RESUMO

Devido às suas boas propriedades mecânicas como: alta resistência ao calor, boa tenacidade a baixas temperaturas e baixa fluência a temperaturas elevadas, os aços inoxidáveis austeníticos possuem grande aplicabilidade industrial.

Considerados resistentes a meios corrosivos, os aços inoxidáveis austeníticos podem ser utilizados como revestimentos em aços mais baratos, na fabricação de vasos de pressão de reatores em uma refinaria de petróleo e em diversas aplicações que envolvam elevadas pressões de hidrogênio, podendo estar na forma gasosa ou em ambientes líquidos (soluções aquosas contendo cloretos, soluções contendo ácido sulfúrico, etc). A corrosão está ligada tanto à composição do petróleo, como às condições ambientais: meio marítimo, H_2S úmido, gás naftênico, etc. Em operações de extração, produção e refino do petróleo, os prejuízos são enormes devido aos problemas causados pela corrosão.

Uma maneira de tentar proteger os equipamentos da fragilização por hidrogênio são os tratamentos superficiais encontrados na indústria, que vão desde modificações das superfícies de componentes até à deposição de materiais mais nobres, para que aumentem a resistência do equipamento ao meio agressivo. Os revestimentos de alumínio representam uma possibilidade de atuar como proteção puramente passiva ou ativa, como por exemplo, na forma de intermetálicos. A presença de uma camada intermetálica FeAl na zona de ligação entre o alumínio e o aço inoxidável austenítico é possível de ser obtida por tratamento térmico, e representa uma barreira protetora a mais contra a difusão do hidrogênio no aço inoxidável austenítico.

O objetivo deste trabalho é avaliar o efeito do hidrogênio nas propriedades mecânicas superficiais e a nucleação de trincas no aço inoxidável austenítico 304L revestido com alumínio e tratamentos térmicos posteriores.

As amostras foram revestidas, tratadas termicamente, hidrogenadas e observadas através de microscopia eletrônica de varredura e força atômica.

A técnica utilizada para a verificação das propriedades mecânicas superficiais foi a nanoindentação.

Para a verificação das fases presentes no material foi realizada a difração de raios-x.

Não foram observadas trincas superficiais retardadas, assim como também não foram observadas transformações de fase no material. Podendo-se dizer que o revestimento atuou como barreira à fragilização por hidrogênio no aço inoxidável austenítico AISI 304L.

ABSTRACT

Due to their good mechanical properties as: high temperature resistance, good fracture toughness at low temperatures and low fluency in raised temperatures, the austenitic stainless steel have great industrial applicability.

Considered resistant in the corrosive ways, the austenitic stainless steel can be used as covering in cheaper steel, in the manufacture of pressure vessel of reactors in a oil refinery and in many applications that involve hydrogen high pressures, being able to be in the gaseous form or liquid environments (watery solutions contend chlorides or solutions contend sulfuric acid). The corrosion is connect with the composition of the oil, as to the ambient conditions: half maritime, humid H2S, naphthalene gas, etc. In operations of extraction, production and refining of the oil, the damages are enormous due to problems caused by the corrosion.

A way to try to protect the equipment of the embrittlement for hydrogen are the found superficial treatments in the industry, that go since modifications of the surfaces of components until the a deposition of nobler materials, that can increase the resistance of the equipment to the aggressive way. The aluminum coverings represent a possibility to act as passive or active protection, for example, in the form intermetallic. The presence of a intermetallic layer FeAl in the zone of linking between aluminum and the austenitic stainless steel is possible of being gotten by thermal treatment, and represents a protective barrier against the diffusion of hydrogen in the austenitic stainless steel.

The objective of this work is measure the effect of hydrogen in the superficial mechanical properties and the nucleation of the cracks in the austenitic stainless steel 304L coated with aluminum and posterior thermal treatments.

The samples had been coated, heat treated, hydrogenated and observed through electronic microscopy of sweepings and atomic force.

The technique used to verify the superficial mechanical properties was the nanoindentação.

For the verification of the phases in the material the diffraction of rays-x was carried through.

They had not been observed surface checks delayed, as well as had also not been observed transformations of phase in the material. Being able itself to say that the covering acted as barrier to the embrittlement for hydrogen in austenitic stainless steel AISI 304L.

SUMÁRIO

1. Introdução 1

2. Revisão de Literatura 5
2.1. Aspersão Térmica 5
2.2. Alumínio 9
2.3. Aços Inoxidáveis Austeníticos 10
2.4. Camada Passiva 11
2.5. Hidrogênio 12
2.5.1. Aspectos Fundamentais 13
2.5.2. Fontes de Hidrogênio 15
2.5.3. Efeitos Induzidos pelo Hidrogênio 15
2.5.4. Transformações de Fase 16
2.5.5. Trincas Superficiais 18
2.5.6. Alterações nas Propriedades Mecânicas 19
2.5.7. O Efeito da Ferrita δ na Fragilização por Hidrogênio 19
2.5.8. Teorias de Fragilização por Hidrogênio 20
2.5.9. Fragilização por Hidrogênio 23
2.5.10. Fragilização por Hidrogênio em Aços Nitretados 32

3. Materiais e Procedimentos 34
3.1. Materiais 34
3.2. Preparação das Amostras 36
3.3. Hidrogenação 37
3.4. Medidas de Dureza 39
3.5. Difração de Raios-X 40
3.6. Microscopia 43

4. Resultados e Discussões 46
4.1. Caracterização dos Revestimentos Depositados de Alumínio 46

4.2. Caracterização Microestrutural 49
4.2.1. Micrografias Eletrônicas de Varredura e EDS 49
4.3. Caracterização Microestrutural após Hidrogenação e Desgaseificação 51
4.3.1. Micrografias Eletrônicas de Varredura e EDS 52
4.3.2. Micrografias de Força Atômica 55
4.3.3. Difração de Raios-X 58
4.3.4. Medidas de Nanodureza 61
4.3.5. Módulo Elástico 64

5. Conclusões 66

6. Sugestões para Trabalhos Futuros 68

7. Referências Bibliográficas 69

ÍNDICE DE FIGURAS, TABELAS E GRÁFICOS

Figura 2.1. Características da formação da camada depositada por AT 6

Figura 2.2. Esquema das instalações e da pistola do processo a chama oxiacetilênica-FS 8

Figura 2.3. Morfologia dos revestimentos de Al sobre aço, depositado por FS, 200x, pelo processo a chama oxiacetilênica. 8

Figura 2.4. Esquema de formação da camada passiva 12

Figura 2.5. Micrografia eletrônica do aço 304L hidrogenado e desgaseificado. 28

Figura 2.6. Trincas superficiais nucleadas no aço 304L 28

Figura 2.7. Perfil de profundidade da trinca no metal de base do aço 304L hidrogenado e desgaseificado. 29

Figura 2.8. Fases presentes no aço 304L não hidrogenado e hidrogenado e desgaseificado. 29

Figura 3.1. Fotos para comparação da limpeza. 36

Figura 3.2. Representação esquemática da amostra embutida. 37

Figura 3.3. Esquema representativo do processo de hidrogenação. 38

Figura 3.4. Metodologia de ensaios. 38

Figura 3.5. Representação esquemática de um difratômetro com geometria Bragg- Bretano 40

Figura 3.6. Esquema de raios-x difratados por um arranjo periódico de átomos (cristal). 42

Figura 3.7. Representação esquemática de um microscópio de força atômica. 45

Figura 4.1. Revestimento de alumínio sem tratamento térmico posterior. 46

Figura 4.2. Morfologia do revestimento de alumínio refundido – Substrato de Aço Inoxidável AISI 304L. 47

Figura 4.3. Regiões de análise EDS – Amostra de aço inoxidável na região de difusão do alumínio. 47

Figura 4.4. Microestrutura (a) da região do aço inoxidável onde difundiu 49

alumínio por tratamento térmico a Tratamento Térmico a 900ºC e espectro 01 (b).
Figura 4.5. a) e b) Micrografias eletrônicas do aço 304L revestido com alumínio. 49
Figura 4.6. c), d) e e) Micrografias eletrônicas do aço 304L revestido com alumínio e posterior tratamento térmico a 900ºC, sem hidrogênio. 50
Figura 4.7. f), g) e h) Micrografias eletrônicas do aço 304L revestido com alumínio e refusão posterior, evidenciando trincas sob tensão. 51
Figura 4.8. a), b), c) e d) Micrografias eletrônicas do aço 304L revestido com alumínio hidrogenado e desgaseificado à temperatura ambiente. 52
Figura 4.9. e), f), g) e h) Micrografias eletrônicas do aço 304L revestido com alumínio e posterior tratamento térmico, hidrogenado e desgaseificado. 53
Figura 4.10. i), j), k) e l) Micrografias eletrônicas do aço 304L revestido com alumínio e refusão posterior, hidrogenado e desgaseificado. 54
Figura 4.11. Micrografias de força atômica da superfície do aço 304L revestido com alumínio e posterior tratamento térmico, hidrogenado e desgaseificado. 55
Figura 4.12. Micrografias de força atômica da superfície do aço 304L revestido com alumínio e refusão posterior, hidrogenado e desgaseificado. 56
Figura 4.13. Fases presentes no aço 304L revestido com alumínio e hidrogenado. 59
Figura 4.14. Fases presentes no aço 304L revestido com alumínio, tratamento térmico posterior e hidrogenado. 59
Figura 4.15. Fases presentes no aço 304L revestido com alumínio, refusão posterior e hidrogenado. 60
Figura 4.16. Fases presentes no aço 304L revestido com alumínio, tratamento térmico e refusão posteriores, com hidrogênio. 60
Tabela 2.1. Difusão de Hidrogênio. 14
Tabela 3.1. Composição química dos materiais utilizados. 35
Tabela 3.2. Matrizes das condições experimentais para AT do Al por 36

aspersão térmica.
Tabela 4.1. Resultados da rugosidade e aderência. 46
Tabela 4.2. Porcentagem dos elementos nos pontos indicados – substrato de aço inoxidável. 48
Gráfico 2.1. Medidas de nanodureza no aço 304L MB com o tempo de hidrogenação. 31
Gráfico 2.2. Módulo elástico no aço 304L MB com o tempo de hidrogenação. 31
Gráfico 4.1. aço 304L revestido com alumínio, com e sem hidrogênio, evidenciando a dureza superficial do material. 61
Gráfico 4.2. aço 304L revestido com alumínio, tratamento térmico posterior, com e sem hidrogênio. 62
Gráfico 4.3. aço 304L revestido com alumínio, posterior refusão, com e sem hidrogênio. 62
Gráfico 4.4. aço 304L revestido com alumínio, com e sem hidrogênio, evidenciando o módulo elástico do material. 64
Gráfico 4.5. aço 304L revestido com alumínio, com tratamento térmico posterior, com e sem hidrogênio. 64
Gráfico 4.6. aço 304L revestido com alumínio, posterior refusão, com e sem hidrogênio. 65