CENTRO UNIVERSITÁRIO FEI

IVY FRAZÃO

**DESENVOLVIMENTO DE TESTE PARA AVALIAÇÃO COMPARATIVA DE CPT
PARA LIGAS DE ALTA RESISTÊNCIA À CORROSÃO POR PITE**

São Bernardo do Campo

2019

IVY FRAZÃO

**DESENVOLVIMENTO DE TESTE PARA AVALIAÇÃO COMPARATIVA DE CPT
PARA LIGAS DE ALTA RESISTÊNCIA À CORROSÃO POR PITE**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Centro
Universitário FEI, como parte dos requisitos
necessários para obtenção do título de Mestre
em Engenharia Mecânica, orientada pelo Prof.
Dr. Rodrigo Magnabosco

São Bernardo do Campo

2019

Frazão, Ivy.

Desenvolvimento de teste para avaliação comparativa de CPT para ligas de alta resistência à corrosão por pite / Ivy Frazão. São Bernardo do Campo, 2019.

110 f. : il.

Dissertação - Centro Universitário FEI.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco.

1. Corrosão por pite. 2. CPT. 3. Aços inoxidáveis dúplex. 4. Aços inoxidáveis superausteníticos. 5. Ligas de níquel. I. Magnabosco, Rodrigo, orient. II. Título.

Aluno: Ivy Frazão

Matrícula: 217112-2

Título do Trabalho: Desenvolvimento de teste para avaliação comparativa de cpt para ligas de alta resistência à corrosão por pite.

Área de Concentração: Materiais e Processos

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco

Data da realização da defesa: 21/03/2019

ORIGINAL ASSINADA

Avaliação da Banca Examinadora:

São Bernardo do Campo,   /   /   .

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco

Ass.: _____

Profª Drª Daniella Caluscio dos Santos

Ass.: _____

Prof. Dr. José Wilmar Calderón Hernández

Ass.: _____

A Banca Julgadora acima-assinada atribuiu ao aluno o seguinte resultado:

APROVADO ☒

REPROVADO ☐

VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO

APROVO A VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO EM QUE
FORAM INCLUÍDAS AS RECOMENDAÇÕES DA BANCA
EXAMINADORA

Aprovação do Coordenador do Programa de Pós-graduação

_____
Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco

AGRADECIMENTOS

Inicialmente gostaria de agradecer ao professor Rodrigo, orientador desse trabalho, por todos seus ensinamentos, pelo auxílio prestado e pela sua dedicação.

A empresa Sandvik Materials Technology pelo fornecimento das amostras e pelas informações e auxílio de seus funcionários, em especial Anna Delblanc, Jurgen Peters, Angelo Martines, Marcelo Senatore e Felipe Beluche.

A Gabriella Spedo por todo suporte e parceria durante o desenvolvimento desse trabalho.

A Luara Costa Moraes pelo suporte com o software Thermo-Calc® e as análises deste decorrentes.

Ao professor William pelo auxílio com os equipamentos do laboratório.

Aos demais professores que contribuíram de alguma forma com a elaboração desse trabalho.

Aos meus pais, Rosangela e Nelson Frazão, pela dedicação e pelo apoio não somente durante esse trabalho, mas durante toda minha vida.

Ao meu namorado pelo enorme incentivo, apoio e compreensão principalmente durante os momentos mais difíceis.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Por fim gostaria de agradecer ao Centro Universitário FEI por toda estrutura fornecida, possibilitando a elaboração dos ensaios.

“Life is what happens to you while you’re busy making other plans”.

John Lennon

RESUMO

Dentre os diversos mecanismos de corrosão, a corrosão por pite é uma das formas que mais causa falha em equipamentos. A temperatura é um dos principais fatores que influenciam a corrosão por pite, sendo o critério de temperatura crítica de pite (CPT, do inglês “critical pitting temperature”), a temperatura a partir da qual poderia haver corrosão por pite no material, um dos mais aceitos para a classificação de ligas quanto à resistência a corrosão por pite. As técnicas utilizadas hoje para determinação de CPT apresentam parâmetros diferentes para ligas com maior resistência a corrosão, não existindo muita informação com relação a ensaios pelos quais seja possível comparar aços inoxidáveis dúplex, superausteníticos e ligas a base de níquel. O presente projeto tem por objetivo comparar a resistência à corrosão por pite de aços inoxidáveis dúplex, superdúplex, hiperdúplex, superausteníticos, e ligas de níquel, todos com alta resistência a corrosão por pite, através do desenvolvimento de ensaios para determinação de CPT em solução 3M de cloreto de magnésio ($MgCl_2$). Pode-se concluir que a metodologia proposta determina com eficácia a CPT de todos os aços inoxidáveis analisados (dúplex, superdúplex, hiperdúplex, superausteníticos), o que não é possível segundo o método potencioestático convencional proposto pela ASTM G150. Obteve-se baixa variação dos valores de CPT entre as amostras analisadas e CPTs inferiores às obtidas nos demais ensaios potencioestáticos mencionados na literatura, o que evidencia que a técnica é adequada para materiais de alta resistência a corrosão por pite. Através da comparação dos resultados de CPT obtidos com o PRE, observou-se que o PRE não é um parâmetro adequado para analisar a resistência à corrosão por pite de um material. Por fim, o método proposto não foi capaz de determinar a CPT das ligas de níquel estudadas devido à temperatura de ebulição do banho utilizado (100°C) e à ocorrência de frestas, que foi mais pronunciada nas ligas de níquel.

Palavras-chave: Corrosão por pite. CPT. Aços inoxidáveis com alto teor de cromo. Aços inoxidáveis dúplex. Aço inoxidável superaustenítico. Ligas de níquel.

ABSTRACT

Among the various corrosion mechanisms, pitting corrosion is one of the biggest cause of equipment failure. Temperature is one of the main factors influencing pitting corrosion, and the critical pitting temperature (CPT) criterion is one of the most accepted for alloy classification concerning pitting corrosion, since CPT is defined as the minimal temperature at which pitting corrosion can occur in the material at certain condition. The techniques used nowadays to determine CPT have different parameters for alloys with different corrosion resistances, and there is not much information regarding tests that compare duplex stainless steels, superaustenitic stainless steels and nickel based alloys. The present project aims to compare the corrosion resistance of nickel alloys, duplex, super-duplex, hyper-duplex and superaustenitic stainless steels, all with high corrosion resistance, through the development of potentiostatic determination tests of the critical pitting temperature using a 3 M MgCl_2 aqueous solution. The proposed technique effectively determines the CPT of all studied stainless steels alloys (duplex, super duplex, hyperduplex, superaustenitic), which is not possible through the conventional potentiostatic method proposed by ASTM G150. It was found a low variation of CPTs between the analyzed samples of the same material and the CPTs were determined in lower temperatures when compared to other potentiostatic tests mentioned in the literature, which evidences that the technique is suitable for materials with high resistance to pit corrosion. By comparing the CPT results obtained with the PRE, it was observed that the PRE is not a suitable parameter for analyzing the pitting corrosion resistance. Finally, the proposed method was not able to determine the CPT of the studied nickel alloys due to the boiling temperature of the heating fluid used (100°C) and due to the high occurrence of crevice corrosion observed in nickel alloys.

Keywords: Pitting corrosion. CPT. High chromium content stainless steels. Duplex stainless steel. Superaustenitic stainless steel. Nickel based alloys.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Micrografia de UNS S31254 após recozimento.	19
Figura 2 – Micrografia de UNS S31266 após recozimento.	20
Figura 3 – Micrografia de UNS S32205 após recozimento a 1250°C com ataque de KOH. ..	21
Figura 4 – Micrografia de UNS S32750 após recozimento, com ataque eletroquímico (40% NaOH em peso, 1,5V e tempo de 30 a 40 segundos),.....	21
Figura 5 – Micrografia de UNS S32707 após recozimento.	22
Figura 6 - Micrografia da liga 625 com 100X de aumento após recozimento de solubilização a 1149°C e resfriamento ao ar. Ataque eletrolítico com 5%HCl.	24
Figura 7- Micrografia da liga C-276 com 200X de aumento após recozimento de solubilização a 1177°C. Ataque eletrolítico com ácido crômico.	25
Figura 8 – Curva de polarização esquemática para aços inoxidáveis e ligas de níquel.	30
Figura 9 – Determinação de E_b e a influência da evolução de oxigênio em um aço inoxidável dúplex	31
Figura 10 – CPT para diferentes materiais de acordo com a ASTM G48 método E.....	33
Figura 11 – CPT para diferentes ligas de acordo com a ASTM G48.	34
Figura 12 - CPT determinada a partir da ASTM G48 prática A modificada.	35
Figura 13 - E_b em solução 0,6M NaCl (0,6 M Cl ⁻) de amostra de aço dúplex UNS S31803 solubilizada em função da temperatura da solução, indicando que CPT é 49 °C.	36
Figura 14 - Determinação de CPT usando a técnica potencioestática da ASTM G150.	37
Figura 15 – CPT das ligas dúplex e superdúplex em várias concentrações de cloreto de sódio, medidos utilizando um potencial de +600 mV _{Ag/AgCl} e pH neutro.	37
Figura 16 – CPT de diversos materiais em função do teor de cloreto medidos utilizando um potencial de +300 mV _{Ag/AgCl} e pH neutro.	38
Figura 17 – Medidas de CPT em 1M NaCl e em 3M MgCl ₂ em função dos valores de PRE.	41
Figura 18 – CPT dos materiais dúplex e superdúplex em função do pH em solução de 3% NaCl e potencial +600 mV _{Ag/AgCl}	42
Figura 19 - Resultados de CPT para o DSS UNS S31803 em função do potencial aplicado a diferentes concentrações de NaCl.....	43
Figura 20 – Eletrodo de trabalho para ensaios eletroquímicos, com a haste de suporte e contato roscada ao baquelite.....	47
Figura 21 – Configuração da célula eletroquímica utilizada nos ensaios eletroquímicos, sendo que E.R. representa o eletrodo de referência, C.E. representa o contra eletrodo de	

fio de platina e E.T. representa o eletrodo de trabalho que corresponde à amostra analisada.	47
Figura 22 - Micrografia da seção longitudinal do aço dúplex com 100X de aumento sem ataque químico.....	50
Figura 23 - Micrografia da seção transversal da amostra de dúplex após ataque com 10% oxálico.....	51
Figura 24 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o dúplex.....	52
Figura 25 – Micrografia da seção transversal da amostra de superdúplex após ataque com 10% oxálico.....	53
Figura 26 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o superdúplex.	53
Figura 27 - Micrografia da seção transversal da amostra de hiperdúplex após ataque com 10% oxálico.....	54
Figura 28 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o hiperdúplex.....	54
Figura 29 - Micrografia da seção transversal da amostra de 254SMO após ataque com 10% oxálico.....	56
Figura 30 – Fração volumétrica das fases austenita (FCC_A1), nitreto de cromo (HCP_A3#2), sigma, $M_{23}C_6$ e chi em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o 254 SMO.	56
Figura 31 - Micrografia obtida para amostra de 254 SMO utilizando MEV com elétrons retroespalhados.	57
Figura 32 – Composição química obtida por análise de EDS da matriz austenítica do 254 SMO.....	58
Figura 33 - Composição química obtida por EDS da fase clara encontrada no 254 SMO.	58
Figura 34 - Micrografia da seção transversal da amostra de Sanicro 23 após ataque com 10% oxálico.....	59
Figura 35 – Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o Sanicro 23.....	59
Figura 36 - Micrografia da seção transversal da amostra de 625 após ataque com 10% oxálico evidenciando a presença de precipitados.	60
Figura 37 – Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCNI8 para o 625.....	61

Figura 38 – Micrografia obtida para amostra de 625 utilizando MEV com elétrons retroespalhados.	62
Figura 39 - Composição química obtida por análise de EDS da matriz austenítica do 625. ...	62
Figura 40 - Composição química obtida por análise de EDS da fase escura presente no 625. ...	63
Figura 41 - Composição química obtida por análise de EDS da fase clara presente no 625. ...	63
Figura 42 - Micrografia da seção transversal da amostra de C276 após ataque com 10% de ácido oxálico.....	64
Figura 43 – Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCNI8 para o C-276.	64
Figura 44 – Curva de polarização potenciodinâmica dos materiais estudados	65
Figura 45 – Potencial de pite (E_b) obtido para todas as amostras das ligas analisadas.....	66
Figura 46 – Curvas de CPT obtidas para as amostras de dúplex. Nenhuma amostra apresentou corrosão por fresta.	67
Figura 47 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de superdúplex. As amostras 2 e 4 apresentaram corrosão por fresta.	68
Figura 48 – Curvas de CPT obtidas para as amostras de 254 SMO. A amostra 2 apresentou corrosão por fresta.	68
Figura 49 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de hiperdúplex. Nenhuma amostra apresentou corrosão por fresta.....	69
Figura 50 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de Sanicro 23. Nenhuma amostra apresentou corrosão por fresta.....	69
Figura 51- Curvas de CPT obtidas para as amostras de 625. As amostras 5, 6 e 7 não apresentaram corrosão por fresta.	70
Figura 52 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de C-276. Todas as amostras apresentaram corrosão por fresta.	70
Figura 53 – Micrografias típicas obtidas após o ensaio evidenciando (a) corrosão por pite (amostra de dúplex, alguns pites indicados por setas) e (b) corrosão por fresta (amostra de superdúplex).	71
Figura 54 – Corrosão por fresta observada após ensaio para determinação de CPT identificada pela seta vermelha. Amostra 4 do material C-276.	74
Figura 55 - Corrosão por fresta observada após ensaio para determinação de CPT identificada pelas setas vermelhas. Amostra 3 do material 625.	74
Figura 56 – CPT e CCT de materiais estudados de acordo com a ASTM G48.	75
Figura 57 – Relação entre CPT e PRE comparando os resultados obtidos com a literatura....	77

Figura 58 – Borda típica encontrada para as amostras de 254 SMO após ensaio potenciostático, com ausência de corrosão por frestas.	78
Figura 59 - Micrografia da seção longitudinal do dúplex com 100X de aumento sem ataque químico.....	87
Figura 60 - Micrografia da seção longitudinal do superdúplex com 100X de aumento sem ataque químico.....	87
Figura 61 - Micrografia da seção longitudinal do 254 SMO com 100X de aumento sem ataque químico.....	88
Figura 62 - Micrografia da seção longitudinal do hiperdúplex com 100X de aumento sem ataque químico.....	88
Figura 63 - Micrografia da seção longitudinal do Sanicro 23 com 100X de aumento sem ataque químico.....	89
Figura 64 - Micrografia da seção longitudinal do 625 com 100X de aumento sem ataque químico.....	89
Figura 65 - Micrografia da seção longitudinal do C-276 com 100X de aumento sem ataque químico.....	90

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química nominal de aços inoxidáveis austeníticos (% em massa).....	19
Tabela 2 - Composição química nominal de aços inoxidáveis dúplex (% em massa).	20
Tabela 3- Composição química nominal de ligas de níquel (% em massa).	25
Tabela 4 - Classe de resistência à corrosão por pite	28
Tabela 5 – CPT de diversos aços inoxidáveis determinadas por método potencioestático utilizando soluções de 1M NaCl e 3M de MgCl ₂ , aplicando um potencial de +734 mV _{Ag/AgCl}	40
Tabela 6 – Resumo da composição química dos materiais estudados (% em massa) e PRE. .	45
Tabela 7 - Potencial e tempo utilizados para os ataques eletrolíticos utilizando ácido oxálico 10%.	46
Tabela 8 – Percentual de fase ferrita obtidos por ferritoscópio das ligas de microestrutura dúplex.	55
Tabela 9 – Resultados de CPT para os materiais ensaiados.....	72

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	15
2 OBJETIVO.....	17
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	18
3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS	18
3.2 LIGAS A BASE DE NÍQUEL	23
3.3 CORROSÃO POR PITE	25
3.3.1 PRE	26
3.3.2 Polarização potenciodinâmica	29
3.3.3 CPT	32
3.3.4 DETERMINAÇÃO DE CPT POR ENSAIOS POTENCIOSTÁTICOS	36
4 METODOLOGIA	45
4.1 PREPARO DE AMOSTRAS E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	45
4.2 ENSAIOS ELETROQUÍMICOS.....	46
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	50
5.2 ENSAIOS POTENCIODINÂMICOS.....	65
5.3 ENSAIOS POTENCIOSTÁTICOS	67
6 CONCLUSÕES.....	79
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	80
REFERÊNCIAS.....	81
APÊNDICE A - MICROGRAFIA DA SEÇÃO LONGITUDINAL DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE INCLUSÕES.....	86
ANEXO A – CERTIFICADO DOS MATERIAIS UTILIZADOS	91

1 INTRODUÇÃO

No seu estado natural a maioria dos metais encontra-se na forma de minérios constituídos de compostos químicos como óxidos, hidróxidos e sulfetos. Estes compostos representam, portanto, o estado de menor energia livre de cada metal, ou seja, sua forma mais estável (ZEEMANN, 2016).

A produção dos metais é feita por meio de processos químicos de redução e pelo fornecimento de energia ao minério, de forma que o metal acabado passa a possuir um nível maior de energia livre do que possuía anteriormente no estado de minério. Todo material tem uma tendência inerente de retornar ao seu estado de menor energia livre. No caso dos metais, esse estado é o de minério e esse processo pode ocorrer através de um fenômeno superficial entre o metal e o meio ao qual foi exposto, chamado de corrosão. A velocidade com que essa reação irá ocorrer depende de diversos fatores, dentre eles a agressividade do meio e o metal utilizado (TOMASELLI, 2002).

A corrosão é uma das principais causas de falhas em equipamentos metálicos e gera um alto custo para o setor produtivo todos os anos. Um estudo feito pela U.S. Federal Highway Administration (FHWA) entre os anos de 1999 e 2002 mostrou que nesse mesmo período o valor gasto devido à corrosão nos Estados Unidos da América foi cerca de 276 bilhões de dólares, aproximadamente 3,1% do produto interno bruto (PIB) do país (NACE INTERNATIONAL, 2017).

Uma das formas de minimizar a corrosão é a seleção de materiais que possuam maior resistência à corrosão ao meio em que será aplicado. Essa resistência dos materiais à corrosão está intimamente ligada à composição química de cada liga. Os aços inoxidáveis e as ligas de níquel, por exemplo, são materiais muito utilizados em ambientes corrosivos. Devido à presença de cromo e molibdênio em sua composição química, é formada na superfície desses materiais uma camada fina, aderente e autoregenerativa, chamada de película passiva, que protege o material contra a corrosão (ZEEMANN, 2016).

Um dos principais mecanismos de corrosão em aços inoxidáveis e ligas de níquel é a corrosão por pite, caracterizada por ser um processo localizado de quebra da película passiva. Após iniciada, a corrosão por pite percorre rapidamente a espessura do material, podendo ocasionar vazamentos em tubulações, tanques e demais equipamentos. Além disso, pites podem atuar como concentradores de tensão, afetando a integridade estrutural.

Existem algumas formas de avaliar a resistência à corrosão por pite de um material, dentre elas destaca-se a temperatura crítica de pite (CPT, do inglês “critical pitting temperature”), que determina a temperatura a partir da qual o material pode sofrer corrosão por pite em um determinado meio e condições (BRIGHAM E TOZER, 1973).

A determinação da CPT de um material pode ser realizada por testes de corrosão por imersão ou testes potencioestáticos. Os materiais que possuem elevada resistência a corrosão tendem a possuir CPT em soluções 1M NaCl superiores a 100°C, o que dificulta a elaboração dos testes de corrosão utilizando o método potencioestático convencional, visto que as soluções corrosivas de cloreto de sódio têm ponto de ebulição próximo a 100°C. Além disso, os métodos de corrosão por imersão possuem normas que padronizam a elaboração dos testes, porém, de acordo com as normas vigentes, a metodologia de teste utilizada para aços inoxidáveis austeníticos, dúplex e ligas de níquel é diferente, impossibilitando a comparação dos resultados obtidos de CPT entre esses materiais.

Dessa forma, ainda não há na literatura um método de determinação de CPT amplamente aceito que seja capaz de ser utilizado para diferentes classes de materiais. Existem estudos alterando o potencial utilizado, a concentração de cloreto (SPEDO, 2018) e, inclusive, o meio eletrólito utilizado para os ensaios potencioestáticos (WERNER, 2007), sendo o 3M MgCl₂ um dos eletrólitos de destaque devido a alta concentração de cloreto e maior ponto de ebulição (117°C) quando comparado com a solução convencional de 1M NaCl (LUND, DELBLANC e IVERSEN, 2016).

2 OBJETIVO

O presente projeto tem por objetivo comparar a resistência à corrosão por pite de aços inoxidáveis dúplex, superdúplex, hiperdúplex, superausteníticos, e ligas de níquel, todos com alta resistência a corrosão por pite, através do desenvolvimento de ensaios para determinação potencioestática da temperatura crítica de pite em solução 3M MgCl_2 (cloreto de magnésio).

3 REVISÃO DA LITERATURA

Para melhor contextualização do trabalho realizado, nesse capítulo serão abordados os materiais estudados (ligas de níquel, aços inoxidáveis austeníticos e dúplex), o mecanismo de corrosão por pite, diversas técnicas de determinação de CPT e suas características.

3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis são ligas a base de ferro, com baixo teor de carbono e pelo menos 11% de cromo em solução sólida (SEDRIKS, 1996). Essa composição química permite que, ao reagir com o oxigênio, seja formada uma película composta por oxigênio e cromo na superfície do material, chamada de película passiva, que é fina, aderente, impermeável e auto-regenerativa. Essa película age como uma barreira física entre o metal e o meio corrosivo, impedindo a corrosão do material. Uma vez que a barreira física é quebrada, vários mecanismos de corrosão podem ocorrer dependendo do fator determinante para a desestabilização da camada de óxidos (ZEEMANN, 2016).

Existem diversos tipos de aços inoxidáveis classificados de acordo com a composição química e microestrutura de cada material. Neste trabalho serão estudados os aços inoxidáveis austeníticos e os dúplex.

Os aços inoxidáveis austeníticos têm geralmente em sua composição a presença de níquel igual ou superior a 8%, o que garante a estrutura completamente austenítica, de estrutura cristalina cúbica de faces centradas (CFC) (CALLISTER, 2012). Os austeníticos são o tipo de aço inoxidável mais utilizado na indústria. Possuem tenacidade superior aos demais aços inoxidáveis, especialmente em temperaturas baixas. Por outro lado, seu limite de escoamento é baixo quando comparado aos outros aços inoxidáveis. Possuem, em geral, resistência a corrosão superior aos aços inoxidáveis ferríticos (TOMASELLI, 2002).

Os aços inoxidáveis austeníticos mais comuns são as ligas AISI 304 (UNS S30400) e AISI 316 (UNS S31600). À medida que se aumentam os teores de elementos de liga, como cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio, podem ser obtidos aços inoxidáveis austeníticos com uma ampla e variada gama de propriedades (TOMASELLI, 2002). Na Tabela 1 pode-se observar a composição química nominal de alguns aços inoxidáveis austeníticos de interesse desta dissertação.

Tabela 1 - Composição química nominal de aços inoxidáveis austeníticos (% em massa).

Material	Cr	Ni	Mo	N	Cu	W
254SMO (UNS S31254)	20	18	6,1	0,2	0,7	-
Sanicro 23 (UNS S31266)	24	22	6	>0,4	1,5	2

Fonte: Autor “adaptado de” Sandvik 254 SMO, 2018 e Le Manchot e Mottu-Bellier, 2016

A liga 254 SMO é um aço inoxidável austenítico altamente ligado com cromo, níquel, molibdênio, nitrogênio e cobre, desenvolvida para ambientes marinhos ou com a presença de cloreto. A micrografia referente ao UNS S31254 apresentada na Figura 1 mostra típica microestrutura desta liga, com contornos de grão bem destacados, indicando ataque preferencial a estes, provavelmente resultante de segregação ou precipitação de fases ricas em cromo e/ou molibdênio nos contornos. (MORI e BAUERNFEIND, 2004).

Figura 1 – Micrografia de UNS S31254 após recozimento.

Fonte: Mori e Bauernfeind, 2004

Já a liga Sanicro 23 é um aço inoxidável austenítico com alto teor de cromo e níquel, contendo também molibdênio, nitrogênio, cobre e tungstênio. Essa liga tem resistência à corrosão por pite superior a liga 254 SMO e é utilizada em substituição a ligas de níquel em ambientes com alto teor de cloreto. Sua microestrutura típica pode ser vista na Figura 2.

Figura 2 – Micrografia de UNS S31266 após recozimento.

Fonte: Le Manchet e Mottu-Bellier, 2016

Os aços inoxidáveis duplex, por sua vez, são ligas ferro-cromo-níquel-molibdênio-nitrogênio, mas de microestrutura bifásica, composta por uma matriz ferrítica (de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, CCC) e ilhas de austenita (de estrutura CFC), com frações volumétricas aproximadamente iguais dessas fases. Essa classe de materiais é caracterizada por apresentar interessante combinação de elevadas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, principalmente à corrosão causada por íons halogênios (DILLON, 2004) e, por isso, é considerada bastante versátil (SENATORE, FINZETTO, PEREA, 2007). Estes materiais são utilizados principalmente em aplicações severas, como em indústria de óleo e gás, papel e celulose, petroquímicas, químicas, offshore, entre outras (ALVAREZ - ARMAS, 2008; LO, SHEK; LAI, 2009). A Tabela 2 mostra a composição química nominal dos aços inoxidáveis duplex típicos e micrografias típicas dos mesmos podem ser observadas nas Figuras 3, 4 e 5, evidenciando a presença da matriz ferrítica (região escura) com ilhas de austenita (região clara).

Tabela 2 - Composição química nominal de aços inoxidáveis duplex (% em massa).

Material	C	Cr	Ni	Mo	N
UNS S32205	≤0,03	22	5	3,2	0,18
UNS S32750	≤0,03	25	7	4	0,3
UNS S32707	≤0,02	27	6,5	4,8	0,4

Fonte: Sandvik SAF2205, 2018; Sandvik SAF2507, 2018; Sandvik SAF2707, 2019

Figura 3 – Micrografia de UNS S32205 após recozimento a 1250°C com ataque de KOH.

Fonte: Naghizadeh e Moayed, 2015

Figura 4 – Micrografia de UNS S32750 após recozimento, com ataque eletroquímico (40% NaOH em peso, 1,5V e tempo de 30 a 40 segundos),

Fonte: Haugan et al, 2017

Figura 5 – Micrografia de UNS S32707 após recozimento.

Fonte: Frazão e Lima, 2018

Visando manter a proporção de fases ferrita e austenita adequada para maximizar resistências mecânica e à corrosão dos materiais de microestrutura dúplex, a empresa Sandvik utiliza como limite para produção o teor de ferrita entre 40 e 60% em volume para os materiais UNS S32205 e UNS S32707 e entre 35 e 55% em volume para o UNS S32750 (KANGAS, TERSMEDEN e NYSTROM, 1999).

Os aços inoxidáveis duplex têm como fator limitante para sua utilização a temperatura, que deve ser inferior a 315°C de acordo com a ASME (American Society of Mechanical Engineers). Em temperaturas superiores ocorre a precipitação de fases indesejáveis, como α' e sigma, que fragilizam o material e diminuem sua resistência a corrosão (DILLON, 2004).

As fases intermetálicas como sigma, chi e nitreto de cromo também podem estar presentes nos aços inoxidáveis dependendo da composição de cada liga e do processo produtivo, principalmente do tratamento térmico realizado. Essas fases concentram elementos de liga como cromo e molibdênio, importantes para resistência a corrosão por pite, criando regiões na microestrutura do material empobrecidas nestes elementos e, portanto com menor resistência a corrosão. Além disso, essas fases intermetálicas agem como concentradoras de tensão e possuem menor ductilidade quando comparadas com as fases presentes em abundância nos aços inoxidáveis, de forma que sua presença torna o material mais frágil (PAULRAJ e GARG, 2015).

3.2 LIGAS A BASE DE NÍQUEL

As ligas a base de níquel têm pelo menos 50% de níquel em sua composição, além de demais elementos de liga como cromo e molibdênio. São materiais com alta resistência à corrosão e muito utilizados em aplicações com temperaturas elevadas. Quando comparadas com os aços inoxidáveis dúplex, contudo, as ligas de níquel monofásicas têm baixa resistência mecânica. (DILLON, 2004).

O níquel possui estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) e é capaz de solubilizar uma grande quantidade de elementos de liga formando soluções sólidas com estrutura cristalina também CFC, que não sofrem alteração com a influência da temperatura (ASM, 2000). Devido a isso, foram desenvolvidas diversas ligas de níquel monofásicas com variadas aplicações, desde ambientes criogênicos até temperaturas próximas a 1200°C (LIPPOLD, KISER e DUPONT, 2011).

Assim como os aços inoxidáveis, a resistência à corrosão das ligas de níquel se dá através da formação de uma película passiva em sua superfície. Nesse caso também o cromo é o principal elemento associado à formação da camada protetora, porém outros elementos de liga podem contribuir para a formação e estabilização da película passiva (SILVA et al, 2012).

Em geral, as ligas de níquel são aplicadas em ambientes mais agressivos e são consideradas mais resistentes a corrosão, quando comparadas aos aços inoxidáveis. Isso pode ser atribuído a menor reatividade do níquel, quando comparado ao ferro. Dessa forma, se espera das ligas de níquel uma menor perda de massa e maior resistência à corrosão localizada. Além disso, devido à alta solubilidade de elementos de liga, as ligas de níquel possuem menor facilidade de formação de fases intermetálicas, que poderiam comprometer a resistência à corrosão, especialmente a localizada (LIPPOLD, KISER e DUPONT, 2011).

Algumas das ligas de níquel mais utilizadas na indústria são o Monel (liga a base de níquel e cobre), Alloy 600 (liga níquel-cromo-ferro com excelente resistência a corrosão sob tensão), Alloy 625 (uma derivação do Alloy 600 com maiores teores de cromo e adição de molibdênio, muito utilizada para corrosão em ambientes marítimos) e as ligas Alloy C (contendo cromo e molibdênio, visando uma melhor resistência a corrosão em condições oxidantes). (DILLON, 2004).

O “Alloy 625”, ou simplesmente liga 625 (UNS N06625), possui matriz CFC onde se estabelece uma solução sólida primordialmente formada por níquel e cromo, com adição de molibdênio e nióbio, que a torna um material muito versátil. Em ambientes corrosivos

mais severos, a combinação de níquel-cromo fornece resistência a produtos químicos oxidantes. O alto teor de molibdênio (cerca de 9%) também torna esta liga muito resistente à corrosão localizada. O nióbio, por sua vez, estabiliza a liga contra a sensitização, ou corrosão intergranular, durante a soldagem, evitando a formação de carbonetos de cromo. Além disso, a liga 625 é bastante utilizada em ambientes de alta temperatura (acima de 500°C), devido a sua resistência a oxidação (INCONEL Alloy 625, 2018). A microestrutura da liga 625 é constituída por uma matriz de solução sólida de níquel-cromo-ferro-molibdênio com carbeto e nitreto (pontos escuros), conforme mostrado na Figura 6.

Figura 6 - Micrografia da liga 625 com 100X de aumento após recozimento de solubilização a 1149°C e resfriamento ao ar. Ataque eletrolítico com 5%HCl.

Fonte: ASM, 1972

A liga C276 (UNS N10276) é formada por uma solução sólida de níquel-molibdênio-cromo-tungstênio, que garante uma boa resistência à corrosão em ambientes severos como ácido clorídrico, ácido sulfúrico, solventes e soluções contendo cloretos. Em ambientes marítimos essa liga apresenta excelente resistência à corrosão por pite, quando comparada com outros materiais comumente utilizados (Alloy C276, 2018). A microestrutura dessa liga pode ser vista na Figura 7. Na Tabela 3 são mostradas as composições químicas das ligas de níquel 625 e C276.

Figura 7- Micrografia da liga C-276 com 200X de aumento após recozimento de solubilização a 1177°C. Ataque eletrolítico com ácido crômico.

Fonte: ASM, 1972

Tabela 3- Composição química nominal de ligas de níquel (% em massa).

Material	%Cr	%Ni	%Fe	%Mo	%Co	%W	% (Nb+Ta)
C276	14,5 - 16,5	Balanço	4 - 7	15 - 17	2,5	3 - 4,5	-
625	20 - 23	Balanço	5	8 - 10	1	-	3,15 - 4,15

Fonte: Autor “adaptado de” Inconel Alloy 625, 2018 e Alloy C276, 2018

3.3 CORROSÃO POR PITE

Dentre os diversos mecanismos de corrosão, a corrosão por pite é uma das formas mais temidas, pois nem sempre sua identificação pode ser efetuada por inspeção visual. Ela é caracterizada por um ataque corrosivo localizado e pela quebra da película passiva na presença de soluções contendo íons halogênio que, devido a sua alta eletronegatividade, atraem os cátions do filme passivo, rompendo-o e formando cátions metálicos. Dentre os halogênios o cloreto é notadamente a causa mais comum de corrosão por pite (SEDRIKS, 1996).

Para balancear as cargas elétricas envolvidas, uma vez que houve a formação de cátions metálicos, ânions cloreto migram para a região interna do pite, onde novamente

atacam a película passiva. O aumento da concentração local de cloretos também leva à hidrólise da água, resultando na formação de ácido clorídrico e diminuindo o pH local, fatores que aumentam a taxa de corrosão, levando a aumento da concentração de cloretos, fazendo da corrosão por pite um processo autocatalítico (FONTANA, 1967).

3.3.1 PRE

Os aços inoxidáveis podem ser classificados quanto a sua resistência a corrosão por pite utilizando o parâmetro empírico PRE (do inglês “pitting resistant equivalent”), através da relação mostrada da equação (1), de forma que quanto maior o valor de PRE, maior a resistência à corrosão por pite (NILSSON, 1992 e GÖRANSSON et al, 2006). Existem diversos estudos e variações propostas para a equação de PRE, incluindo variações dos indexadores de cada elemento de liga e a inclusão de diferentes elementos químicos no cálculo. Contudo a fórmula apresentada neste parágrafo é a que apresenta maior consenso na literatura.

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3\% \text{Mo} + 16\% \text{N} \quad (1)$$

Dentre as diversas equações existentes para determinar o PRE de aços inoxidáveis ressalta-se, além da que já foi mencionada, as equações (2) (CERVO et al, 2010) e (3) (MERELLO et al, 2003), que são utilizadas com o intuito de ressaltar a importância do nitrogênio na resistência a corrosão por pite (PAULRAJ e GARG, 2015). A equação (4) (DOBRZAŃSKI et al, 2005) considera o tungstênio como possuindo efeitos similares ao molibdênio, sendo que seu peso na equação de PRE, metade do peso utilizado para o molibdênio. Essa equação já foi confirmada em trabalhos onde tungstênio foi utilizado como substituto parcial ou total de molibdênio em aços austeníticos similares ao AISI 316L (UNS S31603) (TERRA, 2018).

$$\text{PRE}_{20} = \% \text{Cr} + 3,3\% \text{Mo} + 20\% \text{N} \quad (2)$$

$$\text{PRE}_{30} = \% \text{Cr} + 3,3\% \text{Mo} + 30\% \text{N} \quad (3)$$

$$\text{PRE}_W = \% \text{Cr} + 3,3(\% \text{Mo} + 0,5\% \text{W}) + 16\% \text{N} \quad (4)$$

Para as ligas de níquel se utilizam as mesmas equações mencionadas para os aços inoxidáveis, porém muitos autores consideram essa classificação equivocada, visto que essas

equações foram desenvolvidas inicialmente para aços inoxidáveis, onde o ferro é o elemento principal, e não o níquel, o qual consegue dissolver uma maior quantidade e variedade de elementos de liga que o ferro. Em contrapartida o nitrogênio, elemento com maior peso na equação de PRE, possui maior solubilidade nos aços inoxidáveis do que no níquel e, portanto deve possuir uma menor influência no PRE de ligas de níquel (KLAPPER, ZADOROZNE e REBAK, 2017).

Outras equações para a determinação de CPT de ligas de níquel são encontradas na literatura como, por exemplo, as equações (5) e (6). Deve-se ressaltar, contudo, que a influência do teor de nióbio na resistência a corrosão por pite ainda não é conhecida (KLAPPER, ZADOROZNE e REBAK, 2017).

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3\% \text{Mo} + 11\% \text{N} + 1,5(\% \text{W} + \% \text{Nb}) \quad (5)$$

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 1,5(\% \text{Mo} + \% \text{W} + \% \text{Nb}) \quad (6)$$

O cromo é o elemento responsável por determinar se uma liga metálica pode ser considerada inoxidável, e tem como função primordial a formação da película passiva de óxido de cromo, tanto nos aços quanto nas ligas de níquel. Nos aços inoxidáveis dúplex existe uma limitação para o aumento do teor de cromo, visto que ele facilita a formação de fases intermetálicas que prejudicam a resistência a corrosão do material (PAULRAJ e GARG, 2015).

O molibdênio tem grande importância na densificação da película passiva, na diminuição da sua tendência de quebra e também na maior facilidade de repassivação dessa camada caso ela seja danificada. (ALVAREZ-ARMAS, 2008). As ligas de níquel conseguem dissolver até 30% de molibdênio em solução sólida sem que haja alteração de microestrutura, aumentando a resistência a corrosão destes materiais (KLAPPER, ZADOROZNE e REBAK, 2017).

O nitrogênio atua na resistência ao pite em sinergia com o molibdênio (SIGNORELLI e ECKSTEIN, 2009). Para os aços inoxidáveis dúplex, segundo Lothongkum et al. (2006), o teor de nitrogênio influencia diretamente o potencial de pite, de forma que o nitrogênio presente no material reage com o hidrogênio dissolvido na solução formando amônia, que, por sua vez, aumentaria localmente o pH da solução no interior do pite, o que facilitaria a repassivação do aço, aumentando seu potencial de pite.

Não se deve esquecer, contudo, que além da composição química existem outros fatores que influenciam na resistência a corrosão por pite e não são considerados no PRE,

como fatores microestruturais e de superfície (NILSSON, 1992). Assim, deve sempre ser ressaltado que o PRE é um indicativo da capacidade do material resistir à corrosão por pite. Por esse motivo, nesse trabalho a relação mais usualmente aceita representada pela equação (1), será utilizada para a classificação da provável resistência a corrosão por pite dos materiais a estudar.

Os aços inoxidáveis com PRE entre 40 e 48 têm adicionados a sua classificação o prefixo super e para valores de PRE superiores a 48 tem-se adicionado o sufixo hiper (MARANGONI, 2015), como mostrado na Tabela 4, onde os materiais são classificados em ordem crescente de PRE, utilizando a equação (1).

Baseando na classificação de PRE de acordo com a equação (1), pode-se dizer que os materiais apresentados na Tabela 4 estão em ordem crescente de resistência a corrosão por pite, sendo o dúplex (UNS S32205) o menos resistente e o C276 (UNS N10276) o mais resistente. As ligas de níquel foram mencionadas na tabela, porém conforme discutido anteriormente, há divergência se essa mesma equação de PRE pode ser utilizada para esses materiais, não existindo uma maneira consolidada de comparar todos esses diferentes materiais através de sua composição química. Vale ressaltar que apesar do PRE ser um indicativo de resistência à corrosão por pite, ele não considera importantes fatores como fases intermetálicas, demais alterações microestruturais ou de superfície, e por isso a resistência à corrosão indicada pelo PRE só pode ser validada através de testes de corrosão que utilizem os mesmos parâmetros para todos os materiais analisados, sendo este o foco principal desta dissertação.

Tabela 4 - Classe de resistência à corrosão por pite

Material	PRE	Classificação
UNS S32205	35	Dúplex
UNS S32750	42,5	Superdúplex
UNS S31254	43	Superaustenítico
UNS S32707	49	Hiperdúplex
UNS S31266	50,2	Hiperaustenítico
UNS N06625	51,2	Liga de níquel
UNS N10276	68,3	Liga de níquel

Fonte: Autor, “adaptado de” Sandvik 254SMO, 2018, Sandvik SAF2205, 2018. SANDVIK SAF2507, 2018; Sandvik SAF2707, 2019; Le Manchet e Mottu-Bellier, 2016; Inconel Alloy 625, 2018; Alloy C276, 2018

3.3.2 Polarização potenciodinâmica

Uma forma de se medir a resistência a nucleação de pites é através da determinação do potencial de pite (E_{pite}), usualmente determinado em ensaios de polarização potenciodinâmica a temperatura ambiente em solução 0,6M NaCl.

A técnica de polarização potenciodinâmica consiste em aplicar um potencial (E) variado a uma taxa constante e acompanhar a variação entre a densidade de corrente (medida de corrente elétrica em relação à área exposta da amostra) e o potencial aplicado. Conforme mostrado na Figura 8, podem ser observadas três principais regiões da curva: catódica, anódica ativa e anódica passiva (SEDRIKS, 1996).

Na região catódica de aços inoxidáveis e ligas de níquel predominam as reações catódicas, como a evolução do hidrogênio mostrada na equação (7), gerando baixa taxa de dissolução do metal. Com o aumento do potencial atinge-se o potencial de corrosão (E_{corr}) e há reversão no sentido da corrente. A partir desse ponto tem-se o início do trecho anódico ativo, que se caracteriza por um aumento da densidade de corrente em função do aumento do potencial, ocorrendo a corrosão do material. Em alguns materiais, como os aços inoxidáveis e as ligas de níquel, atingindo-se um valor máximo de densidade de corrente (i_{crit}), forma-se a película passiva e tem-se a redução da densidade de corrente a partir do potencial crítico (E_{crit}). Inicia-se então o trecho anódico passivo, caracterizado por baixa densidade de corrente (entre 10^{-6} e 10^{-5} A/cm²) e, portanto caracterizando maior resistência à corrosão.

Com o aumento contínuo do potencial atinge-se um novo aumento drástico na densidade de corrente, que pode ocorrer devido a diferentes mecanismos dependendo, por exemplo, do meio em que o material se encontra. Em meios livres de cloreto, esse potencial de aumento súbito de corrente ocorre devido à evolução do oxigênio através, por exemplo, das reações anódicas mencionadas nas equações (8) e (9) e é chamado de “breakthrough potential” (E_b) (SEDRIKS, 1996). Na presença de cloretos, esse aumento brusco de corrente pode ocorrer em potenciais mais baixos devido a um rompimento da película passiva induzido pela presença de íons halogênios, caracterizando o início da corrosão por pite. No potencial em que este aumento brusco ocorre tem-se o potencial de pite (E_{pite}), ou seja, o

potencial necessário para a nucleação e crescimento de pite na superfície do eletrodo de trabalho. (SPEDO, 2018).

Figura 8 – Curva de polarização esquemática para aços inoxidáveis e ligas de níquel.

Fonte: Autor. “adaptado de” Terra, 2018

O E_{pite} pode ser utilizado para comparar diferentes aços ou condições quanto a sua resistência a corrosão por pite, de forma que quanto maior a resistência à corrosão por pite de um material, maior será seu potencial de pite; todavia, se o potencial de pite ocorrer em potenciais superiores ao de equilíbrio da reação de evolução do oxigênio na superfície do material, a densidade de corrente medida estará sujeita a influência das correntes anódicas oriundas da evolução de oxigênio, acarretando um aumento no valor de densidade de corrente medido. Além disso, a geração de bolhas de oxigênio cria uma interface tripla formada entre a superfície metálica, a solução e as bolhas de oxigênio, que podem danificar a película passiva, alterando o mecanismo de nucleação dos pites (MAGNABOSCO e

ALONSO-FALLEIROS, fevereiro 2005). Ou seja, nem todo E_b representa o potencial de pite do material (E_{pite}), dificultando a caracterização da resistência a corrosão por pite de ligas de alta resistência a corrosão, que teriam elevados valores de potencial para o aumento brusco de corrente, que poderia se dar por reações anódicas que não exclusivamente as de formação de pites.

Segundo Pourbaix (1974) o potencial de equilíbrio da reação de evolução de oxigênio está relacionado com o pH da solução de acordo com a equação (10), sendo que para valores de pH levemente acidificados E_O tem valores próximos a 600 mV_{Ag/AgCl} (MAGNABOSCO e ALONSO-FALLEIROS, agosto 2005). Na Figura 9 pode-se observar a polarização de um eletrodo de trabalho inerte de platina (linha tracejada) e a polarização de um aço inoxidável dúplex, mostrando a influência da evolução de oxigênio na determinação de E_b como potencial de pite. Vale ressaltar que, apesar do potencial de evolução de oxigênio ser próximo de 600 mV_{Ag/AgCl} de acordo com a equação (10), a Figura 9 mostra que ele exerce maior influência sobre a determinação de E_{pite} quando E_b é superior a cerca de 800 mV_{Ag/AgCl}.

$$E_O = 1228 - 59,1 \cdot \text{pH} \text{ (mV}_H\text{)} \quad (10)$$

Figura 9 – Determinação de E_b e a influência da evolução de oxigênio em um aço inoxidável dúplex

Fonte: Spedo, 2018

Dessa forma, quanto o potencial E_b determinado para uma dada condição foi superior a E_O , E_b neste caso não caracterizará o E_{pite} , e este deixa de ser um parâmetro para avaliar a resistência à corrosão por pites. Este caso é o mais comum para materiais com PRE superior

ao dos aços inoxidáveis dúplex, assim, a determinação de E_{pite} não é uma opção para classificar os materiais da Tabela 4 quanto a sua resistência a corrosão por pites.

3.3.3 CPT

A temperatura é notadamente um dos fatores que influenciam a corrosão por pite (LUND, DELBLANC e IVERSEN, 2016), de forma de quanto maior a temperatura menor é a estabilidade da película passiva dos aços inoxidáveis e ligas de níquel. Sabendo disso Brigham e Tozer (1973) desenvolveram nos anos 1970 o critério de temperatura crítica de pite (CPT do inglês “critical pitting temperature”), com o objetivo de comparar a resistência a corrosão de diferentes materiais em um meio utilizando como parâmetro único a CPT, independente do potencial de corrosão. Como a temperatura é um parâmetro de compreensão mais simples que o potencial de pite, a técnica desenvolvida deu origem a diversos estudos.

A norma ASTM G48 (American Society For Testing And Materials, 2015) apresenta dois métodos distintos para a determinação de CPT de acordo com o material, sendo o método E utilizado para aços inoxidáveis e o método C para ligas a base de níquel. O método E indica que as amostras devem ser imersas em solução de cloreto férrico (6% em massa de FeCl e 1% em massa de HCl, aproximadamente 1,5M Cl⁻) por um período de 24 h, e caso pites não sejam observados, um novo teste deve ser conduzido em temperatura 5 °C superior ao teste anterior, até que se observe corrosão por pite, sendo a CPT então determinada. O método C é similar ao método E, porém os testes têm duração de 72 h e, portanto a agressividade do teste pelos dois métodos é diferente. Em ambos os métodos é considerado que há presença de corrosão por pite quando o pite encontrado possui profundidade igual ou superior a 0,025 mm. As técnicas descritas na ASTM G48 são simples de serem executadas, porém têm como principais desvantagens um longo tempo de ensaio e a necessidade de diversos experimentos em paralelo.

Klapper, Zadorozne e Rebak (2017) determinaram a CPT de diversas ligas de níquel de acordo com a ASTM G48 método C e tanto o 625 quanto o C-276 apresentaram CPT superior a 85°C. Le Manchet e Mottu-Bellier (2016) também analisaram a CPT de diversas ligas de acordo com a ASTM G48, porém utilizando o método E, e foram obtidos os valores de 54°C para o 254 SMO (UNS S31254) e 84°C para o 625 (UNS N06625). O Sanicro 23 (UNS S31266) também foi analisado e não se observou pite em até 100°C. Os resultados podem ser vistos na Figura 10. Vale ressaltar que o 625 é uma liga de níquel e, portanto, deveria ser ensaiada de acordo com o método C, porém como o objetivo dos autores era

comparar os materiais, foi utilizado o mesmo método para todas as ligas, independente do estipulado pela ASTM G48.

Figura 10 – CPT para diferentes materiais de acordo com a ASTM G48 método E.

Fonte: Autor. “adaptado de” Le Manchet e Mottu-Bellier, 2016

No datasheet da liga Sanicro 23, disponível no Anexo A, é informada a CPT de 95°C para essa liga de acordo com a ASTM G48 método E. A empresa Haynes determinou também a CPT de diversos materiais de acordo com a ASTM G 48, porém não informa qual o método utilizado. Foram obtidos os valores apresentados na Figura 11. Os autores mostram valores de CPT próximos a 150°C, porém não descrevem como obtiveram os resultados. Certamente esses ensaios foram realizados em autoclaves, visto que a 1 atm de pressão uma solução de 40% FeCl_3 tem ponto de ebulição em 120 °C.

Figura 11 – CPT para diferentes ligas de acordo com a ASTM G48.

Fonte: Autor“adaptado de” Haynes Alloy 625, 2018 e Hastelloy C-276, 2018

A empresa Sandvik Materials Technology utiliza a ASTM G48 em seu método A modificado (SANDVIK SAF2507, 2018) para a obtenção da CPT de aços inoxidáveis e algumas ligas de níquel. Para elaboração dos testes as amostras do material devem ser imersas em solução de 6% cloreto férrico (aproximadamente 1,2M Cl⁺) por 24 h, e quando são observados pites e uma perda de massa significativa (superior a 5 mg) o teste é interrompido. Caso contrário um novo teste deve ser conduzido em temperatura 5°C superior ao teste anterior utilizando a mesma amostra, até que se observe corrosão por pite, sendo a CPT então determinada. A Figura 12 mostra valores de CTP obtidos a partir dessa técnica. A ASTM G48 é de fácil execução, mas demanda um grande tempo de ensaio para a determinação de CPT.

Figura 12 - CPT determinada a partir da ASTM G48 prática A modificada.

Fonte: Autor “adaptado de” Sandvik SAF2507, 2018 e Sandvik SAF2707, 2019

O ensaio de corrosão por imersão para determinação de CPT também pode ser realizado utilizando uma solução chamada “Green Death” de composição 1%FeCl₃ + 1%CuCl₂ + 11%H₂SO₄ + 1,2%HCl (aproximadamente 0,7M Cl⁻ total). Esse método é utilizado para analisar a resistência a corrosão de materiais em soluções ácidas, de baixo pH e contendo cloretos. Goransson, Nylan e Holmquist (2007) apresentaram a CPT do superdúplex e do hiperdúplex de acordo com esse método e obtiveram os valores de 72,5 e 97,5°C respectivamente. Klapper, Zadorozne e Rebak (2017) utilizaram também esse método para a determinar a CPT de ligas de níquel e obtiveram os valores de 75°C para o 625 e 105°C para o C-276.

Em um trabalho do grupo de pesquisa em que se insere esta dissertação (SANTOS, ANDRADE e MAGNABOSCO, 2016), foi proposta uma metodologia para determinação de CPT a partir de valores de E_b obtidos em curvas de polarização potenciodinâmicas realizadas em diferentes temperaturas, dessa forma é obtida uma curva para os valores de E_b em função da temperatura, que usualmente apresenta formato sigmoidal, em que cada ponto da curva representa um ensaio de polarização potenciodinâmica realizado em temperatura diferente. No ponto de inflexão dessa curva sigmoidal pode ser determinada a CPT conforme pode ser visto na Figura 13, onde a equação determina a função sigmoidal da curva. Essa

técnica potenciodinâmica é trabalhosa e tem como desvantagem a necessidade de inúmeros ensaios de polarização potenciodinâmica, em diferentes temperaturas, para a obtenção da CPT.

Figura 13 - E_b em solução 0,6M NaCl (0,6 M Cl⁻) de amostra de aço dúplex UNS S31803 solubilizada em função da temperatura da solução, indicando que CPT é 49 °C.

Fonte: Santos, Andrade e Magnabosco, 2016

3.3.4 DETERMINAÇÃO DE CPT POR ENSAIOS POTENCIOSTÁTICOS

Outra técnica de determinação da CPT é através de polarização potencioestática, descrita na norma ASTM G150. Os ensaios segundo esta norma devem ser realizados a 700 mV_{ECS} em solução 1 M NaCl (1M Cl⁻), variando a temperatura da solução de 0 a 100°C a uma taxa de 1°C/min. Nesta técnica, é feita a medição da densidade de corrente durante a polarização potencioestática em função da temperatura, e a CPT é determinada como a temperatura na qual a densidade de corrente apresenta aumento contínuo a valores superiores a 100 µA/cm², como exemplificado na Figura 14.

Nessa técnica a temperatura é continuamente alterada durante o ensaio, tornando o processo mais ágil e flexível quando comparado com os ensaios de imersão realizados de acordo com a ASTM G48, ou quando comparada com a proposta de obtenção de CPT a partir de valores de E_b obtidos em diferentes temperaturas. Dessa forma, essa técnica permite

caracterizar diferenças mais sutis de CPT com melhor acurácia. Além disso, a técnica de polarização potencioestática poderia ser utilizada para materiais de diferentes microestruturas, não existindo variações entre aços inoxidáveis austeníticos, dúplex e ligas de níquel, desde que as condições de ensaio sejam agressivas o suficiente para diferenciar a resistência à corrosão de diferentes materiais.

Figura 14 - Determinação de CPT usando a técnica potencioestática da ASTM G150.

Fonte: American Society For Testing And Materials, 2013

Haugan et al (2017) determinaram a CPT de um aço inoxidável superdúplex utilizando o método da ASTM G150 porém utilizando 3,5% NaCl (0,6M Cl^-), pH 8 e 600 mV_{ECS}. Eles obtiveram valores mínimos e máximos de 63,5°C e 65,2°C respectivamente.

A empresa Sandvik utiliza também uma variação da técnica descrita na ASTM G150. Com um potencial constante aplicado, a temperatura de uma solução contendo cloreto é aumentada em incrementos de 5°C até que densidade de corrente medida na superfície da amostra aumente acima de um valor de 10 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$. Utilizando essa técnica foram obtidas as curvas de CPT por concentração de cloreto, mostradas nas Figuras 15 e 16. Nota-se que o aumento da concentração de cloretos leva a redução da CPT para diferentes materiais.

Figura 15 – CPT das ligas dúplex e superdúplex em várias concentrações de cloreto de sódio, medidos

utilizando um potencial de $+600 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$ e pH neutro.

Fonte: Autor “adaptado de” Sandvik, 1997

Figura 16 – CPT de diversos materiais em função do teor de cloreto medidos utilizando um potencial de $+300 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$ e pH neutro.

Fonte: Autor “adaptado de” Sandvik, 1997

A ASTM G150 não pode ser utilizada para a medição de CPT em materiais como os aços hiperdúplex e ligas de níquel, devido à alta resistência a corrosão por pite desses materiais. Para determinar a CPT desses materiais seria necessária uma temperatura de teste acima da temperatura de ebulição de soluções ordinárias de NaCl (aproximadamente 100°C), pois os mesmos possuiriam CPT acima ou muito próximas de 100°C nestas concentrações de cloretos. (LUND, DELBLANC e IVERSEN, 2016). Uma outra alternativa para medir a CPT desses materiais é trabalhar com soluções mais corrosivas do que o padrão utilizado na ASTM G150 (1M NaCl), pois como mostrado, o aumento no teor de cloretos leva a redução dos valores de CPT medidos.

Utilizando solução de $MgCl_2$ com concentração de 3M para as medições de CPT, uma temperatura maior de ebulição pode ser alcançada e, portanto, pode ser feita a determinação de CPT para ligas com maior resistência a corrosão. Além disso, essa solução possui uma concentração de cloretos de 6M, 6 vezes maior do que a solução 1M NaCl, portanto as temperaturas críticas de pite obtidas são menores quando comparadas com testes feitos de acordo com a ASTM G150, tornando mais fácil a elaboração dos testes e determinação da CPT de ligas de alto teor de cromo. No entanto, não é possível correlacionar medidas de CPT feitas em diferentes meios, portanto para comparar diferentes materiais os ensaios devem ser realizados nas mesmas condições. (LUND, DELBLANC e IVERSEN, 2018).

Lund, Delblanc e Iversen (2016) desenvolveram ensaios de CPT em uma solução 3M $MgCl_2$, que possui uma temperatura de ebulição próxima a 117°C de acordo com a norma ASTM G36, permitindo então, a análise de ligas com CPT mais elevado quando comparado com a técnica da ASTM G150. Para evitar precipitação de $Mg(OH)_2$ o estudo menciona que é importante manter o pH da solução abaixo de 8,2, o que não é um complicador, visto que o pH inicial da solução é próximo de 5. Para analisar essa variação na CPT de acordo com o meio utilizado, esse mesmo estudo ensaiou materiais em ambas as condições (1M NaCl e 3M $MgCl_2$), conforme pode ser visto na Tabela 5. É interessante ressaltar que os resultados de CPT obtidos não obedecem a mesma sequência de PRE para todos os materiais. O 254 SMO possui PRE superior ao superdúplex, porém os valores obtidos de CPT para o 254 SMO são inferiores ao superdúplex em ambos os meios corrosivos utilizados.

Tabela 5 – CPT de diversos aços inoxidáveis determinadas por método potencioestático utilizando soluções de 1M NaCl e 3M de MgCl₂, aplicando um potencial de +734 mV_{Ag/AgCl}.

Material	CPT (°C) 1M NaCl	CPT (°C) 3M MgCl ₂	PRE
UNS S31600	20,3	9,0	26
UNS S32304	22,6	15,4	25
UNS N90804	47,7	32,5	35
UNS S32205 (dúplex)	50,0	45,6	35
UNS S31254 (254 SMO)	72,8	64,7	43
UNS S3270 (superdúplex)	84,9	71,6	42,5
UNS S34565	94,7	79,3	47
UNS S32654	-	111,6	57

Fonte: Autor “adaptado de” Lund, Delblanc e Iversen, 2016

O datasheet do material Sanicro 23, disponível no Anexo A, também traz a CPT do material utilizando o mesmo método de Lund, Delblanc e Iversen (2016) com a solução 3M MgCl₂. A CPT obtida para o Sanicro 23 foi de 84,5°C.

Existem também trabalhos utilizando ensaios potencioestáticos com outras soluções, como por exemplo, CaCl₂ para determinação de CPT. Werner (2007) utilizou uma solução 4,5M CaCl₂ (9M Cl⁻), obtendo uma temperatura de ebulição de 115°C e possibilitando a determinação da CPT em 95°C para a liga 2.4605 (Alloy 59) com PRE de 75. Porém os estudos de Prosek et al. (2009) mostram que devido à baixa solubilidade do CaCl₂ em água, o MgCl₂ é uma alternativa mais viável para a solução de ensaio.

A solução de MgCl₂ possui solubilidade similar a solução de NaCl de acordo com Haynes (2011), sendo viável a utilização de uma concentração 3M MgCl₂, conforme feito por Lund, Delblanc e Iversen (2016 e 2018). Neste último trabalho de 2018, os autores utilizaram os mesmos materiais descritos na Tabela 5, aplicando um potencial de +734 mV_{Ag/AgCl} e analisaram a relação entre os valores de CPT obtidos e o PRE de cada material e observa-se que, para a maioria dos materiais, quanto maior o valor de PRE, maior a CPT obtida para o material, independente da solução utilizada, conforme mostrado na Figura 17.

Figura 17 – Medidas de CPT em 1M NaCl e em 3M MgCl₂ em função dos valores de PRE.

Fonte: Lund, Delblanc e Iversen, 2018

Analisando a Figura 17 observa-se que Lund, Delblanc e Iversen (2018) obtiveram valores de CPT máximos próximos ao ponto de ebulição das soluções utilizadas, tanto para o NaCl quanto para o MgCl₂. Além disso, o eletrodo de referência utilizado (Ag/AgCl com 3,5M KCl) possui uma temperatura de ebulição próxima de 103°C, obrigando o uso de uma ponte salina, por exemplo, para que seja possível realizar o teste, o que foi confirmado em comunicação com os autores.

Além da influência do PRE, existem estudos que analisam a influência do pH da solução nos resultados de CPT obtidos, como por exemplo o trabalho de Cordis (2006) e Sandvik (1997). De forma geral, sabe-se que quanto mais ácido é o meio utilizado menor é o valor obtido para CPT, conforme mostrado na Figura 18.

Figura 18 – CPT dos materiais dúplex e superdúplex em função do pH em solução de 3% NaCl e potencial $+600 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$.

Fonte: Autor “adaptado de” Sandvik, 1997

Os potenciais de ensaio também interferem nos resultados obtidos de CPT. De acordo com Spedo (2018), a determinação da CPT em condições de ensaio mais brandas (menores potenciais e menores concentrações de cloreto) resulta em valores mais elevados de CPT e uma maior dispersão dos resultados obtidos. Para essa análise Spedo (2018) mediu a CPT do material UNS S31803 variando a concentração de íons cloreto entre 0,3M a 5M e o potencial entre $+300 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$ e $+800 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$, obtendo os resultados mostrados na Figura 19.

Figura 19 - Resultados de CPT para o DSS UNS S31803 em função do potencial aplicado a diferentes concentrações de NaCl.

Fonte: Spedo, 2018

Dessa forma, uma das maneiras de obter valores mais baixos de CPT, e possíveis de serem medidos em ensaios de polarização potencioestáticos, é utilizar a maior concentração de cloretos possível e potenciais de ensaios mais elevados, tornando o ensaio mais agressivo. É importante ressaltar que para a determinação de CPT o potencial aplicado não pode ser superior ao E_b , ou seja, deve estar compreendido na região do trecho anódico passivo do material.

São poucos os trabalhos encontrados na literatura que seguem a norma ASTM G150 para a determinação de CPT, não existindo definição sobre os parâmetros utilizados na técnica potencioestática, existindo diversas variações, alterando a concentração do meio corrosivo, o pH e o potencial do ensaio. Cada metodologia proporciona resultados distintos de difícil comparação com outras técnicas. Pode-se tomar como exemplo resultados com aço superdúplex, que baseado nas técnicas descritas nessa revisão obteve valores de CPT entre 80°C, no ensaio de acordo com ASTM G48 método A modificado (SANDVIK SAF2507, 2018), e 63,5°C no ensaio de acordo com a ASTM G150, porém utilizando 3,5% NaCl, pH 8 e 600 mV_{Ag/AgCl} (HAUGAN et al, 2017). Além disso, os métodos de ensaios descritos em

sua maioria não visam comparar materiais que apesar de indicados para aplicações semelhantes são diferentes, como aços inoxidáveis austeníticos, aços inoxidáveis dúplex e ligas de níquel. Além disso, poucos são os ensaios que podem ser utilizados para essa variedade de materiais.

Baseado nas informações anteriores observa-se uma lacuna de conhecimento no que se refere à comparação de CPT de materiais com alta resistência a corrosão por pite. Conforme discutido, estes materiais possuem elevada resistência à corrosão por pite e valores de CPT que não podem ser medidos utilizando o método potencioestático convencional descrito na ASTM G150. Além disso, os métodos de corrosão por imersão, que poderiam ser uma alternativa para determinação destas CPTs possuem metodologias de teste distintas para aços inoxidáveis austeníticos, dúplex e ligas de níquel de acordo com a ASTM G48, impossibilitando a comparação dos resultados obtidos de CPT entre esses materiais. Vale ressaltar também que a realização de testes de corrosão por imersão, apesar de simples, demanda um grande tempo de ensaio, ao contrário dos ensaios potencioestáticos.

Tal tema é de grande relevância tecnológica, visto que é uma necessidade da indústria, podendo auxiliar na seleção do material mais adequado para uma aplicação onde corrosão por pite é uma demanda.

Dessa forma, justifica-se o objetivo desse trabalho de verificar a possibilidade de se determinar a temperatura crítica de pite em aços inoxidáveis dúplex, austeníticos e ligas de níquel, com alta resistência a corrosão por pite, utilizando um método único, através de determinação potencioestática.

4 METODOLOGIA

Para a realização desse trabalho foram utilizadas amostras de produtos tubulares das ligas UNS S32205 (dúplex), UNS S32750 (superdúplex), UNS S32707 (hiperdúplex), UNS S31254 (254 SMO, superaustenítico), UNS N10276 (C276, liga de Níquel), UNS S31266 (Sanicro 23, hiperaustenítico) e UNS N06625 (625, liga de Níquel) cedidos pela empresa Sandvik Materials Technology. No Anexo A encontram-se os certificados com a composição química de cada um dos materiais estudados, e na Tabela 6 tem-se um resumo da composição química dos materiais e o PRE calculado de acordo com a equação (1).

Tabela 6 – Resumo da composição química dos materiais estudados (% em massa) e PRE.

Material	%C	%Cr	%Ni	%Mo	%N	%Cu	%W	% (Nb+Ta)	PRE
Dúplex	0,013	22,28	5,23	3,14	0,17	-	-	-	35,4
Superdúplex	0,011	25,40	6,47	3,82	0,30	0,15	-	-	42,8
254 SMO	0,011	20,01	17,91	6,04	0,2	0,61			43,1
Hiperdúplex	0,019	26,68	6,37	4,77	0,38	-	-	-	48,5
Sanicro 23	0,014	24,00	22,85	5,38	0,43	1,39	1,85	-	48,7
625	0,027	21,38	61,5	8,72	-	-		3,53	50,2
C276	0,008	15,61	58,53	15,5	-	-	3,73	-	66,8

Fonte: Autor

4.1 PREPARO DE AMOSTRAS E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Amostras dos materiais em estudo na condição de fornecimento foram cortadas e embutidas em resina termofixa de cura a quente para obtenção de corpos de prova onde a seção de trabalho corresponda à seção transversal de tubos, com relação ao sentido de laminação, com área exposta de aproximadamente 0,5 cm². Após ser realizado o acabamento superficial por lixamento até a granulometria de #600 utilizando o equipamento Struers Abramim do CDMatM-FEI, os corpos de prova estavam prontos para serem utilizados como eletrodos de trabalho nos ensaios eletroquímicos.

Para a caracterização microestrutural, corpos de prova semelhantes, polidos até acabamento propiciado por diamante de 1µm de granulometria, foram utilizados para caracterização por microscopia óptica (câmera Olympus, Microscópio óptico BX60), incluindo análise de inclusões de acordo com a classificação proposta por Jernkontoret e,

após ataque metalográfico, foi feita a análise da microestrutura, o que permitirá a comparação dos dados aqui obtidos com trabalhos futuros. Para o ataque metalográfico foi utilizado o método eletrolítico com ácido oxálico 10% de acordo com a Tabela 7. Para as ligas duplex foram feitas ainda 20 medidas de percentual de ferrita utilizando o ferritoscópio MP30 Helmut Fischer GMBH.

Tabela 7 - Potencial e tempo utilizados para os ataques eletrolíticos utilizando ácido oxálico 10%.

Material	Tempo estimado (s)	Potencial (V)
Duplex	20	6
Super duplex	20	6
254 SMO	35	6
Hiper duplex	20	2
Sanicro 23	35	3
625	35	6
C276	50	3

Fonte: Autor

Para verificar as possíveis fases presentes na microestrutura dos materiais e comparar com as micrografias obtidas, foram feitas simulações no software Thermo-Calc® versão 2019a para cada material baseado nas composições químicas informadas no Anexo A. Para os aços foi usada a base de dados TCFE8, e para as ligas de níquel a base de dados TCNI8. Vale reforçar que o Thermo-Calc® indica as fases presentes no estado de equilíbrio, portanto pode ser utilizado somente como indicador de possíveis fases presentes no material, não sendo uma ferramenta conclusiva para determinação de fases.

Em casos onde ainda havia incertezas sobre a micrografia após a caracterização por microscopia óptica, foram realizadas imagens de elétrons retroespalhados em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e também foram realizadas análises semi-quantitativas por espectrômetro de energia dispersiva (EDS) das fases e inclusões encontradas. As análises de MEV foram realizadas no Laboratório de Caracterização Microestrutural Hubertus Colpaert do PMT/EPUSP.

4.2 ENSAIOS ELETROQUÍMICOS

Os eletrodos de trabalho descritos no início do item anterior foram utilizados para ensaios de polarização potenciodinâmica e potenciostática. Para isso ser possível, o baquelite

no qual cada amostra foi embutida foi furado lateralmente e uma rosca foi feita de forma a se obter contato elétrico entre a amostra e o potenciostato, de acordo com a Figura 20.

Figura 20 – Eletrodo de trabalho para ensaios eletroquímicos, com a haste de suporte e contato rosca ao baquelite.

Fonte: Autor

O eletrólito utilizado para os ensaios é a solução 3M de cloreto de magnésio (MgCl_2) com pH levemente acidificado controlado entre 6,5 e 7. Foi utilizado um potenciostato Autolab 20 modelo PGSTAT12, controlado pelo software NOVA 2.0, do fabricante Metrohm, para controle do potencial aplicado e registro de densidade de corrente.

A célula eletroquímica tem dupla parede, permitindo que banho termostático (utilizando água como fluido de aquecimento até 85°C) possa controlar a temperatura dos ensaios. Na célula eletroquímica, o contra eletrodo é um fio de platina enrolado em espiral, com área pelo menos 10 vezes superior ao do eletrodo de trabalho, e o eletrodo de referência é o de prata-cloreto de prata (Ag/AgCl). A Figura 21 mostra a configuração da célula utilizada. Todos os ensaios eletroquímicos foram realizados em triplicata.

Figura 21 – Configuração da célula eletroquímica utilizada nos ensaios eletroquímicos, sendo que E.R. representa o eletrodo de referência, C.E. representa o contra

eletrodo de fio de platina e E.T. representa o eletrodo de trabalho que corresponde à amostra analisada.

Fonte: Autor

Curvas de polarização potenciodinâmica foram obtidas para cada material em estudo, a temperatura ambiente (23 °C), partindo do potencial de circuito aberto estabelecido após 5 min de imersão, em varredura ascendente de potencial a taxa de 1 mV/s, até que a densidade de corrente atingisse 1 mA/cm², permitindo definir a faixa de potencial do trecho passivo de cada material. Pelo menos 3 curvas por material foram levantadas.

A seguir, em cada material, foram realizados ensaios utilizando a metodologia proposta por essa dissertação visando analisar diferentes materiais através do mesmo procedimento de ensaio para determinação de CPT. O procedimento proposto consiste em ensaios de polarização potencioestática variando-se a temperatura a taxa de 1 °C/min a partir de 23 °C, num potencial da região passiva determinado nas curvas de polarização anteriormente descritas, comum a todos os materiais em estudo. A polarização potencioestática se iniciou 5 minutos após a imersão, para garantir a mesma condição da película passiva que se tinha nas curvas potenciodinâmicas e para permitir a estabilização da temperatura inicial. Foram registradas durante o ensaio potencioestático a variação da densidade de corrente em função da temperatura, sendo a CPT determinada quando a

densidade de corrente atingia o mínimo de $100 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ e se mantinha superior a esse valor. O registro da temperatura em tempo real durante o ensaio foi realizado utilizando-se um termopar do tipo PT-100 imerso na solução e conectado a um computador externo, enquanto a variação de corrente é enviada do potenciostato para o mesmo computador externo.

Após os ensaios eletroquímicos, as superfícies dos eletrodos de trabalho foram examinadas por microscopia óptica para avaliação da extensão da corrosão por pite, e para assegurar a inexistência de corrosão em fresta nas bordas do eletrodo de trabalho, o que invalidaria os resultados de CPT obtidos.

Para determinar a área exposta de cada corpo de prova utilizado nos ensaios de polarização potenciodinâmica e de polarização potenciostática foi utilizado o software de análise de imagens *Image J 1.45s*.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos são apresentados nos itens: caracterização microestrutural, ensaios potenciodinâmicos e ensaios potenciostáticos.

5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A caracterização microestrutural permite explorar as principais características dos materiais utilizados, de forma a garantir a reprodutibilidade desse trabalho e verificar se existe alguma fase ou morfologia presente no material que poderia influenciar na resistência a corrosão por pite.

Para a análise de inclusões foram obtidas as micrografias disponíveis no Apêndice A. Na Figura 22 é possível observar uma micrografia típica dentre as realizadas nesse estudo para análise de inclusões, revelando que os materiais analisados possuem inclusões de óxidos tipo 1 série fina, de acordo com os padrões de classificação de inclusões proposto por Jernkontoret (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2007). Dessa forma, as inclusões encontradas se apresentam em pequena quantidade e tamanho e, apesar de serem descontinuidades no material e, portanto regiões onde há maior chance de nucleação de pites, devem exercer pouca influência na comparação dos resultados de CPT obtidos.

Figura 22 - Micrografia da seção longitudinal do aço dúplex com 100X de aumento sem ataque químico

Fonte: Autor

A micrografia após ataque eletrolítico obtida para o dúplex, disponível na Figura 23, indica microestrutura de matriz ferrítica com ilhas de austenita conforme esperado para esta classe de materiais, de acordo com o apresentado na literatura e com a micrografia obtida Naghizadeh e Moayed (2015), apresentada na Figura 3. O gráfico obtido pelo Thermo-Calc® mostrado na Figura 24 indica que, quando o tratamento térmico é realizado na temperatura adequada para se obter cerca de 50% de ferrita (BCC_A2) e 50% de austenita (FCC_A1) em volume seguido de resfriamento rápido, não há formação de demais fases, como sigma e nitreto de cromo (HCP_A3#2) no estado de equilíbrio, conforme foi observado na micrografia obtida.

Figura 23 - Micrografia da seção transversal da amostra de dúplex após ataque com 10% oxálico.

Fonte: Autor

Figura 24 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o dúplex.

Fonte: Autor

Para o superdúplex a micrografia obtida após ataque eletrolítico pode ser vista na Figura 25 e possui, assim como o material dúplex, microestrutura de matriz ferrítica com ilhas de austenita. A micrografia obtida apresenta as mesmas características da micrografia obtida por Haugan et al (2017) mostrada na Figura 4, mesmo tendo sido utilizado um reagente químico diferente para o ataque metalográfico. O gráfico obtido pelo Thermo-Calc® mostrado na Figura 26 indica que para a formação de cerca de 50% de ferrita e austenita, que é o adequado para o material segundo a literatura, não há precipitação de demais fases em estado de equilíbrio. Quando comparado com o gráfico obtido para o dúplex (Figura 24), observa-se que o tratamento térmico para obter-se a microestrutura adequada no superdúplex deve ter ocorrido em temperaturas mais elevadas que as utilizadas para o aço dúplex.

Figura 25 – Micrografia da seção transversal da amostra de superdúplex após ataque com 10% oxálico.

Fonte: Autor

Figura 26 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o superdúplex.

Fonte: Autor

A micrografia obtida após ataque eletrolítico para o hiperdúplex pode ser vista na Figura 27 e possui microestrutura de matriz ferrítica com ilhas de austenita, assim como o dúplex e o superdúplex. A micrografia obtida apresenta a mesma microestrutura da micrografia apresentada na revisão da literatura (Figura 5) sendo, portanto, característica desse material. O gráfico obtido pelo Thermo-Calc® (Figura 28) indica que, da mesma forma que ocorre para os demais materiais dúplex, a formação de 50% de ferrita e austenita no

estado de equilíbrio pode ocorrer sem que haja precipitação de demais fases que possam ser deletérias.

Figura 27 - Micrografia da seção transversal da amostra de hiperdúplex após ataque com 10% oxálico.

Fonte: Autor

Figura 28 - Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o hiperdúplex.

Fonte: Autor

As ligas de estrutura dúplex também foram analisadas utilizando um ferritoscópio e se comprovou que todas elas possuem estruturas com um balanceamento adequado de fases,

próximo de 50% de fase ferrita e dentro da faixa estipulada por Kangas, Tersmeden e Nystrom (1999) conforme pode ser visto na Tabela 8.

Tabela 8 – Percentual de fase ferrita obtidos por ferritoscópio das ligas de microestrutura dúplex.

	Média	Desvio padrão
Dúplex	48,0%	0,8%
Superdúplex	44,1%	1,8%
Hiperdúplex	47,5%	1,4%

Fonte: Autor

A micrografia obtida para o 254 SMO, mostrada na Figura 29, possui estrutura austenítica de grãos equiaxiais e apresenta destaque nos contornos de grãos, sugerindo a possibilidade de existência de fases intermetálicas decorando os contornos. O mesmo tipo de micrografia foi observado por Mori e Bauernfeind, 2004, conforme visto na Figura 1, onde se atribuiu esse maior destaque nos contornos de grão a segregação.

Analisando as possíveis fases presentes na microestrutura em equilíbrio, através dos gráficos obtidos pelo Thermo-Calc® para esse material (Figura 30) foi possível observar que a liga 254 SMO possui matriz austenítica (FCC_A1) e pode possuir elevada precipitação de fases sigma (até próximo de 20% em volume) e nitreto de cromo (HCP_A3#2) caso a temperatura do tratamento térmico fique entre 1100°C e 1000°C, que é comum para aços inoxidáveis austeníticos, ou a taxa de resfriamento não seja rápida o suficiente para evitar a formação destas fases. Além disso, em temperaturas inferiores a 800°C o material está também propenso à formação de até próximo de 20% em volume de fase chi. Vale ressaltar também que a inclinação das curvas referentes à formação de fases sigma, chi e nitreto de cromo, indica que, uma vez atingida a temperatura para início de precipitação dessas fases no resfriamento, a fração volumétrica de fase formada cresce rapidamente com a diminuição da temperatura. Dessa forma, há indícios de que o 254 SMO é muito susceptível a precipitação de fases intermetálicas.

Figura 29 - Micrografia da seção transversal da amostra de 254SMO após ataque com 10% oxálico.

Fonte: Autor

Figura 30 – Fração volumétrica das fases austenita (FCC_A1), nitreto de cromo (HCP_A3#2), sigma, $M_{23}C_6$ e chi em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o 254 SMO.

Fonte: Autor

Para verificar com maior precisão a existência de fases intermetálicas e caracterizar as fases presentes, uma vez que através do Thermo-Calc® só é possível ter uma indicação das fases presentes em equilíbrio, foram feitas análises de microscopia eletrônica de

varredura com elétrons retroespalhados na amostra de 254 SMO polida sem ataque químico. Observou-se então a presença de precipitados mais claros, conforme pode ser visto na Figura 31.

Através de análises de EDS, como as mostradas na Figura 32 e na Figura 33 foi possível determinar que a fase precipitada é rica em cromo e molibdênio quando comparada com a matriz do material, o que é característico de fases chi e sigma, confirmando a presença de fases intermetálicas. Assim, se a formação destas fases se deu durante o resfriamento após a solubilização, é de se esperar que sua nucleação tenha se dado em contornos de grão, e que seu incipiente crescimento tenha consumido cromo e molibdênio desta região de contornos, deixando-os mais susceptíveis a corrosão, o que explicaria o ataque mais acentuado a contornos de grão observado na Figura 29. Todavia, é preciso destacar que dado o diminuto tamanho das fases, quando as amostras polidas foram observadas com elétrons retroespalhados (Figura 31), não foi possível encontrar evidências sólidas da hipótese aqui levantada de formação em contornos de grão, apesar da sua possível ocorrência.

Figura 31 - Micrografia obtida para amostra de 254 SMO utilizando MEV com elétrons retroespalhados.

Fonte: Autor

Figura 32 – Composição química obtida por análise de EDS da matriz austenítica do 254 SMO.

Fonte: Autor

Figura 33 - Composição química obtida por EDS da fase clara encontrada no 254 SMO.

Fonte: Autor

A micrografia obtida para o Sanicro 23 após ataque eletrolítico (Figura 34) apresenta microestrutura austenítica, assim como observada por Le Manchot e Mottu-Bellier (2016) (Figura 2) para o mesmo material. Nesse caso, não há indícios de precipitação de fases intermetálicas em contornos de grão.

A análise feita através do Thermo-Calc® para o Sanicro 23 (Figura 35) indica, além da matriz austenítica (FCC_A1), a possibilidade de precipitação das fases sigma e nitreto de cromo (HCP_A3#2) mesmo em altas temperaturas de solubilização. porém essas fases não foram detectadas na micrografia do material (Figura 34), sinalizando que o tratamento térmico foi realizado resfriando rapidamente o material a partir da temperatura de

solubilização onde há apenas a fase austenita (FCC_A1 na Figura 35), antes da formação de fases intermetálicas.

Figura 34 - Micrografia da seção transversal da amostra de Sanicro 23 após ataque com 10% oxálico.

Fonte: Autor

Figura 35 – Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCFE8 para o Sanicro 23.

Fonte: Autor

No caso da liga 625, a micrografia mostrada na Figura 36 mostra uma microestrutura austenítica e apresenta, assim como o 254 SMO, um destaque um pouco maior nos contornos de grãos quando comparado com as micrografias obtidas para os demais materiais de

microestrutura austenítica. Além disso, foi possível observar a presença de fases precipitadas na micrografia, sugerindo a presença de carbeto e nitreto, conforme descrito pela ASM (1972) e mostrado na Figura 6. A análise feita através do Thermo-Calc® usando a composição química descrita pelo fabricante (Tabela 6 e Anexo A), mostrada na Figura 37, indica que em temperaturas de tratamento térmico próximas a 800 °C é possível observar precipitação de sigma e nitreto de nióbio (Ni₃Ta₂O₃) em frações volumétricas próximas a 10% no estado de equilíbrio, o que condiz com os precipitados observados na Figura 36. As fases FCC mostradas na Figura 37, correspondem a matriz austenítica.

Figura 36 - Micrografia da seção transversal da amostra de 625 após ataque com 10% oxálico evidenciando a presença de precipitados.

Fonte: Autor

Figura 37 – Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCNI8 para o 625.

Fonte: Autor

Visando analisar com precisão as fases presentes no 625, uma vez que o Thermo-Calc® fornece somente uma indicação das fases em estado de equilíbrio e, nesse caso foram encontrados indícios de precipitação nas micrografias, foram realizadas análises em microscópio eletrônico de varredura com amostras polidas. A análise utilizando elétrons retroespalhados observou a presença de dois tipos de precipitados na matriz austenítica, como mostrado na Figura 38. Os precipitados mais claros são fases ricas em nióbio enquanto os precipitados mais escuros são fases ricas em titânio, nitrogênio e nióbio, de acordo com as análises de EDS realizadas (Figuras 39, 40 e 41). Dessa forma, pode se concluir que os precipitados mais escuros correspondem a nitretos de nióbio e titânio, o que é condizente com o observado através da análise do Thermo-Calc® (Figura 37), e não consomem cromo e molibdênio da matriz para sua formação. Já a fase clara é rica em nióbio e níquel. Essa fase também não consome cromo e molibdênio da matriz, portanto não há empobrecimento da matriz em elementos importantes para resistência a corrosão por pite. Vale ressaltar, no entanto, que a presença de precipitados representa uma heterogeneidade na estrutura do material e descontinuidade na película passiva, portanto são pontos mais propícios para a nucleação de pites.

É importante ressaltar que a fase sigma, prevista na análise de Thermo-Calc® não foi encontrada na micrografia do material e nas análises de EDS utilizando o MEV (Figuras 39, 40 e 41), evidenciando que o Thermo-Calc® não é uma ferramenta para determinar as fases presentes em um material, uma vez que as fases presentes podem não ser todas as fases encontradas no estado de equilíbrio.

Figura 38 – Micrografia obtida para amostra de 625 utilizando MEV com elétrons retroespalhados.

Fonte: Autor

Figura 39 - Composição química obtida por análise de EDS da matriz austenítica do 625.

Fonte: Autor

Figura 40 - Composição química obtida por análise de EDS da fase escura presente no 625.

Fonte: Autor

Figura 41 - Composição química obtida por análise de EDS da fase clara presente no 625.

Fonte: Autor

A micrografia obtida para o C276 após ataque eletrolítico mostra uma microestrutura austenítica, sem a presença de demais precipitados, conforme também foi observado na Figura 7 (ASM,1972). O gráfico obtido através do Thermo-Calc® para o C-276 visto na Figura 43 indica a presença majoritária de austenita (fases FCC) no estado de equilíbrio, assim como foi observado na micrografia (Figura 42), porém segundo o gráfico há possibilidade de precipitação de mais de 20% de volume de fase sigma no estado de equilíbrio. Essa precipitação não foi observada na micrografia obtida para o material, sugerindo que o resfriamento após solubilização foi eficiente para evitar a formação de fase sigma.

Figura 42 - Micrografia da seção transversal da amostra de C276 após ataque com 10% de ácido oxálico.

Fonte: Autor

Figura 43 – Fração volumétrica das fases em função da temperatura, calculada com auxílio do software Thermo-Calc® e a base de dados TCNI8 para o C-276.

Fonte: Autor

As microestruturas presentes nos materiais em estudo são típicas de utilização, permitindo a comparação dos dados aqui apresentados com os dados de literatura, garantindo a robustez do método explorado.

5.2 ENSAIOS POTENCIODINÂMICOS

As curvas de polarização potenciodinâmicas típicas de cada material podem ser observadas na Figura 44. Todos os materiais apresentam um comportamento similar e possuem trecho anódico entre $-200\text{mV}_{\text{Ag/AgCl}}$ e $+800\text{mV}_{\text{Ag/AgCl}}$. Além disso, o trecho passivo apresenta valores da ordem de 10^{-6} a 10^{-5} A/cm^2 , conforme previsto na literatura.

Figura 44 – Curva de polarização potenciodinâmica dos materiais estudados

Fonte: Autor

Todos os valores obtidos para E_b são apresentados na Figura 45 e estão entre $+800 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$ e $+1100\text{mV}_{\text{Ag/AgCl}}$. Observou-se entre os materiais analisados uma tendência de redução dos valores de E_b conforme se aumenta o PRE.

Para a faixa de pH utilizada nos ensaios potenciodinâmicos (entre 6,5 e 7), pôde-se determinar o potencial de evolução de oxigênio, utilizando a equação (10), como sendo entre $+604 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$ e $+634 \text{ mV}_{\text{Ag/AgCl}}$. Dessa forma, baseado nas curvas de polarização

potenciodinâmicas obtidas não é possível determinar a resistência à corrosão por pite dos materiais no meio utilizado, visto que o potencial de avanço de corrente (E_b) ocorre em potenciais superiores ao de equilíbrio da reação de evolução do oxigênio na superfície do material e pode sofrer influência do mesmo, não caracterizando, portanto, um potencial de pite (E_{pite}) válido. Tanto não é possível esta determinação a partir de E_b que o valor desta variável diminui com o aumento do PRE, o que não seria o resultado esperado como comportamento médio se E_b fosse uma medida da resistência à corrosão por pite.

Figura 45 – Potencial de pite (E_b) obtido para todas as amostras das ligas analisadas.

Fonte: Autor

Vale ressaltar também que as ligas de níquel apresentaram valores de E_b inferiores aos aços inoxidáveis, sugerindo que possa haver alguma interação da superfície desses materiais com o eletrólito, ou até mesmo que o potencial de transpassivação possa estar interferindo também na determinação da E_b .

Foi observado também que as ligas 254 SMO e 625 apresentaram maior dispersão entre os valores de E_b obtidos, sugerindo que a presença de fases precipitadas em ambos os materiais pode influenciar a determinação de E_b .

A partir das curvas obtidas foi possível definir um potencial para ser utilizado nos ensaios de polarização potencioestática. Visto que o potencial utilizado deve pertencer ao trecho anódico de todos os materiais, decidiu-se utilizar o potencial de +800 mV_{Ag/AgCl}. Este é o potencial mais agressivo dentro da faixa passiva disponível, facilitando a obtenção de

medidas de CPT para ligas de maior resistência a corrosão, pois deve resultar em menores valores de CPT, conforme foi concluído por Spedo (2018). Além disso, a densidade de corrente para todos os materiais neste potencial fica entre 10^{-6} e 10^{-5} A/cm², o que garante a condição de existência de um filme passivo para todos os materiais ensaiados. Assim, nos ensaios potencioestáticos, a formação de pite se dará sobre uma superfície com película passiva, que sofrerá o ataque dos íons cloreto disponíveis numa temperatura específica, permitindo em tese caracterizar a CPT dos materiais estudados.

5.3 ENSAIOS POTENCIOSTÁTICOS

As curvas de polarização potencioestáticas obtidas para os materiais estudados podem ser vistas das Figuras 46 a 52, incluindo as amostras que apresentaram corrosão por fresta. Nas micrografias mostradas na Figura 53 é possível observar imagens típicas da corrosão por pite e por fresta encontrada nas amostras após os ensaios. As CPTs das amostras que apresentaram corrosão por frestas não serão utilizadas neste trabalho, uma vez que, nestes casos, o resultado de CPT não foi considerado como válido para o propósito deste estudo.

Figura 46 – Curvas de CPT obtidas para as amostras de dúplex. Nenhuma amostra apresentou corrosão por fresta.

Fonte: Autor

Figura 47 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de superdúplex. As amostras 2 e 4 apresentaram corrosão por fresta.

Fonte: Autor

Figura 48 – Curvas de CPT obtidas para as amostras de 254 SMO. A amostra 2 apresentou corrosão por fresta.

Fonte: Autor

Figura 49 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de hiperdúplex. Nenhuma amostra apresentou corrosão por fresta.

Fonte: Autor

Figura 50 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de Sanicro 23. Nenhuma amostra apresentou corrosão por fresta.

Fonte: Autor

Figura 51- Curvas de CPT obtidas para as amostras de 625. As amostras 5, 6 e 7 não apresentaram corrosão por fresta.

Fonte: Autor

Figura 52 - Curvas de CPT obtidas para as amostras de C-276. Todas as amostras apresentaram corrosão por fresta.

Fonte: Autor

Figura 53 – Micrografias típicas obtidas após o ensaio evidenciando (a) corrosão por pite (amostra de dúplex, alguns pites indicados por setas) e (b) corrosão por fresta (amostra de superdúplex).

Fonte: Autor

Todos os resultados de CPT válidos obtidos são apresentados na Tabela 9, onde os materiais são apresentados em ordem crescente de PRE. De forma geral, se observa que os resultados obtidos entre as amostras de um mesmo material apresentam baixa variação, mostrando que o método proposto gera resultados precisos e pode ser confiável com a realização de poucos ensaios. Uma exceção se faz aos resultados obtidos para as ligas de níquel, onde não foi possível a determinação de CPT do C-276 e se observou a ocorrência frequente de corrosão por fresta.

É importante ressaltar que foi possível a determinação da CPT do aço hiperdúplex e do Sanicro 23, o que não ocorre quando se utiliza a solução 1M NaCl definida pela ASTM G150, visto que nesse meio esses materiais possuem CPT superior a 100°C, temperatura de ebulição da solução 1M NaCl indicada pela norma.

Tabela 9 – Resultados de CPT para os materiais ensaiados

Material	CPT (°C)		
	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Dúplex	37,5	40,7	37,4
Superdúplex	52,6	51,6	50
254 SMO	37,4	37	36,1
Hiperdúplex	72	68,6	72,3
Sanicro 23	72	73,8	73,7
625	> 85	> 85	> 85
C-276	-	-	-

Fonte: Autor

Comparando os resultados de CPT obtidos com a literatura apresentada na revisão desse trabalho, têm-se que para o mesmo material, o método proposto apresenta valores de CPT mais baixos que todos os métodos potenciostáticos discutidos para os aços inoxidáveis, o que facilita a determinação de CPT para ligas com alta resistência a corrosão por pite.

Pode-se citar o dúplex, por exemplo, que foi analisado também por Lund, Delblanc e Iversen (2016) e por Spedo (2018). Lund, Delblanc e Iversen (2016) obtiveram uma CPT de 50°C utilizando uma eletrólito contendo 1M Cl⁻ e potencial de 734 mV_{Ag/AgCl} e utilizando a mesma solução proposta nesse trabalho (com 6M Cl⁻) porém, com um potencial aplicado de 734 mV_{Ag/AgCl}, a CPT obtida foi de 45,6°C, mostrando que uma variação de potencial aplicado, mesmo que pequena (66 mV_{Ag/AgCl} nesse caso), pode trazer impacto no resultado de CPT. Spedo (2018), por sua vez, obteve valores de CPT entre 80°C (0,3M Cl⁻ e potencial de 300 mV_{Ag/AgCl}) e 40°C (5M Cl⁻ e potencial de 500 mV_{Ag/AgCl}). Spedo (2018) realizou ensaios também com o mesmo potencial proposto nesse trabalho (800 mV_{Ag/AgCl}) porém com eletrólito contendo 5M Cl⁻ e obteve CPTs entre 42°C e 52°C. Neste caso, observa-se que a variação de 1M Cl⁻ entre o eletrólito utilizado por Spedo (2018) e o utilizado nesse trabalho apresentam grande impacto nos resultados obtidos de CPTs, que para esse trabalho foram

entre 37,4°C e 40,7°C. Pode-se confirmar então que os baixos valores de CPT obtidos devem-se a uma combinação entre elevado teor de cloreto do eletrólito e potencial utilizado.

Com relação às ligas de níquel, foi possível determinar a CPT do 625 como superior a 85°C, temperatura máxima utilizado no ensaio. Esse valor de CPT é similar ao descrito por Klapper, Zadorozne e Rebak (2017), Le Manchet e Mottu-Bellier (2016) e Haynes Alloy 625 (2018) para os ensaios de imersão conforme a ASTM G48. Infelizmente não foi possível obter um valor preciso para a CPT do 625 devido a limitação de temperatura do fluido de aquecimento utilizado. Para manter o eletrólito em temperaturas superiores a 85°C o banho utilizado deve possuir ponto de ebulição superior a 100°C, dessa forma a água não é eficiente como fluido de aquecimento para esse material. Inicialmente se previu que o 625 possuiria valores de CPT mais baixos com a técnica proposta nesse trabalho, visto que foi o que ocorreu com os aços inoxidáveis quando comparado com os valores de CPT descritos na revisão da literatura.

Para a determinação do valor preciso de CPT do 625 é necessário, então, alterar o fluido de aquecimento do modelo de ensaios proposto. Uma alternativa seria a utilização de óleo de silicone, que possui maior ponto de ebulição. Além disso, o eletrodo de referência possui uma temperatura de ebulição próxima de 103°C, obrigando o uso de uma ponte salina, por exemplo, para que seja possível realizar ensaios em temperaturas maiores que 100°C. Vale reforçar que o eletrólito utilizado possui ponto de ebulição próximo a 117°C segundo a norma ASTM G36, portanto suporta uma temperatura de ensaio mais elevada que a proposta nesse trabalho.

Foi observado para as ligas de níquel uma alta ocorrência de corrosão por fresta, o que inviabilizou a determinação da CPT do C-276 e dificultou a determinação da CPT do 625. Conforme mostrado na Figura 51 e na Figura 52, o número de ensaios de CPT realizados para as ligas de níquel foi superior à quantidade de ensaios necessária para a determinação da CPT dos aços inoxidáveis, evidenciando uma deficiência da técnica proposta para a determinação de CPT de forma eficiente para essa classe de materiais.

A corrosão por frestas ocorreu na interface entre o material estudado e o baquelite. Mesmo protegendo essa interface com material polimérico, não foi possível evitar a corrosão por fresta na maioria dos ensaios de CPT nas ligas de níquel. A Figura 54 e a Figura 55 evidenciam exemplos da corrosão por fresta encontrada após os ensaios para a determinação de CPT. Foram observadas frestas tanto na superfície externa dos tubos quanto na superfície interna.

Figura 54 – Corrosão por fresta observada após ensaio para determinação de CPT identificada pela seta vermelha. Amostra 4 do material C-276.

Fonte: Autor

Figura 55 - Corrosão por fresta observada após ensaio para determinação de CPT identificada pelas setas vermelhas. Amostra 3 do material 625.

Fonte: Autor

Essa dificuldade em relação à corrosão por fresta foi pronunciada nas ligas de níquel porque para esses materiais existe uma grande diferença entre os valores de CPT e a

temperatura crítica de fresta (CCT do inglês “critical crevice temperature”). Na Figura 56 pode-se observar a CCT e CPT de materiais estudados de acordo com a ASTM G48, onde a diferença entre a CPT e a CCT para os aços inoxidáveis é cerca de 30°C, enquanto para as ligas de níquel essa diferença pode chegar a 95°C, dificultando a ocorrência de corrosão por pites e facilitando o surgimento de corrosão por frestas. Os resultados apresentados na Figura 56 foram obtidos da literatura onde os aços inoxidáveis foram ensaiados de acordo com o método A modificado para determinação de CPT e de acordo com o método B para determinação de CCT. As ligas de níquel foram ensaiadas de acordo com o método C para determinação de CPT e de acordo com o método E para determinação de CCT.

Figura 56 – CPT e CCT de materiais estudados de acordo com a ASTM G48.

Fonte: Autor “adaptado de” Sandvik SAF2507, 2018, Sandvik SAF2707, 2019, Haynes Alloy 625, 2018 e Hastelloy C-276, 2018.

Fica evidente na Figura 56 e também analisando os resultados dos ensaios de CPT obtidos que, apesar das ligas de níquel possuírem maior resistência a corrosão por pite, sua utilização é bastante limitada quando há presença de frestas. Esse fato compromete o desempenho dessas ligas e deve ser levado em conta quando se compara a resistência à corrosão de materiais em meios contendo cloreto. Isto também mostra uma limitação da técnica aqui proposta, que utiliza corpos de prova metalográficos embutidos, que mesmo preparados com cuidado, podem ter induzida a formação de frestas entre o baquelite e o

material a ensaiar. Assim, ligas mais susceptíveis a corrosão por frestas não podem ter a CPT determinada pelo método aqui proposto.

Dessa forma, para que o ensaio seja eficiente para determinação de CPTs de ligas de níquel, é necessário alterar o aparato experimental, não utilizando embutimento em baquelite evitando gerar frestas em contato com as amostras.

Os resultados obtidos para as ligas de níquel, não invalidam a técnica proposta para a determinação de CPT em diversos materiais, somente indicam que o aparato de teste deve ser repensado de forma e evitar a formação de frestas e que o fluido de aquecimento utilizado deve possuir temperatura de ebulição superior a 100°C. O eletrólito e o potencial de ensaio propostos nesse trabalho são adequados para determinação de CPT das ligas de níquel, conforme mostrado nas curvas potenciodinâmicas da Figura 44.

Observando os resultados obtidos de CPT de forma geral, existe uma relação entre o aumento do PRE e o aumento da CPT do material para os aços inoxidáveis. Essa relação é evidenciada para os aços inoxidáveis na Figura 57 pela linha verde e comparada com os resultados obtidos por Lund, Delblanc e Iversen (2018) representado pelas linhas azul e vermelho. Observa-se que as linhas de tendência apresentam uma inclinação semelhante para os aços inoxidáveis, ou seja, na maioria dos casos os resultados de CPT apresentam uma relação similar com o PRE independente da concentração de cloreto e do potencial utilizado. Existem exceções, como os resultados obtidos para o 254 SMO e o 625, sendo o 254 SMO bastante inferior ao esperado de acordo com a linha de tendência e seu PRE e a liga de níquel apresentando CPT superior ao indicado pela linha de tendência, sugerindo que a equação de PRE não mede de forma igual a resistência à corrosão por pite de ligas de níquel e aços inoxidáveis. O PRE, portanto, não é um parâmetro adequado para determinar a resistência à corrosão por pite de um material.

Figura 57 – Relação entre CPT e PRE comparando os resultados obtidos com a literatura.

Fonte: Autor “adaptado de” Lund, Delblanc e Iversen, 2018

Os resultados obtidos por Lund, Delblanc e Iversen (2016 e 2018) também mostram que o 254 SMO apresenta valores de CPT inferiores ao esperado, de acordo com seu PRE. Essa característica pode estar relacionada à precipitação de fase intermetálica sigma e/ou nitreto de cromo (como as que decoram os contornos de grão na Figura 29, de acordo com a análise de microscopia eletrônica de varredura mostrada na Figura 31) que prejudicam a resistência à corrosão do material e são inerentes ao processo de produção dessa liga, devido a sua composição química. Ressalta-se que não foi observado corrosão por fresta nas amostras onde se determinou as CPTs do 254 SMO. Na Figura 58 é possível observar uma borda típica do corpo de prova desse material após o ensaio. Assim, percebe-se que a classificação de resistência à corrosão por pite com base apenas na composição química, possibilitada pelo PRE, pode induzir a erros de avaliação da real resistência a corrosão por pites, problema esse que o ensaio de determinação de CPT aqui estudado pode solucionar.

Figura 58 – Borda típica encontrada para as amostras de 254 SMO após ensaio potencioestático, com ausência de corrosão por frestas.

Fonte: Autor

6 CONCLUSÕES

A determinação de CPT para ligas que possuem alta resistência à corrosão por pite ainda não está consolidada na literatura visto que para atingir as temperaturas necessárias para medição de CPT não é possível utilizar o método proposto pela ASTM G150. Os resultados obtidos mostram que esse trabalho pode auxiliar a preencher essa lacuna de conhecimento. Assim, baseado nos ensaios realizados e resultados obtidos, é possível concluir que:

(a) a metodologia proposta pode ser utilizada para a determinação de CPT de todos os aços inoxidáveis estudados, obtendo CPTs em temperaturas inferiores aos demais ensaios mencionados na literatura, facilitando então a determinação da CPT. Foi possível, inclusive, a determinação da CPT dos aços hiperdúplex e Sanicro 23, o que não é possível em ensaios potenciostáticos utilizando a norma ASTM G150, mostrando que a técnica desenvolvida é mais adequada para materiais que possuem elevada resistência a corrosão por pite.

(b) para os aços inoxidáveis os resultados obtidos entre as amostras de um mesmo material apresentam baixa variação, mostrando que o método proposto gera resultados precisos.

(c) existe uma relação entre o PRE e a CPT obtida nos ensaios para os aços inoxidáveis. Contudo como o PRE não considera fatores microestruturais como, por exemplo, a precipitação de fases intermetálicas característica do 254 SMO. Essa relação entre o PRE e a resistência a corrosão por pite não pode ser considerada, de forma que o PRE não é o parâmetro adequado para avaliar resistência à corrosão por pite de um material.

(d) o método proposto não foi capaz de determinar a CPT das ligas de níquel estudadas devido à temperatura de ebulição do fluido de aquecimento utilizado (inferior a 100°C) e à maior susceptibilidade a corrosão por frestas das ligas de níquel, quando comparadas com os aços inoxidáveis. Para que seja possível a determinação de CPT de ligas de níquel, como as aqui estudadas, é necessário alterar a metodologia proposta utilizando um fluido de aquecimento com maior ponto de ebulição, como o óleo de silicone, repensar o aparato de ensaio visando evitar a formação de frestas nas amostras, e utilizar pontes salinas nos eletrodos de referência que evitem sua ebulição.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Confirmar se a presença das fases precipitadas nas ligas 254 SMO e 625 influenciam na determinação de E_b e como essa influência ocorre.
- b) Determinar a temperatura crítica de fresta das ligas de níquel 625 e C-276 utilizando como eletrólito a solução 3M $MgCl_2$ e o potencial de $+800mV_{Ag/AgCl}$ com o objetivo de analisar a alta ocorrência de frestas que foi observada nos ensaios de polarização potencioestática realizados nesse trabalho.
- c) Realizar os ensaios de polarização potencioestática propostos nesse trabalho utilizando tinta fluorcatalítica entre a amostra e o baquelite visando evitar a presença de frestas encontrada nas ligas de níquel.
- d) Utilizar silicone como fluido de aquecimento nas polarizações potencioestáticas, visando atingir temperaturas de ensaio mais elevadas, analisando os ajustes necessários para que se mantenha a taxa de aquecimento proposta de $1^\circ C/min$, uma vez que o silicone possui menor transferência de calor que o fluido de aquecimento utilizado nesse trabalho (água).
- e) Analisar os ajustes e a calibração necessária para a utilização de ponte salina no eletrodo de $Ag/AgCl$, com o objetivo de viabilizar ensaios de polarização potencioestática em temperaturas superiores a temperatura de ebulição do eletrodo de referência.
- f) Desenvolver um aparato para ensaios de polarização potencioestática onde não haja embutimento do corpo de prova evitando, portanto, a corrosão por fresta durante os ensaios para determinação de CPT.

REFERÊNCIAS

- ALVAREZ-ARMAS, I. **Duplex stainless steels**: brief history and some recent alloys. Recent Patents on Mechanical Engineering, v. 1, p. 51–57, 2008.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **ASM handbook**: atlas of microstructure of **Industrial Alloys**. 8. ed. Estados Unidos da América: ASM Internacional, 1972.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E45**: Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel. West Conshohocken: ASTM, 2007.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G150**: Electrochemical Critical Pitting Temperature Testing of Stainless Steels. West Conshohocken: ASTM, 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G36**: Standard Practice for Evaluating Stress Corrosion Cracking Resistance of Metals and Alloys in a Boiling Magnesium Chloride Solution. West Conshohocken: ASTM, 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G48**: Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution. West Conshohocken: ASTM, 2015.
- ASM INTERNATIONAL. ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys. **Metals Handbook**. p.442, 2000
- BERNHARDSSON, S.; MELLSTRÖM, R.; BROX, B. Limiting chloride contents and temperatures with regard to pitting of stainless steels. In: NACE (Ed.); CORROSION/80. **Anais...** . p.85-85–13, 1980.
- BRIGHAM, R. J.; TOZER, E. W. Temperature as a Pitting Criterion. Corrosion, v. 29, n. 1, p. 33–36, 1973.
- CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. Tradução Sérgio Murilo Stamile Soares. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.
- CERVO R., FERRO P., TIZIANI A., ZUCCHI F. Annealing temperature effects on superduplex stainless steel UNS S32750 welded joints. II. Pitting corrosion resistance evaluation. **Journal Material Science**, v. 45, 2010. p. 4378–4389.
- CORDIS. **Avoiding catastrophic corrosion failure of stainless steels**. 2006. Disponível em: <<https://cordis.europa.eu/project/rcn/80423/factsheet/en>>. Acesso em: 17 jul. 2018.
- CORROSION MATERIALS. **Alloy C276**. Disponível em: <<https://www.corrosionmaterials.com/documents/dataSheet/alloyC276DataSheet.pdf>> Acesso em: 17 de jun. 2018.
- DILLON, C.P. **Material** selection for the chemical process industries. 2. ed. USA: Materials Technology Institute, 2004.

DOBRZAŃSKI L.A., BRYTAN Z., GRANDE M.A., ROSSO M., PALLAVICINI E.J. Properties of vacuum sintered duplex stainless steels. **Journal Material Process Technology**, 2005. p. 162–163, 286–292.

FONTANA, M.G., GREENE, N. D. **Corrosion engineering**. 1. ed. New York: McGraw-Hill Book Company, 1967.

FRAZÃO, I. e LIMA, F., B. Long-term Heat Exchanger Performance with Hyper Duplex Stainless Steel (UNS S32707) under Chloride Environment in Refineries. In: LATINCORR, 062., 2018 Buenos Aires. **Anais...** Buenos Aires: Nace, 2018.

GORANSSON, K., NYLAN, M., HOLMQUIST, M. Sandvik SAF 2707 HD (R) (UNS S32707): a hyper-duplex stainless steel for severe chloride containing environments. **Revue de Métallurgie**, v. 104, n. 9, p 411-417. 2007.

HAUGAN, E. B. et al. Effect of Tungsten on the Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Type 25Cr Super Duplex Stainless Steel. *Corrosion*, v. 73, n. 1, 2017. p. 53-67.

HAYNES, W.M., **Handbook of Chemistry and Physics**, 91. ed. Boca Raton : CRC Press, 2010.

HAYNES. **Haynes 625 alloy**: Disponível em: <<http://haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/high-temperature-alloys/brochures/625-brochure.pdf?sfvrsn=12>> Acesso em: 15 de jul. 2018.

HASTELLOY. **Hastelloy C-276 alloy**. 2017. Disponível em: <<http://haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/corrosion-resistant-alloys/brochures/c-276.pdf?sfvrsn=2>> Acesso em 15 de jul. 2018.

KANGAS, P., TERSMENDER, K. e NYSTROM, M., **Specification and delivery testing of duplex stainless steels**. 1 ed. Sandviken: AB Sandvik Steel, 1999.

KLAPPER, Helmut Sarmiento, ZADOROZNE, Natalia S., REBAK, Raul B., **Localized corrosion characteristics of nickel alloys: a review**. Acta Metallurgica Sinica, 2017

LACERDA, J. C. DE; CÂNDIDO, L. C.; GODEFROID, L. B. Corrosion behavior of UNS S31803 steel with changes in the volume fraction of ferrite and the presence of chromium nitride. **Materials Science and Engineering A**, v. 648, p. 428–435, 2015.

LE MANCHET, S. MOTTU-BELLIER, Corrosion Resistance of the Super-Austenitic Material UNS S31266 in Demanding Environments, In: EUROCORR, 2016, Montpellier. **Anais...** Montpellier: 2016, v. 9, n. 52347.

LENNON, John. **Double Fantasy**. [S.]: Capitol Records, 1980

LIPPOLD, J. C.; KISER. D.; DUPONT, N. **Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys**. 1. ed. New Jersey : John Wiley & Sons, 2011.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. **Materials Science and Engineering**, v. 65, 2009. p. 39 –104.

LOTHONGKUM et al. Effect of nitrogen on corrosion behavior of 28Cr–7Ni duplex and microduplex stainless steels in air-saturated 3.5wt% NaCl solution. **Corrosion Science**, v. 48, 2006. p. 137–153.

LUND, K., DELBLANC, A., IVERSEN, A. Comparing critical pitting temperatures of stainless steels measured electrochemically in NaCl and MgCl₂ solutions. In: EUROCORR, 2016, Montpellier. **Anais...** Montpellier: 2016.

LUND, K., DELBLANC, A., IVERSEN, A., Comparison of critical pitting temperatures of stainless steels in different salt solutions. **Corrosion**, v. 5, n. 65622, 2018.

MAGNABOSCO, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205). 2001. 181 f. Tese (Doutorado em Engenharia) - Universidade de São Paulo. 2001.

MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIROS, N. Sigma phase formation and polarization response of UNSS31803 in sulfuric acid. **Corrosion**, v. 61, n. 8, p. 807– 814, 2005a.

MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIROS, N. Pit morphology and its relation to microstructure of 850 degrees C aged duplex stainless steel. **Corrosion**, v. 61, n. February, p. 130–136, 2005b.

MARANGONI, J. **Investigação da transformação de ferrita em austenita induzida por deformação em aço inoxidável superdúplex**. 2015. 151 f. Dissertação (mestrado em engenharia) – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo. 2015.

MERELLO, R., BOTANA, F.J., BOTELLA, J., MATRES, M.V., MARCOS, M. Influence of chemical composition on the pitting corrosion resistance of non-standard low-Ni high-Mn – N duplex stainless steels. **Corrosion Science**. v. 45, 2003. p. 909–921.

MORI, G. e BAUERNFEIND, D. Pitting and crevice corrosion of superaustenitic stainless steels. **Materials and Corrosion**, v. 55, n. 3, 2004.

NACE INTERNATIONAL. **Corrosion costs and preventive strategies in the United States**, Disponível em <<http://www.nace.org/uploadedFile/Publications/ccsupp.pdf>>. Acesso em: 13.mai.2017.

NAGHIZADEH, M.; MOAYED, M. H. Investigation of the effect of solution annealing temperature on critical pitting temperature of 2205 duplex stainless steel by measuring pit solution chemistry. **Corrosion Science**, v. 94, p. 179–189, 2015.

NILSSON, J. O. Super Duplex Stainless-Steels. **Materials Science and Technology**, v. 8, n. 8, p. 685–700, 1992.

PAULRAJ, P. e GARG, R., Effect of intermetallic phases on corrosion behavior and mechanical properties of duplex stainless steel and super-duplex stainless steel. **Advances in Science and Technology Research Journal**, v. 9, n. 27, 2015. p. 87–105.

POURBAIX, M. **Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions**. Houston: National Association of Corrosion Engineers, 1974.

PROSEK, T., IVERSEN A., TAXÉN C., THIERRY, D., Low-temperature stress corrosion cracking of stainless steel in the atmosphere in the presence of chloride deposits. **Corrosion**, v.65, n.2, 2009. p. 105 – 117.

SANDVIK, **The role of duplex stainless steels in petrochemical heat exchanger applications**, Sandviken: Sandvik Steel, 1997.

SANDVIK. **Sandvik SAF 2205: Tube and pipe, seamless - datasheet**. 2018. Disponível em: < <https://www.materials.sandvik/en/materials-center/material-datasheets/tube-and-pipe-seamless/sandvik-saf-2205/> > Acesso em: 04.out. 2018

SANDVIK. **Sandvik SAF 2507: tube and pipe, seamless - datasheet**. 2018. Disponível em: < <https://www.materials.sandvik/en/materials-center/material-datasheets/tube-and-pipe-seamless/sandvik-saf-2507/> > Acesso em: 04.out. 2018.

SANDVIK. **Sandvik SAF 2707: tube and pipe, seamless - datasheet**. 2018. Disponível em: < <https://www.materials.sandvik/en/materials-center/material-datasheets/tube-and-pipe-seamless/sandvik-saf-2707-hd/> > Acesso em: 04.out. 2018.

SANDVIK. **Sandvik SANICR0 60: tube and pipe seamless – datasheet**. 2019. Disponível em: < <https://www.materials.sandvik/en/materials-center/material-datasheets/tube-and-pipe-seamless/sanicro-60/> > Acesso em: 21 fev.2019.

SANDVIK. **Sandvik 254SMO: tube and pipe, seamless - datasheet**. 2018. Disponível em: < <https://www.materials.sandvik/en/materials-center/material-datasheets/tube-and-pipe-seamless/sandvik-254-smo/> > Acesso em: 04.out. 2018.

SANTOS, D. C. DOS; ANDRADE, D. A. DE; MAGNABOSCO, R. Critical pitting temperature (CPT) determination from potentiodynamic polarization tests of a duplex stainless steel. **EUROCORR. Anais...** p.1–9, 2016.

SEDRIKS, A. J. **Corrosion of stainless steels**. New York: Wiley, 1996.

SENATORE, M., FINZETTO, L. e PEREA, E., Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI304L/316L, **R. Esc. Minas**, v. 60, p. 175-181. 2007.

SIGNORELLI, R. e ECKSTEIN, B., Resistência à corrosão de aços inoxidáveis duplex e aplicações para troca térmica em unidades de refino. **10º COTEQ**, 2009.

SILVA, C. C. et al. Aspectos metalúrgicos de revestimentos dissimilares com a superliga à base de níquel inconel 625. **Soldagem Inspeção**, v. 17, 2012. p. 251– 263.

SPECIAL METALS. **Inconel Alloy 625**. 2013. Disponível em: <<http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/inconel/inconel-alloy-625.pdf>> Acesso em 17 de jun. 2018.

SPEDO, G. R. C. **Avaliação de parâmetros de ensaio para determinação de temperatura crítica de pite em aço inoxidável dúplex por via potencioestática.** 2018. 126 f. Dissertação (mestrado em engenharia) – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo. 2018.

TERRA, B. **Estudo do Efeito da Substituição do Mo por W no desempenho de aços inoxidáveis austeníticos.** 2018. 139 f. Dissertação (mestrado em engenharia) – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo. 2018.

TOMASELLI, A.C. **Corrosão por via úmida:** seleção de aços inoxidáveis. 1 ed. São Paulo: Sandvik do Brasil, 2002.

WERNER H e ROMMERSKIRCHEN I. Determination of critical pitting temperatures by calcium chloride test, results of round-robin test., **Materials and Corrosion**, v. 58, n. 10, 2007. p. 767-773.

ZEEMANN, G. **Corrosão em aços inoxidáveis.** 1 ed. Rio de Janeiro: TECMETAL Soluções Tecnológicas em Materiais, 2016.

**APÊNDICE A - MICROGRAFIA DA SEÇÃO LONGITUDINAL DAS AMOSTRAS
PARA ANÁLISE DE INCLUSÕES**

Figura 59 - Micrografia da seção longitudinal do dúplex com 100X de aumento sem ataque químico.

Fonte: Autor

Figura 60 - Micrografia da seção longitudinal do superdúplex com 100X de aumento sem ataque químico.

Fonte: Autor

Figura 61 - Micrografia da seção longitudinal do 254 SMO com 100X de aumento sem ataque químico.

Fonte: Autor

Figura 62 - Micrografia da seção longitudinal do hiperdúplex com 100X de aumento sem ataque químico.

Fonte: Autor

Figura 63 - Micrografia da seção longitudinal do Sanicro 23 com 100X de aumento sem ataque químico.

Fonte: Autor

Figura 64 - Micrografia da seção longitudinal do 625 com 100X de aumento sem ataque químico.

Fonte: Autor

Figura 65 - Micrografia da seção longitudinal do C-276 com 100X de aumento sem ataque químico.

Fonte: Autor

ANEXO A – CERTIFICADO DOS MATERIAIS UTILIZADOS

CERTIFICATE

No. A/09-911678 Rev 00
Date 2009-10-28 Page 1/2

INSPECTION CERTIFICATE acc to
 EN 10 204 3.1

INSPECTION STAMP
 QA-TUBE

SANDVIK DO BRASIL SA IND.E.COM.
 AV.DAS NACOES UNIDAS,21732
 CEP 04795-914-
 SANTO AMARO - SAO PAULO - SP
 BRAZIL

Customer References**Sandvik References**

Order No. Subs No. ABSMT Dispatch note
 21555 36127/54
 ABSMT No. C.Code
 300-10395 12

Material description

SEAMLESS STAINLESS COLD FINISHED

Steel/material Designations

Sandvik
 SAF2707HD

Steel making process

Electric furnace

Technical requirements

ASTM A-789-01A

EXTENT OF DELIVERY

It	Product designation	Heat	Lot	Pieces	Kg	M
01	XTHESAF2707HD-19.05-2.11	501295	52255	40	231.0	244.00
	19.05 X 2.11					
				Total	40	231.0 244.00

TEST RESULTS**Chemical composition (weight%)**

Heat	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
501295	0.017	0.22	0.92	0.012	0.0005	26.72	6.33	4.74
	Co	N						
501295	0.92	0.39						

Chemical composition, product (weight%)

Lot	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
52255	0.019	0.22	0.92	0.013	0.001	26.68	6.37	4.77
	Co	N						
52255	0.96	0.38						

Quality assurance - Per Eriksson/ QA-manager Tube & Pipe
MTC Service / Certificates

AB SANDVIK MATERIALS TECHNOLOGY Reg No. 556234-6832 VAT No. SE663000-060901
 SE-81181 SANDVIKEN SWEDEN www.smt.sandvik.com mtc_service.smt@sandvik.com

CERTIFICATE

 No. A/09-911678 Rev 00
 Date 2009-10-28 Page 2/2

Tensile test at room temperature

	Yield strength	Tensile strength	Elongation
	MPa	MPa	%
Lot	Rp0.2	Rm	2"
52255	846	1025	34
	852	1031	38

Hardness test

	Min	Max
Lot	HRC	HRC
52255	33	33

Following controls/tests have been satisfactorily performed:

- Flaring test
- Material Identification.
- Leak test: Eddy current test acc to ASTM A-1016.
- Visual inspection and dimensional control.

Heat Treatment:

Solution annealed and quenched.

The number of tests are based on the size of the manufacturing lot before cutting to finished lengths.

The delivered products comply with the specifications and requirements of the order.

The material is manufactured according to a Quality system, approved and registered to ISO 9001.

The certificate is produced with EDP and valid without signature.

Sandvik P&P
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH

Abnahmeprüfzeugnis Inspection certificate

180876
acc. to DIN EN 10204-3.1

Kunde/ customer:

[REDACTED]

Approvals Sandvik P&P:

ISO 9001:2008 - OHSAS 18001:2007 - ISO 14001:2004 - DIN EN ISO 50001:2011 - ISO/EC 17025:2005 - Norsok M-650

Ihre Bestellung Your Order	Charge Heat	ID-Nr. Confirmation	Pos. Item	Lieferschein Del. Note
[REDACTED]	TLH6243Bt	180876	10	

Erzeugnis / Product	Nahtlose SANDVIK P&P Edelstahlrohre Seamless stainless SANDVIK P&P Steel Tubes

Abmessung / Size	AD/OD	ID/ID	WD/WT
	9,280 mm	5,040 mm	2,120 mm
	0,365 inch	0,198 inch	0,083 inch
Einzellänge / Single length	2 - 7 m		
Werkstoff / Material	Alloy C-276		
Anforderungen / Requirements	ASTM B662		

Toleranzen / Tolerances	AD/OD	+ + 0,11 mm	- - 0 mm
	ID/ID	+ + 0,09 mm	- - 0 mm
	WD/WT	+ + 5 %	- - 5 %
Ausführung / Finish	geglüht		

Kennzeichnung / Marking

Menge / Quantity	STK / PCS	M / FT	KG / LBS

Sandvik P&P
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH
Dammstraße 27 - 29
Tel. +49(0)5203 9109-0
Fax: +49(0)5203 9109-22

Handelsregister Nr.:
HRB 8210, Amtsgericht Düsseldorf
UST.-Id.-Nr. DE119266885
Steuer-Nr. 103/5757/0208
FA Düsseldorf-Altstadt

Bankverbindung :
Deutsche Bank AG Düsseldorf
BLZ: 300 700 10
Konto-Nr.: 349100800
IBAN: DE34300700100349100800
SWIFT-BIC: DEUTDE33XXX

Geschäftsführer: Manfred Herder, Matthias Kleinhans, Stefan Schatz

[illegible]

Sandvik P&P
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH

Abnahmeprüfzeugnis Inspection certificate

181416
acc. to DIN EN 10204-3.1

Deutsche
Akkreditierungsstelle
D-PL-11123-01-00

Kunde/ customer:

[REDACTED]
[REDACTED]
[REDACTED]

Approvals Sandvik P&P:

EN 9100 - ISO 9001 - OHSAS 18001 - ISO 14001 - DIN EN ISO 50001 - ISO/EC 17025 - Norsok M-650 - AD 2000 - PED 97/23/EC

Ihre Bestellung Your Order	Charge Heat	ID-Nr. Confirmation	Pos. Item	
01182010 01182010 01182010	541162	181416	10	
Erzeugnis / Product		Nahtlose SANDVIK P&P Edelstahlrohre Seamless stainless SANDVIK P&P Steel Tubes		
Abmessung / Size		AD/OD	ID/ID	WD/WT
		12,700 mm	10,220 mm	1,240 mm
		0,500 inch	0,402 inch	0,049 inch
Einzellänge / Single length		70 - 80 m		
Werkstoff / Material		UNS S31254		
Anforderungen / Requirements		ASTM A269 , Wärmebehandlung Anlehnung an NORSOK M630 (254 SMO)		
Toleranzen / Tolerances		AD/OD	+ 0,13 mm	- 0,13 mm
		ID/ID		
		WD/WT	+ 10 %	- 10 %
Ausführung / Finish		zunderfrei wärmebehandelt		
Kennzeichnung / Marking per Etikett				
Menge / Quantity	STK / PCS	M / FT	KG / LBS	
	76	5874.00 M 19271.65 FT	2072.80 KG	4569.69 LBS

Sandvik P&P
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH
Dammstraße 27 - 29
Tel. +49(0)5203 9109-0
Fax. +49(0)5203 9109-22

Handelsregister Nr.:
HRB 8210, Amtsgericht Düsseldorf
USt.-Id.-Nr. DE119266885
Steuer-Nr. 103/5757/0208
FA Düsseldorf-Altstadt

Bankverbindung :
Deutsche Bank AG Düsseldorf
BLZ: 300 700 10
Konto-Nr.: 349100800
IBAN: DE34300700100349100800
SWIFT-BIC: DEUTDEDDXXX

Geschäftsführer: Manfred Herder, Matthias Kleinhans, Stefan Schatz

[illegible]

Sandvik P&P
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH

Abnahmeprüfzeugnis Inspection certificate

0002002075
acc. to DIN EN 10204-3.2

Kunde/ customer:

[REDACTED]
[REDACTED]
[REDACTED]
[REDACTED]

Approvals Sandvik P&P:

EN 9100 - ISO 9001 - OHSAS 18001 - ISO 14001 - DIN EN ISO 50001 - ISO/EC 17025 - Norsok M-650 - AD 2000 - 2014/68/EU

Inne Bestellung Your Order	Charge Heat	ID-Nr. Confirmation									
[REDACTED] [REDACTED] [REDACTED]	548102	MO 0002002075 CO 0010000894 (184207) 1081W904217									
Erzeugnis / Product		Nahtlose SANDVIK P&P Edelstahlrohre Seamless stainless SANDVIK P&P Steel Tubes									
Abmessung / Size		<table border="1"> <thead> <tr> <th>AD/OD</th> <th>ID/ID</th> <th>WD/WT</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>44,500 mm</td> <td>39,500 mm</td> <td>2,500 mm</td> </tr> <tr> <td>1,752 inch</td> <td>1,555 inch</td> <td>0,098 inch</td> </tr> </tbody> </table>	AD/OD	ID/ID	WD/WT	44,500 mm	39,500 mm	2,500 mm	1,752 inch	1,555 inch	0,098 inch
AD/OD	ID/ID	WD/WT									
44,500 mm	39,500 mm	2,500 mm									
1,752 inch	1,555 inch	0,098 inch									
Toleranzen / Tolerances		<table border="1"> <thead> <tr> <th>AD/OD</th> <th>ID/ID</th> <th>WD/WT</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>- 0,200 mm</td> <td>+ 0,200 mm</td> <td></td> </tr> <tr> <td>- 10,00 %</td> <td>+ 10,00 %</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	AD/OD	ID/ID	WD/WT	- 0,200 mm	+ 0,200 mm		- 10,00 %	+ 10,00 %	
AD/OD	ID/ID	WD/WT									
- 0,200 mm	+ 0,200 mm										
- 10,00 %	+ 10,00 %										
Einzellänge / Single length	Fixed: 4600,00 +3/-0 mm										
Werkstoff / Material	1.4462/ SAF2205/ UNS S31803										
Anforderungen / Requirements	DIN 28180 09/07, AD 2000-W2 02/08, AD 2000-W10 11/07, VdTV-WSt.-Bl. 418 06/16, DIN EN 10216-5 03/14 TC2										
Ausführung / Finish	Tab. 1/CFP										
Kennzeichnung / Marking											
SANDVIK P&P - 44,5 x 2,5 - EN 10216-5 - 1.4462 - TC 2 - CFP - CH 548102 - QS1 - KOMM.-NR. 0002002075											
Menge / Quantity	STK / PCS	M / FT	KG / LBS								
Sandvik P&P	31	142,60 M	476,85	370,00 KG	815,71						
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH	Handelsregister Nr.:	Bankverbindung:									
Dammstraße 27 - 29	HRB 8210, Amtsgericht Düsseldorf	Deutsche Bank AG Düsseldorf									
Tel. +49(0)5203 9109-0	UST.-Id.-Nr. DE119266885	BLZ: 300 700 10									
Fax +49(0)5203 9109-22	Steuer-Nr. 103/5757/0208	Konto-Nr.: 349100800									
	FA Düsseldorf-Alstadt	IBAN: DE34300700100349100800									
		SWIFT-BIC: DEUTDE33XXX									
Geschäftsführer: Manfred Herder, Christofer Hedvall, Matthias Kleinhaus, Stefan Schatz											

Prüfergebnisse Test results						Zeugnis-Nr. Certificate No.						0002002075	
Chemische Zusammensetzung / Chemical composition													
Heat No.		549102											
Schmelze / Melt	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Cu	Mo	Nb	Ni	Ti	
Heat	0,013	0,47	0,78	0,022	<0,0005	0,17	22,28		3,14		5,23		
Product													
Schmelze / Melt	W	Co	V	Al	O								
Heat													
Product													

Produktinformation / Product information		Zeugnis-Nr. / Certificate No.	0002002075
I.K. Prüfung	intergranular corrosion test DIN EN ISO 3651-2A	o.B. / satisfactory	
Ultraschallprüfung	ultrasonic test DIN EN ISO 10893-10:2011 (U2/C)	o.B. / satisfactory	
Maß- und Sichtprüfung	Dimension and visual inspection	Without complaint	
Erschmelzungsart	Melting process	The steel is AOD refined	
Produktion	Production	Tubes are made in Germany	
Ursprung	Source of raw material	Sweden	
Wirbelstromprüfung	eddy current test EN ISO 10893-1	o.B. / satisfactory	
Rauhtiefe ID	roughness ID Ra max. 0,8 µm	Ra 0,08 - 0,17 µm	
Aufweit	flaring test DIN EN 10216-5 Tab. 17 / 60° - 17%	o.B. / satisfactory	
Materialverwechslungsprüfung	Alloy Verification	o.B. / satisfactory	
Wärmebehandlung unter Schutzgas wurde durchgeführt. / Heat treatment was made under controlled atmosphere.			

0.2% - Dehngrenze / Yield Strength N/mm ² / KSI		1% - Dehngrenze / Yield Strength N/mm ² / KSI		Zugfestigkeit / Tensile Strength N/mm ² / KSI		Dehnung / Elongation %	Temperatur / Temperature °C	Härte / Hardness
min. 450				640 - 920		min. 22		
710	102,97			862	125,02	25,0	RT	
673	97,61			854	123,86	30,4	RT	
min. 285						Warmzugversuch		
435	63,09	514	74,54677	717	103,99	24,3	280 °C	

Die gelieferten Produkte entsprechen den Anforderungen der Bestellung.
The delivered products comply with the requirements of the order.

Werther, den 2017-06-29

Sandvik P&P ZN der Sandvik
Materials Technology Deutschland GmbH
Dammstr. 27-29
D-33824 Werther

QS3

Kaan Yörük

Abnahmebeauftragte
Quality assurance inspector

[Signature]
ULRICH E. TRISPEL

29.06.2017

0002002075

Seite 3 von 3

Sandvik P&P
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH

Abnahmeprüfzeugnis Inspection certificate

0002001845
acc. to DIN EN 10204-3.1

Kunde/ customer:

[REDACTED]

Approvals Sandvik P&P:

EN 9100 - ISO 9001 - OHSAS 18001 - ISO 14001 - DIN EN ISO 50001 - ISO/EC 17025 - Norsok M-650 - AD 2000 - 2014/68/EU

Ihre Bestell information Your Order information	Charge Heat	MO - No.	CO - No.
[REDACTED]	ULT2437	0002001845	0010001717

Erzeugnis / Product	Nahtlose SANDVIK P&P Edelstahlrohre Seamless stainless SANDVIK P&P Steel Tubes

Abmessung / Size	AD/OD	ID/ID	WD/WT
	9,530 mm	5,310 mm	2,110 mm
	0,375 inch	0,209 inch	0,083 inch
Toleranzen / Tolerances	AD/OD	- 0,000 mm	+ 0,100 mm
	ID/ID	- 0,100 mm	+ 0,000 mm
	WD/WT	- 10,00 %	+ 10,00 %

Einzellänge / Single length	Fixed: 6000,00 +250/-0 mm
Werkstoff / Material	2.4856/Alloy625/UNS N06625
Anforderungen / Requirements	FMC Spec. M40410 Rev. I, QSPEC 00651, QSPEC 00240, QSPEC 00167, QSPEC 03402, SPEC-00022 Rev. 0 11/16
Ausführung / Finish	annealed grade 1

Kennzeichnung / Marking	Sandvik SG SMLS CF UNS N06625 Grade 1 FMC M40410 ASTM B444 .375" OD x .083" AW Lot No. 0002001845 Heat No. ULT2437 Made in Germany

Menge / Quantity	STK / PCS	M / FT	KG / LBS
	24	147,60 M	484,25
Sandvik P&P	Handelsregister Nr.:	Bankverbindung:	
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH	HRB 8210, Amtsgericht Düsseldorf	Deutsche Bank AG Düsseldorf	
Dammstraße 27 - 29	UST.-Id.-Nr. DE119266885	BLZ: 300 700 10	
Tel. +49(0)5203 9109-0	Steuer-Nr. 103/5757/0208	Konto-Nr.: 349100800	
Fax. +49(0)5203 9109-22	FA Düsseldorf-Altstadt	IBAN: DE34300700100349100800	
		SWIFT-BIC: DEUTDEDDXXX	
	Geschäftsführer: Manfred Herder, Christofer Hedvall, Matthias Kleinhaus, Stefan Schatz		

Sandvik High Precision Tube
ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH

V 1.2 - 20180216

Abnahmeprüfzeugnis Inspection certificate

0002003506

acc. to DIN EN 10204-3.1

Kunde/ customer:

SANDVIK MATERIALS TECHNOLOGY US

Approvals Sandvik High Precision Tube:

EN 9100 - ISO 9001 - OHSAS 18001 - ISO 14001 - DIN EN ISO 50001 - ISO/EC 17025 - AD 2000 - 2014/68/EU
Norsok M-650 (25 Cr Duplex SS - 6Mo Tubes - Austenitic stainless steel, Type 6Mo)

Ihre Bestell information Your Order information	Charge Heat	MO - No.	CO - No.
09.04.2017 1888-1/Parker Anthony Ursi	547961	0002003506	0010001665

Erzeugnis / Product	Nahtlose SANDVIK HPT Edelstahlrohre Seamless stainless SANDVIK HPT Steel Tubes

Abmessung / Size	AD/OD	ID/ID	WD/WT
	9,270 mm 0,365 inch	5,030 mm 0,198 inch	2,120 mm 0,083 inch
Toleranzen / Tolerances	AD/OD ID/ID WD/WT	+ 0,120 mm + 0,120 mm + 5,00 %	+ 0,005 inch + 0,005 inch - 5,00 %
Einzellänge / Single length	6096,0 mm	+ 3,0 mm	- 0,0 mm
Werkstoff / Material	1.4410/SAF2507		
Anforderungen / Requirements	AES-625 Rev. 11 excl. TPI, ASTM A789-14, SPEC-00022 Rev. 0 11/16, MS15-504, NORSOK M-630 Edition 6, NORSOK M-650 Edition 4, NORSOK MDS D58 Rev. 4		
Ausführung / Finish	heat-treated		

Kennzeichnung / Marking
SEAMER AUTOCLAVE ENGINEERS SMLS OF AES-625-11 HEAT NO. 547961 Q1000 x 20110 SEAMLESS TUBES 0002003506 SAF 1507 MS15-504 SAF 2507 000PSI/RT-EC MADE IN GERMANY

Menge / Quantity	STK / PCS	M / FT	KG / LBS
	74	451,104	1480,00
			171,00
			376,99

Sandvik High Precision Tube ZN der Sandvik Materials Technology Deutschland GmbH Dammstraße 27 - 29 33824 Werther, Germany Tel. +49(0)5203 9109-0 Fax +49(0)5203 9109-22	Handelsregister Nr.: HRB 8210, Amtsgericht Düsseldorf USt.-Id.-Nr. DE119266885 Steuer-Nr. 103/5757/0208 FA Düsseldorf-Altstadt Geschäftsführer: Manfred Herder, Christofer Hedvall, Stefan Schatz	Bankverbindung : Deutsche Bank AG Düsseldorf BLZ: 300 700 10 Konto-Nr.: 349100800 IBAN: DE34300700100349100800 SWIFT-BIC: DEUTDE33XXX

Zeugnis-Nr. Certificate No.														0002003505					
Chemische Zusammensetzung / Chemical composition																			
Heat No.		547961																	
Schmelze / Melt		C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Cu	Mo	Nb	Ni	Ti	Plan-Wert					
Heat		0.010	0.31	0.35	0.019	0.0007	0.30	25.41	0.15	3.85		6.47	0.003	42,80 %					
Product		0.011	0.31	0.35	0.019	<0.001	0.30	25.40	0.15	3.82		6.47	0.003						
Schmelze / Melt		W	Co	V	Al	O	Fe	B	Ca	Mg	Pb	Ce	As	Sb	Sn				
Heat			0.052										0.004	<0.003	<0.005				
Product			0.054										<0.003	<0.003	<0.005				
		A:			B:			C:			D:								
Reinheitsgrad Inclusion content		th h			th h			th h			th h								
Prüfungen / Test																Anforderungen / Requirements		Interpretation	
1	Dehngrenze Rp 0,2	yield strength Rp 0,2				600 - 799 MPa				o.B. / satisfactory									
2	Dehngrenze Rp 1,0	yield strength Rp 1,0				-				o.B. / satisfactory									
3	Zugfestigkeit Rm	tensile strength Rm				848 - 999 MPa				o.B. / satisfactory									
4	Härte	hardness				HRC 22 - 32				o.B. / satisfactory									
5	Innenfehler	ID crack imperfection				max. 0,002" (max. 0,05 mm)				o.B. / satisfactory									
6	Ringfalt	flattening test				ASTM A450, L=0.08				o.B. / satisfactory									
7	Aufweit	flaring test				ASTM A789, ID min. 10% / 60° cone				o.B. / satisfactory									
8	I.K. Prüfung	intergranular corrosion test				ASTM G 48 Method A				o.B. / satisfactory									
9	Gefüge	structure				no carburization and intergranular carbide precipitation				o.B. / satisfactory									
10	Intermetallische Phasen	intermetallic phases				ASTM A923 method A, examination at 500X				o.B. / satisfactory									
11	Druckprüfung	hydrostatic test				min. 15 minutes/ min. 2069bar / min. 30008 psi				o.B. / satisfactory									
12	Rauhtiefe ID	roughness ID				RMS max. 100 µin, Rq max. 2,54 µm (aim for Rq max. 1,6 µm)				o.B. / satisfactory									
13	Wirbelstromprüfung	eddy current test				ASTM E426				o.B. / satisfactory									
14	Werkstoffverwechslungsprüfung	PMI test				XRF gun, report attached				o.B. / satisfactory									
15	Zeugnis Art	inspection certificate				3.1				o.B. / satisfactory									
16	Dehnung	elongation				A2" min. 25				o.B. / satisfactory									
17	Ferritgehalt	ferrite content				35 - 55 % V=500X, ASTM E562				o.B. / satisfactory									
18	Maß- und Sichtprüfung	Dimension and visual inspection				Without complaint				o.B. / satisfactory									
19	Erschmelzungsart	Melting process				The steel is AOD refined				o.B. / satisfactory									
20	Produktion	Production				Tubes are made in Germany				o.B. / satisfactory									
21	Ursprung	Source of raw material				Sweden				o.B. / satisfactory									
22	Materialverwechslungsprüfung	Alloy verification				100 % PMI				o.B. / satisfactory									
23	Schweißreparaturen	Weld repairs				have not been performed				o.B. / satisfactory									
24	Quecksilber	Mercury				has not come in contact with mercury or/and low melting point elements				o.B. / satisfactory									
25	Wärmebehandlung	Heat treatment				controlled atmosphere				o.B. / satisfactory									
26																			
27																			
28																			
29																			
30																			
31																			
32																			

0,2% - Dehngrenze Yield Strength MPa / KSI		1% - Dehngrenze Yield Strength MPa / KSI		Zugfestigkeit Tensile Strength MPa / KSI		Dehnung Elongation %		Dehnung bei Höchstkraft/ Elongation at max. force		Härte / Hardness	
600 - 799 MPa		-		848 - 999 MPa		A2"% min. 25		Ag %		HRC 22 - 32	
1	676	98,0421		882	127,919	38,4		18,82		1	25
2	651	94,4162		886	128,499	39,8		18,57		2	24
3										3	26
4										4	
5										5	
6										6	
7										7	
8										8	
9										9	
10										10	
11										11	
12										12	
13										13	
14										14	
15										15	
16										16	
17										17	
18										18	
19										Rautiefen / Roughness	
20										Außen AD	
21										Innen ID	
22										Outside OD	
23										Inside ID	
24										min	max
25										Ra	0.08
26										Rq	0.10
27										Rz	0.66
28										Rt	0.87
29										Rmax	0.72
30										RMS µin	3.94
31										CLA µin	3.15
32										Korngrößen / Grain size	
33										Oberflächenunregelmäßigkeiten / surface imperfections	
34										ID	< 29 µm
										OD	

Die gelieferten Produkte entsprechen den Anforderungen der Bestellung.
The delivered products comply with the requirements of the order.

Werther, den 2018-03-02

Jonas Gührs

Der Abnahmebeauftragte
Quality assurance inspector

Dieses Zeugnis wurde mit Hilfe der EDV erstellt und ist ohne Unterschrift gültig.
This certificate is produced electronically and is valid without signature.

Zeugnis-Nr. 0002003506
Certificate No.

SANICRO 23 - HEAT ANALYSIS

- Grade: Sanicro22WMoCu
- Dimension 25.4x2.11
- Heat: 549550
- Lot: 32771
- Steel making process: Electric furnace

TEST RESULTS

Chemical composition (weight%)

Heat	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
549550	0.014	0.10	2.94	0.021	<0.0005	24.00	22.85	5.38
	W	Cu	N					
549550	1.85	1.39	0.434					

SANICRO 23 - MECHANICAL PROPERTIES

Tensile test at room temperature acc. To ASME SA-370

YIELD STRENGTH (MPa)		TENSILE STRENGTH (MPa)	ELONGATION	
<u>Rp</u> 0.2	<u>Rp</u> 1.0	Rm	A%	2"%
503	526	885	56	60

Hardness test acc. to ASME SA-1016

HRB	
95	97

Grain size acc. To ASME E-112

Transversal.
6.0

Grain size

Longitudinal
5.5

SANICRO 23 - CORROSION

Corrosion test in delivery condition
Acc. to ASTM G-28, for 120 hours

Specimen weight loss mm/y
0.27

Selective corrosion, mm

Parallel to the rolling dir. mm
0.01

Perpendicular
0.01

Following controls/tests have been satisfactory performed:

- Flattening test acc. to ASME SA-1016
- Flaring test acc. to ASME SA-1016/EN ISO 8493
- 100% PMI-test.
- Intergranular corrosion test acc. to ASTM A-262 PR.E
- Leak test: Eddy current test acc. to ASME SA-1016.
- Ultrasonic testing acc. to ASME SA-1016
- 5% depth. longitudinal and transversal.
- Visual inspection and dimensional control

SANICRO 23 - ADDITIONAL CORROSION RESULTS

Critical pitting test acc. to ASTM G150 (3M MgCl₂)

Temperature
84.5 °C

Critical pitting test acc. to ASTM G48E (24 hours)

Temperature
95°C