão pura. a) Análise química. b) Região analisada com aumento de 2000 X.



Figura 4.33. EDS da amostra encruada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio de corrosão pura. a) Análise química. b) Região analisada com aumento de 1000 X.



Figura 4.34. EDS da amostra solubilizada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio de corrosão pura. a) Análise química. b) Região analisada com aumento de 1000 X.



Figura 4.35. EDS da amostra solubilizada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio de corrosão pura. a) Análise química. b) Região analisada com aumento de 500 X.

As figuras acima apresentam as superfícies das diferentes amostras expostas à solução de tiosulfato durante 2 horas. Três tipos de amostras, as encruadas sensitizadas ou não e as solubilizadas e não sensitizadas, submetidas ao ensaio de corrosão pura, possuem regiões contendo enxofre. A presença de regiões ricas em enxofre (ver **Figuras 4.32** a **4.34**) seria um indicativo de que a redução do íon tiosulfato está ocorrendo sobre a superfície nua da liga, produzida pela quebra do filme passivo pela tensão de cisalhamento causada pelo escoamento. Durante esta redução, ilhas de sulfetos são formadas (ver **Figura 4.28**). **Duret-Thual** *et alii*, [1997], observaram o crescimento das ilhas de sulfetos com o tempo de exposição e sugeriram que os íons tiosulfato podem ser reduzidos na superfície dos próprios sulfetos. De acordo com este mecanismo, inclusões emergentes de sulfetos também podem ser sítios preferenciais de redução dos íons tiosulfato e dos efeitos subseqüentes na corrosão.

Além disto, as superfícies mais irregulares são as pertencentes às amostras que perderam mais massa na corrosão, ou seja, as solubilizadas, como mostram as **Figuras 4.30** e **4.31**. Segundo o modelo de **Duret-Thual** *et alii*, [1997] a superfície de um aço inoxidável exposto à solução de íons tiosulfato seria composta de ilhas de óxidos (ver **Figura 4.35**) e de sulfetos, recobertas por uma camada de hidróxido. Este modelo é uma possível explicação para o aspecto observado nas **Figuras 4.28** a **4.31**, pois como o crescimento de fases de diferentes volumes, a camada formada apresenta trincas que permitem a exposição do metal.

Na corrosão-erosão, também foram observadas deformações plásticas, como no desgaste puramente erosivo, devido ao impacto frontal das partículas abrasivas em suspensão no meio lamacento, caracterizando assim o mecanismo dúctil pelo qual se deu o desgaste. Nas **Figuras 4.36** a **4.39** são mostrados os aspectos superficiais das amostras submetidas a 120 minutos de teste, para as quatro condições.



Figura 4.36. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 4000X.



Figura 4.37. Fotos tiradas no MEV da amostra encruada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 4000X.



Figura 4.38. Fotos tiradas no MEV da amostra solubilizada, não sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 4000X.



Figura 4.39. Fotos tiradas no MEV da amostra solubilizada, sensitizada, submetida a 120 minutos de ensaio no erosímetro. a) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 1000X; b) parte central da face da amostra submetida à corrosão-erosão com aumento de 4000X.

Nas **Figuras 4.36** a **4.39** observamos a superfície gerada pela corrosão-erosão se assemelha muito com as observadas na erosão pura, para as amostras encruadas e solubilizadas. Outro ponto que podemos ver, é que as superfícies geradas na corrosão-erosão, para as amostras encruadas, sensitizadas ou não, são muito semelhantes, acontecendo o mesmo para as amostras solubilizadas. Também fica claro nas figuras acima, o fato de que não são vistos os aspectos superficiais de corrosão, uma vez que, na corrosão-erosão são combinados os efeitos da erosão com da corrosão.

5 – CONCLUSÕES

- A dureza medida da amostra trabalhada a frio, antes e depois do tratamento térmico, coincide com literatura.
- A perda de massa e a taxa de erosão, obtidas a partir dos experimentos realizados no erosímetro se mostraram compatíveis com a literatura.
- A diferença de dureza entre as amostras encruadas, não sensitizadas e sensitizadas, não influenciou a taxa de erosão.
- 4) A solubilização teve grande influência na taxa de erosão, pois a dureza das amostras solubilizadas foi a metade do que as amostras encruadas, com isso, a taxa de erosão das amostras solubilizadas foi em média 3 vezes maior do as encruadas.
- 5) A taxa de corrosão foi de 2 a 6 vezes menor do que a taxa de erosão dentro do intervalo de tempo analisado e para ambas condições, e o regime no qual de seu a perda de massa do material pode ser classificado como erosão-corrosão dominante.
- 6) Na corrosão pura, foi observada a formação de ilhas de sulfeto, regiões ricas em enxofre, devido à redução do íon tiosulfato sobre a superfície nua da liga, superfície esta gerada em conseqüência da quebra do filme passivo pela tensão de cisalhamento causada pelo escoamento.
- As amostras solubilizadas tiveram uma perda de massa por corrosão-erosão três vezes maior do que as amostras encruadas.
- 8) O mecanismo pelo qual se deu a perda de massa por erosão pura e corrosãoerosão é o mecanismo dúctil, mas o tipo de mecanismo dúctil variou de microcorte na condição encruada para fadiga superficial na condição solubilizada.

 Foi observado o efeito sinergético, para determinados tempos de ensaio para todos os tipos de amostras.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Alguns dos aspectos que foram estudos neste trabalho merecem ser investigados com mais detalhes visando garantir uma maior compreensão do complexo fenômeno da corrosão-erosão:

- Ensaios de erosão pura, corrosão pura e corrosão-erosão em matérias trabalhados a frio com diferentes reduções, visando analisar o efeito do encruamento.
- Utilização do método eletroquímico de reativação potenciocinética cíclica DL-EPR visando identificar o grau de sensitização e realizar uma comparação entre os resultados obtidos nesta técnica com os obtidos neste estudo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACESITA. "Especificações técnicas." Edição 1. Outubro de 2006.

BATISTA, S. L. G.; CAVALCANTI, E.H.S.; MATLAKHOV, A.N.; MATLAKHOVA, L.A.; CORRÊA, R.C. "Monitoramento de corrosão intergranular de um aço inoxidável através da reativação eletroquímica potenciocinética", 2002.

BOWEN, E. C. "Corrosão-erosão de aço para tubo de revestimento em meio contendo H₂S", dissertação de mestrado, PPGEM-UFES, 2004.

CARBÓ, H. M. "Aço Inoxidável - Aplicações e Especificações" - Acesita 2001.

COSTA, R.C.S.; RAMALHO, G.L.B.; LOPES, D.F.A.; MEDEIROS, F.N.S.; MEDEIROS, L.C.L.; BRUNO, A. D. S. "Avaliação da sensitização do aço inoxidável AISI 304L através de imagens micrográficas", 2005.

CLARK, H. McI, "A comparison of the erosion rate of casing steels by sand-oil suspensions", *Wear*, vol. 151, pp: 217-230, 1991

CLARK, H. Mcl. "Particle velocity and size effects in laboratory slurry erosion measurements OR... do you know what your particles are doing?", *Tribology International*, vol. 35, pp. 617-624, 2002

CLARK, H. McI.; WONG, K. K.; LYNN, R.S. "On the particle size effect in slurry erosion." *Wear,* vol. 149, pp. 55-71, 1991.

CLARK, H. McI.; WONG, K. K. "A model of particle velocities and trajectories in a slurry pot erosion tester." *Wear*, vol. 160, pp. 95-104, 1993

CHEN, D.; SARUMI M.; AI-HASSANI, S. T. S.; GAN. S.; YIN, Z. "A model for erosion at normal impact." Wear, vol. 205, pp: 32-39, 1997.

DIVAKAR M.; AGARWAL V. K.; SINGH S. N. "Effect of the material surface hardness on the erosion of AISI 316." *Wear* vol. 259, pp: 110–117, 2005.

DURET-THUAL, C., COSTA, D., YANG, W. P., MARCUS P. "The role of thiosulfates in the pitting corrosion of fe-17cr alloys in neutral chloride solution: electrochemical and xps study." **Corrosion Science**, vol. 39, no. 5, pp. 913-933, 1997.

FONTANA, M. G., GREENE, M. D., *Corrosion Engineering*. New York, Mc Graw-Hill Book Company, 1967.

GENTIL, V. Corrosão. 3 ed. Rio de Janeiro, Livros técnicos e científicos, 1996.

HUTCHINGS, I.M. "Tribology", London, British Library, 1992.

HUTCHINGS, I. M. "A model for the erosion of metals by spherical particles at normal incidence." *Wear,* vol. 70, pp: 269 – 281, 1981.

IOPE, Corrosão intergranular. Disponível em: www.iope.com.br/3i_corrosao_3.htm. Acesso em: 20 jul. 2008.

LOWE, J; PONCIANO, J. A. "Avaliação da fragilização por hidrogênio de um aço de alta resistência e baixa liga em soluções de tiossulfato de sódio", Congresso da ABM, 2000.

MADSEN, B. W. "Measurement of erosion-corrosion synergism with a slurry wear test apparatus." *Wear*, vol. 123, pp. 127-142, 1988.

MILAD, M.; ZREIBA, N.; ELHALOUANI F.; BARADAI C. "The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel." Journal of materials processing technology, vol. 203, pp: 80–85, 2008.

NEVILLE, A., HU, X. "Mechanical and electrochemical interactions during liquid-solid impingement on high-alloy stainless steels." *Wear*, vol. 251, pp: 1284-1294, 2001.

OCHOA, D. M. L., "Estudo do desgaste erosivo-corrosivo de aços inoxidáveis de alto nitrogênio em meio lamacento", Tese de doutorado, USP, 2007

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. "Aços inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades", Curitiba, Ed. Hemus, 2004.

POULSON, B. "Complexities in predicting erosion corrosion." *Wear* vol. 233–235, pp 497–504, 1999.

RECCO, A. A. C.; LÓPEZ D.; BEVILACQUA A. F.; DA SILVA, F.; TSCHIPTSCHIN, A. P. "Improvement of the slurry erosion resistance of an austenitic stainless steel with combinations of surface treatments: Nitriding and TiN coating." *Surface & Coatings Technology* vol. 202, pp: 993–997, 2007.

SILVA, C. C.; MACHADO, J. P. S. E.; SANT'ANA, H. B.; FARIAS, J. P. "Estudo da Sensitização causa pelo ciclo térmico de soldagem no aço inoxidável superferrítico AISI 444", 2005

STACK, M. M. *et alii*, "Some recent advances in the development of theoretical approaches for the construction of erosion-corrosion maps in aqueous solution." **Wear**, vol. 233-235, pp. 535-541, 1999.

SUNDARARAJAN, G.; SHEWMON P. G. "A new model for the erosion of metals at normal incidence." *Wear*, vol. 84, pp 237 – 258, 1983.

TAVARES, S.S.M.; YAE KINA, A.; SOUZA, V. M.; PARDAL, J. M.; SOUZA, J.A. "Microstructure and intergranular corrosion resistance evaluation of AISI 304 steel for high temperature service." *Materials characterization*, vol. 59, pp. 651 – 655, 2008.

TSUJIKAWA, S. *et alii*, "Alternative for evaluating sour gas resistence of low-alloy steel and corrosion-resistant alloys", *Corrosion*, vol. 9, n°5, pp 409-419, 1993.

WANG, Q. L.; XU, P. E. "Wear of alloy steels in silica sand slurry." Proceedings of The Int. Conf. on Wear of Materials, pp. 671-676, 1985

WATSON, S. W. *et alii*, "Wear of alloy steels in silica sand slurry." Proceedings of The Int. Conf. on Wear of Materials, pp. 671-676, 1995.

YAE KINA, A.; SOUZA, V.M.; TAVARES S.S.M.; PARDAL, J.M.; SOUZA J.A. "Microstructure and intergranular corrosion resistance evaluation of AISI 304 steel for high temperature service", *Materials Characterization*, vol. 59, pp: 651 – 655, 2008.

ZANETIC, S. T. ; ALONSO-FALLEIROS, N. Determinação do grau de sensitização de aços inoxidáveis austeníticos pelo método DL-EPR. Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo, São Paulo, v. BT-10, p. 107-114, 2001.

ZUM GAHR, K.H. "Microstructure and wear of materials", 1987.

ANEXOS

ANEXO I – PROCEDIMENTOS DE ENSAIOS

Ensaios de erosão

01 – Colocar 4600 ml de água no tanque de aço inoxidável com o auxílio de um Becker de 2 litros.

02 – Colocar 4% em peso (184 gramas) de areia padrão 150 μm dentro do tanque de aço inoxidável.

03 – Retirar 2 corpos de prova do desumidificador e realizar o processo de limpeza dos mesmos (ver limpeza).

04 – Realizar a pesagem dos 2 corpos de prova de forma separada (ver procedimento de pesagem).

OBS: Manter a tampa da balança fechada e todos os equipamentos que gerem vibração desligados.

05 – Prender os corpos de prova no suporte com o auxílio de uma pinça tomando cuidado para que o mesmo não efetue nenhuma rotação em torno do seu eixo.

06 – Fixar a hélice na haste.

07 – Fixar o conjunto (CP's, suporte e haste) no motor já encaixado por dentro da tampa.

08 – Posicionar o motor com relação à altura no suporte tipo ferradura (ver marcação).

OBS: Foram feitas marcações para que não houvesse divergência no posicionamento dos CP's.

09 – Posicionar a haste com relação à altura do mandril (ver marcação).

10 – Ligar o equipamento e estabilizar a rotação por volta do valor desejado.

11 – Após o término do ensaio, seguir os procedimentos de limpeza e pesagem.

12 – Numerá-los e guardá-los no vasilhame do vidro.

Ensaios de corrosão

01 – Pesar 230 g de NaCl e 1,1408 g de tiossulfato de sódio na balança analítica.

02 – Dissolver metade do NaCl e do tiossulfato em água destilada dentro de um balão de 2 litros.

03 – Adicionar 17,48 ml de ácido acético dentro do balão e misturar a solução.

04 - Repetir o procedimento 2.

05 – Repetir o procedimento 3.

06 – Virar os 4 litros de solução no tanque de aço inox e adicionar mais 600 ml de água destilada.

07 – Retirar 2 corpos de prova do dessumidificador e realizar o processo de limpeza dos mesmos conforme procedimento de limpeza.

08 – Realizar a pesagem de 2 corpos de prova de forma separada conforme procedimento de pesagem.

09 – Prender os corpos de prova no suporte com auxilio de uma pinça tomando cuidado para que o mesmo não efetue nenhuma rotação em torno do seu eixo.

10 – Fixar a hélice na haste.

11 – Fixar o conjunto (CP's, suporte e haste) no motor já encaixado por dentro da tampa.

12 – Posicionar o motor com relação à altura no suporte tipo ferradura conforme marcação.

13 – Posicionar a haste com relação à altura do mandril conforme marcação.

14 – Desaerar o tanque com argônio de alta pureza (99,99%) durante 30 minutos com uma vazão de 2l/min.

15 – Ligar o equipamento e estabilizar a rotação por volta do valor desejado.

16 – Após o término do ensaio, seguir os procedimentos de limpeza e pesagem.

17 – Numerá-los e guardá-los no vasilhame de vidro.

Ensaios de corrosão – erosão

01 – Pesar 230 g de NaCl, 1,1408 g de tiossulfato de sódio e 184 g de areia padrão na balança analítica.

02 – Dissolver metade do NaCl e do tiossulfato em água destilada dentro de um balão de 2 litros.

03 – Adicionar 17,48 ml de ácido acético dentro do balão e misturar a solução.

04 – Repetir o procedimento 2.

05 – Repetir o procedimento 3.

06 – Virar os 4 litros de solução no tanque de aço inox e adicionar mais 600 ml de água destilada e as 184 g de areia padrão.

07 – Retirar 2 corpos de prova do dessumidificador e realizar o processo de limpeza dos mesmos conforme procedimento de limpeza.

08 – Realizar a pesagem de 2 corpos de prova de forma separada conforme procedimento de pesagem.

09 – Prender os corpos de prova no suporte com auxilio de uma pinça tomando cuidado para que o mesmo não efetue nenhuma rotação em torno do seu eixo.

10 – Fixar a hélice na haste.

11 – Fixar o conjunto (CP's, suporte e haste) no motor já encaixado por dentro da tampa.

12 – Posicionar o motor com relação à altura no suporte tipo ferradura conforme marcação.

13 – Posicionar a haste com relação à altura do mandril conforme marcação.

14 – Desaerar o tanque com argônio de alta pureza (99,99%) durante 30 minutos com uma vazão de 2l/min.

15 – Ligar o equipamento e estabilizar a rotação por volta do valor desejado.

16 – Após o término do ensaio, seguir os procedimentos de limpeza e pesagem.

17 – Numerá-los e guardá-los no vasilhame de vidro.

Limpeza dos corpos de prova

1 – Retirar 2 CP's do dessumidificador.

OBS: Os CP's estarão imersos em óleo para evitar a oxidação.

2 – Lavá-lo com detergente em água corrente com o auxílio de uma esponja macia, por aproximadamente 2 minutos.

3 – Deixar os CP's imersos em acetona dentro de um Becker (250ml), por 8 minutos com o auxílio do utra-som.

OBS: Retirá-los do Becker com o auxílio de uma pinça.

 4 – Deixar os CP's imersos em álcool etílico dentro de um Becker por 8 minutos com o auxílio do ultra-som.

OBS: Tomar o cuidado de sempre manter a superfície de ensaio para o lado, a fim de se garantir total remoção das impurezas da superfície, além das amostras serem retidas antes de se desligar o ultra-som.

5 – Secar as amostras em ar quente (secador de cabelo) a uma distância de aproximadamente 2 cm durante 10 minutos, com o cuidado de se utilizar uma pinça (sempre) para a manipulação das mesma, a fim de se evitar ao máximo qualquer tipo de contaminação (suor, poeira, etc), que possa influenciar na medições de massa.

Pesagem dos corpos de prova

 1 – Colocar as amostras em pé no centro da balança a após estabilizar a medida (quando surgir o "g" (grama), fazer a medição após 15 segundos (cronômetro).

OBS: Após o ensaio repetir o mesmo procedimento de limpeza e de pesagem descritos anteriormente.

OBS: Nunca toque na amostra, pois o suor faz diferença.