

# Evolução das tensões residuais no aço inoxidável supermartensítico S13Cr exposto em meios corrosivos

Túlio Salek Quintas<sup>1</sup>, Ivan Napoleão Bastos<sup>2</sup>, Maria Cindra Fonseca<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal Fluminense, Departamento de Engenharia Mecânica, Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PGMEC), Escola de Engenharia, Niterói, RJ, Brasil. E-mails: tulio\_salek@id.uff.br, mariacindra@id.uff.br

<sup>2</sup> Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Instituto Politécnico, Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia dos Materiais, Pós-graduação em Modelagem Computacional, Nova Friburgo, RJ, Brasil. E-mail: inbastos@iprj.uerj.br

## Resumo

Estudou-se o comportamento das tensões residuais geradas por retificação, polimento e *shot peening* em aço inoxidável supermartensítico, submetido a carregamento estático com exposição a dois meios corrosivos. As tensões residuais foram medidas antes dos ensaios de carregamento estático e após cada período de carregamento, utilizando a técnica de difração de raios-X, com o método do  $\sin^2\psi$ . Os resultados mostram que todos os tratamentos (retificação, polimento e *shot peening*) geraram tensões residuais compressivas, sendo a maior tensão para o *shot peening*, seguido da retificação e, por fim, do polimento. Com os acabamentos de retificação e polimento, as superfícies das amostras dos corpos de prova retificados e polidos em meios salinos neutros e acidificados em presença de  $H_2S$  apresentaram uma pequena redução nas tensões residuais, permanecendo ainda em compressão. Embora não tenham sido observadas trincas de corrosão sob tensão, o alívio de tensão foi mais acentuado para a solução ácida do que para a neutra. Isso pode indicar que a presença de tensão compressiva residual pode aumentar a resistência à corrosão deste aço inoxidável.

**Palavras-chave:** tensões residuais; usinagem; aço inoxidável supermartensítico; corrosão.

## Abstract

The behavior of residual stresses generated by grinding, polishing, and shot peening in supermartensitic stainless steel was studied, subjected to static loading with exposure to two corrosive environments. Residual stresses were measured before the static loading tests and after each loading period, using the X-ray diffraction technique with the  $\sin^2\psi$  method. Results show that all treatments (grinding, polishing, and shot peening) generated compressive residual stresses, with the highest stress for shot peening, followed by grinding, and finally polishing. With the grinding and polishing finishes, the surfaces of the samples of ground and polished test specimens in neutral saline and acidified environments with  $H_2S$  showed a slight reduction in residual stresses, remaining in compression. Although no stress corrosion cracks were observed, the stress relief was more pronounced for the acidic solution than for the neutral one. This may indicate that the presence of compressive residual stress can enhance the corrosion resistance of this stainless steel.

**Keywords:** residual stresses; machining; supermartensitic stainless steel; corrosion.

## 1. Introdução

Os processos de degradação das peças metálicas quase sempre começam nas faces mais externas, onde os esforços tendem a ser mais elevados, e ocorre o contato com outras peças e com o meio circulante que geralmente são corrosivos. Entretanto, existem tratamentos termomecânicos que elevam a resistência destas camadas aumentando a vida em serviço.

As tensões residuais são tensões autoequilibradas presentes nos componentes em condições de ausência de carregamento externo e gradientes de temperatura [1,2] e podem provocar efeitos danosos ou benéficos, dependendo de sua natureza, orientação e magnitude [3]. Tensões residuais tratativas podem acelerar a nucleação e a propagação de trincas levando o componente à falha inesperada. Já as tensões residuais compressivas podem retardar ou inibir a nucleação e propagação de trincas, aumentando a vida em serviço

de um componente [4]. As tensões residuais permanecem nos componentes após sua fabricação e se distribuem de modo a se equilibrarem por todo o volume do material, desde a escala atômica até a escala macroscópica [5].

Nos processos de usinagem as peças experimentam elevadas deformações e variações térmicas, cujos efeitos combinados dão origem às tensões residuais [6]. Nesse sentido, processos de acabamento por retificação e polimento desempenham um papel importante na integridade de um componente mecânico, visto que as tensões residuais que estarão presentes no componente ao final de sua fabricação resultam desses processos.

A corrosão sob tensão pode se intensificar por um estado de integridade superficial comprometido, devido à presença de tensões residuais trativas e um acabamento superficial ruim (elevada rugosidade) [7].

Em um estudo realizado por Turnbull *et al.* [8] foi investigado o efeito do fresamento e da retificação na corrosão sob tensão de um aço inoxidável austenítico. Os autores concluíram que apesar da retificação produzir um melhor acabamento superficial (menores valores de  $R_a$ ), esse processo resultou em uma menor resistência à corrosão sob tensão. Não foi detectado corrosão por pites de forma mais significativa nas amostras acabadas por retificação, o que foi associado às tensões residuais trativas de altas magnitudes geradas por esse processo.

A influência da usinagem na corrosão sob tensão também foi investigada por Rajaguru e Arunachalam [7]. Os autores analisaram a influência do torneamento na corrosão sob tensão de aço inoxidável superduplex exposto a um meio contendo íons cloreto, utilizando uma solução de cloreto de magnésio ( $MgCl_2$ ).

Em um estudo realizado por Zhiming *et al.* [9] os autores analisaram a influência do tratamento de *shot peening* na corrosão sob tensão em aço inoxidável austenítico exposto a um meio constituído por solução salina (3,5% m/v NaCl). Os autores observaram dois efeitos opostos do *shot peening* sobre a susceptibilidade à corrosão sob tensão. Quando a pressão de jateamento foi inferior a 0,4 MPa o refinamento dos grãos apresentou uma influência mais relevante e a susceptibilidade à corrosão sob tensão diminuiu em relação ao aumento da pressão de jateamento. Em oposição a esse efeito, quando a pressão de jateamento foi superior a 0,4 MPa a transformação de fase martensítica foi mais expressiva e a susceptibilidade à corrosão sob tensão aumentou em relação ao aumento da pressão de jateamento.

Neste trabalho buscou-se compreender o efeito das tensões residuais provocadas por dois processos de acabamento por usinagem e por *shot peening* nas

tensões residuais antes e após a exposição a meios corrosivos neutros e ácidos para carregamento mecânico correspondente a 90% do limite de escoamento por até 720 horas.

## 2. Materiais e Métodos

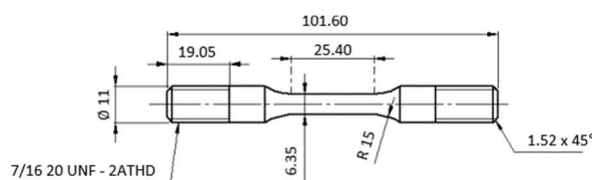
O aço inoxidável supermartensítico, conhecido como S13Cr, ou Super13Cr, fornecido nas condições de temperado e revenido foi usado neste estudo. A composição química do aço está apresentada na Tabela 1. As propriedades mecânicas do aço na condição como recebida são: limite de escoamento de 841 MPa, limite de resistência de 887 MPa e dureza Rockwell (C) de 25,4.

**Tabela 1** – Composição química do aço S13Cr (% massa).

C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr
0,003	0,44	0,018	0,001	0,24	5,82	12,3
Mo	Al	Cu	V	Nb	Ti	N
2,11	0,005	0,1	0,027	0,01	0,073	0,016

Fonte: elaboração própria.

Os corpos de prova de tração não entalhados, segundo a norma ASTM A370 com diâmetro de 6,35 mm foram fabricados no Laboratório do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Vallourec Soluções Tubulares do Brasil a partir de amostras tiradas de tubos sem costura, na direção de laminação dos tubos. A Figura 1 mostra os corpos de prova de tração usados neste estudo.



**Figura 1.** Corpo de prova usado nos ensaios, produzidos conforme norma ASTM A370. Fonte: elaboração própria.

Dois processos de acabamento por usinagem e um processo de tratamento mecânico de beneficiamento a frio foram empregados para conferir tensão residual compressiva na superfície das amostras: retificação, polimento e *shot peening*.

A retificação foi realizada utilizando uma retificadora cilíndrica CNC Toyoda-03/2014 60M, com rebolo de óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e fluido de corte semissintético aplicado em jorro. A Tabela 2 apresenta os parâmetros da retificação.

O polimento (*belt-finishing*) foi realizado utilizando uma polidora longitudinal automática da Materials Testing Center, modelo GR04, com fitas de polimento

de óxido de alumínio com granulometria de 600 mesh. A Tabela 3 apresenta os parâmetros do polimento.

**Tabela 2.** Parâmetros usados na retificação.

Parâmetro	Valor
Velocidade da peça	8 m/min
Velocidade do rebolo	3845 rpm
Profundidade de corte	200 $\mu\text{m}$
Tamanho grão abrasivo	180
Dureza do rebolo	Média (K)

Fonte: elaboração própria.

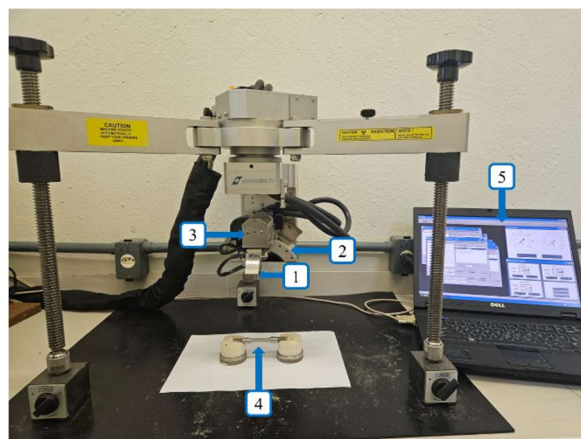
**Tabela 3.** Parâmetros usados no polimento (*belt-finishing*).

Parâmetro	Valor
Granulometria da lixa	600 #
Avanço longitudinal da lixa	40 mm/s
Rotação por passe	2 °
Quantidade de revoluções da amostra	2
Carga de aplicação	0,8 kgf

Fonte: elaboração própria.

O tratamento de *shot peening* foi realizado no Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec) do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF) utilizando uma jateadora Nortof, modelo SC-750. O jateamento foi realizado com microesferas de vidro do tipo PJC com diâmetro de 150-250  $\mu\text{m}$ , utilizando pressão de 80 psi.

A tensometria por difração de raios-X foi realizada utilizando-se o analisador de tensões Xstress-3000 (Stresstech) com o método do  $\sin^2\psi$ , usando radiação  $\text{CrK}\alpha$  ( $\lambda = 2,29092\text{\AA}$ ). O *software* XTronic V1-0 Standard foi usado para o cálculo das tensões e estimação do erro experimental associado à medida. Na Figura 2 está apresentado o equipamento analisador das tensões residuais. Os parâmetros de operação do analisador estão descritos na Tabela 4. As camadas mais internas, até 100  $\mu\text{m}$ , são acessadas por eletropolimento, medindo-se as profundidades com um relógio comparador e empregando-se a tensometria por raios-X.



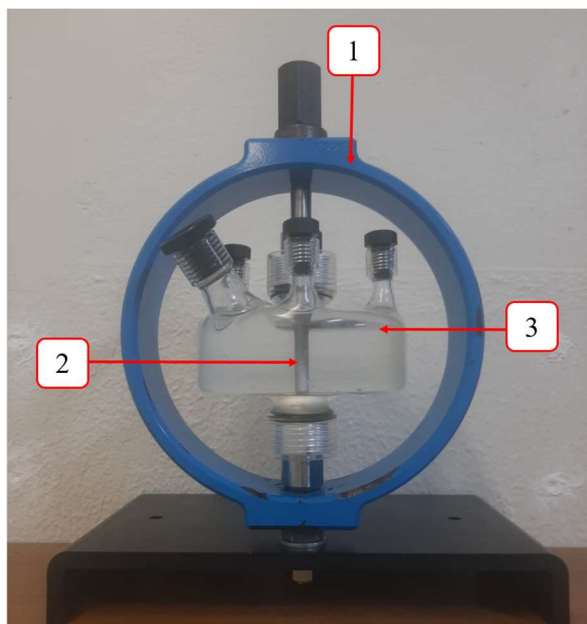
**Figura 2.** Analisador de tensão: 1) colimador, 2) goniômetro, 3) tubo de raios-X, 4) amostra analisada, 5) software. Fonte: elaboração própria.

As amostras de aço foram carregadas uniaxialmente com 90% do limite de escoamento (tensão inicial aplicada de 757 MPa) e imersos nos meios corrosivos por até 30 dias usando anéis de tração (*proofring*), com exposição de até 720 horas [10]. Na Figura 3 é mostrado um anel de tração com o corpo de prova imerso na solução aquosa contendo 3,5% NaCl à temperatura ambiente.

**Tabela 4.** Parâmetros usados nas medições de tensão por raios-X.

Parâmetro	Valor Padrão
Diâmetro do colimador	2 mm
Ângulo de incidência $2\theta$	156,41 °
Plano de difração	(211)
Radiação	$\text{CrK}\alpha$
Comprimento de onda	2,291 $\text{\AA}$
Corrente do tubo de raios-x	6,7 mA
Tensão do tubo de raios-x	30 kV
Ângulos de inclinação	0/ 20,7/30/37,7/45 °

Fonte: elaboração própria.



**Figura 3.** Anel de tração para o carregamento mecânico e exposição ao meio corrosivo. Ensaio de carregamento estático: 1) anel de tração; 2) corpo de prova; 3) vaso contendo meio corrosivo. Fonte: elaboração própria.

Uma das soluções foi o meio aquoso contendo 3,5% em massa de NaCl aquoso. Esta solução é neutra e simula a água do mar, sendo naturalmente aerada. A outra solução saturada com ácido sulfídrico ( $H_2S$ ) é descrita pelo método A prescrita na norma NACE TM0177-2005 [11]. Ela é uma solução ácida, e tem a seguinte composição mássica: 50,0 g NaCl, 5,0 g  $CH_3COOH$  (ácido acético glacial) e dissolvido em 945 g de água destilada ou deionizada. Antes do teste é borbulhado gás inerte para eliminar o oxigênio dissolvido. Após este desaeramento, borbulha-se o gás  $H_2S$  na forma de uma solução gasosa contendo  $H_2S$ ,  $CO_2$  e gás inerte com um fluxo de pelo menos 100 mL/minuto e por pelo menos 20 minutos/L de solução. Após o teste as amostras foram observadas com lupa (aumento de 10 x) e então novamente medidas as tensões residuais na ausência do carregamento mecânico externo.

Sempre que possível, foram analisados os contrastes dos efeitos nas réplicas usando a análise estatística de Tukey com alfa escolhido de 0,05 para se identificar se as mudanças são estatisticamente significativas. Como é de praxe, dá-se à condição cuja média é mais elevada a letra a, e sempre que os demais resultados sejam significativos as demais letras do alfabeto. Portanto, letras iguais indicam resultados indistinguíveis entre si.

### 3. Resultados e Discussão

Os tratamentos superficiais geraram tensões compressivas nas superfícies das amostras com valores aproximados de -420 MPa para

*shot peening*, -300 MPa para retificação e -180 MPa para o polimento, conforme pode ser observado nas Figuras 4 e 5 para o tempo inicial. Para a seção circular mais externa das amostras, com o carregamento estático, a tensão torna-se trativa, e correspondente à diferença entre aplicada e a residual. As tensões trativas resultantes têm valores aproximados de 337 MPa (757-420 MPa) para as amostras tratadas por *shot peening*; 457 MPa (757-300 MPa) para retificação e 577 MPa (757- 180 MPa) para o polimento. Para as camadas abaixo de algumas centenas de micrometros prevalece a tensão trativa uniaxial aplicada de 757 MPa se considerarmos que o módulo de elasticidade do aço não se alterou e que todo carregamento ocorreu na região elástica.

O *shot peening* produz tensões residuais compressivas de maior valor e atinge o dobro da espessura atingida pelos demais tratamentos, como pode ser visto na Figura 6. O polimento e a retificação produzem camadas de apenas 20  $\mu m$  e de menos intensidade. Como em qualquer corpo em equilíbrio, as tensões residuais estão autoequilibradas, e a seção mais interna do corpo de prova forçosamente compensa estes esforços residuais. Porém, como a seção total tem, relativamente, grande diâmetro, em relação à camada superficial (6,35 mm) as tensões internas têm baixa amplitude.

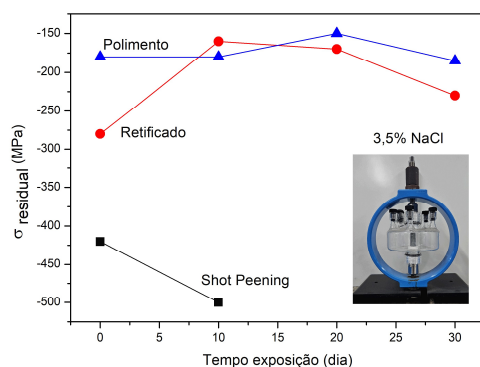
A evolução das tensões residuais após o descarregamento da tensão trativa dos anéis é influenciado pela corrosão que ocorreu na superfície metálica. Se se considera a ocorrência de apenas dissolução uniforme, pode ocorrer que parte da camada residual compressiva ainda exista, como se nota para o tempo de 20 dias em meio de NaCl para a amostra retificada. Considerando esta hipótese válida, ter-se-ia uma dissolução da ordem de 5  $\mu m$  ao se conjugar com a tensão residual medida e o perfil da Figura 6. Porém, a exposição de aço inoxidável a meios cloretados quase sempre induz à corrosão localizada, especialmente de pites e corrosão sob tensão. Nestes casos, o relaxamento da tensão é bem mais complexo e dependente da posição da medida de tensão que é pequena. Deste modo, não é surpreendente que se encontre para tempos maiores, *e.g.*, entre 20 e 30 dias, tensões compressivas maiores que para tempos menores, como 10 dias. Adicionalmente, a tensão residual máxima medida é de no máximo 2/3 do limite de escoamento (*shot peening* para tempo inicial), pode-se supor que o perfil aproximadamente linear da Figura 6 não detecte, para camadas extremamente finas, a existência de tensões ainda mais elevadas que as medidas e que poderiam ser próximas do limite de escoamento. Nestes casos, o reequilíbrio das tensões causado pela morfologia da corrosão durante a exposição poderia causar o perfil de tensão residual versus tempo de exposição encontrado na Figura 6. Admite-se que o carregamento mecânico



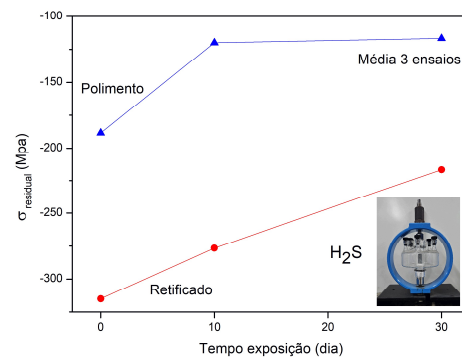
correspondente a 90% do limite de escoamento não altere permanentemente o perfil de tensão, mas influa tão somente no modo e intensidade da corrosão, mas esta, por sua vez, influa significativamente no perfil de tensão residual após a exposição ao meio corrosivo.

Na Figura 5, temos o perfil de tensão residual para a solução do método A da NACE. O pH desta solução é da ordem de 2,8 e a ausência de oxigênio dissolvido reduz bastante a corrosão uniforme que se esperaria para um pH bem ácido. A condição retificada apresenta uma redução linear da tensão máxima com o tempo de exposição. Empregando a mesma análise feita anteriormente, é possível estimar uma perda de espessura da ordem de uns 4  $\mu\text{m}$ , caso apenas ocorra dissolução uniforme. Porém, trincas de corrosão sob tensão, de trincamento induzido pelo hidrogênio ou outras formas de trincamento em que o hidrogênio participe podem estar presentes, embora não detectadas por olho nu ou por baixo aumento, o suficiente para alterar o estado de tensão residual. Foram detectados, por inspeção visual, pites tanto nos copos de prova retificados como nos polidos, entretanto, não foi realizada uma análise aprofundada para avaliar a caracterização desses pites e sua influência no alívio das tensões, sendo essa análise deixada para um trabalho futuro.

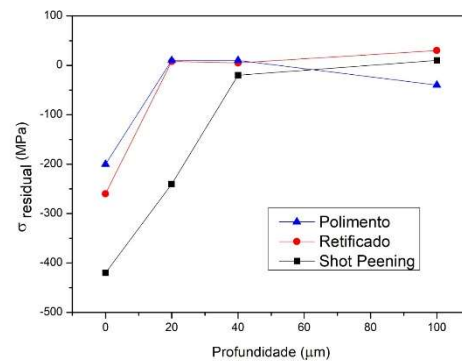
A rugosidade superficial das condições retificadas e polidas não tem diferença estatística significativa para o grau de confiança usado (95%). Já para o *shot peening*, a rugosidade é muito maior e estatisticamente diferente das outras duas. A rugosidade afeta a corrosão pois pode tornar mais ativo os picos da superfícies ou permitir formar pequenas células oclusas no fundo dos vales afetando o processo corrosivo.



**Figura 4.** Tensão residual longitudinal antes e após a exposição em meio aquoso contendo 3,5% NaCl. Média de três ensaios. Fonte: elaboração própria.

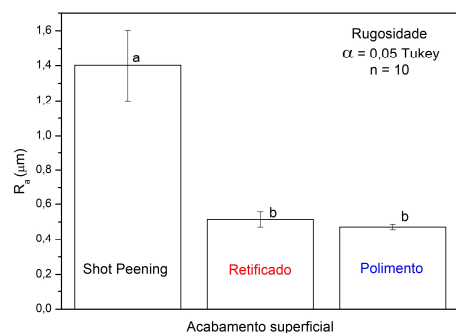


**Figura 5.** Tensão residual longitudinal antes e após a exposição em meio aquoso contendo  $\text{H}_2\text{S}$ . Média de três ensaios. Fonte: elaboração própria.

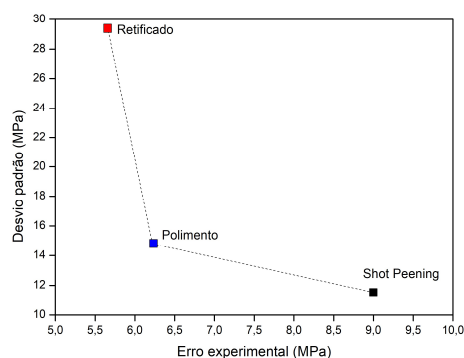


**Figura 6.** Perfis em profundidade das tensões residuais do aço após tratamentos de *shot peening*, retificação e polimento. Fonte: elaboração própria.

Na Figura 8 correlacionou-se a estimativa de erro da tensão residual estimada automaticamente pelo analisador de tensometria com o desvio-padrão das réplicas das tensões residuais medidas. Ambas as grandezas são expressas em MPa. Supreendentemente, para as medidas que o sistema analisador considera mais preciso, foi encontrado um desvio-padrão em cada amostra maior. Estas medidas foram realizadas para amostras não expostas ao meio corrosivo, mas apenas usinadas e com os tratamentos de acabamentos. Apesar de os valores de tensão serem bem maiores para o *shot peening* que para a retificação ou polimento, os erros são absolutos (em MPa) e não relativos. Embora seja esperado que um maior erro de medida causasse um maior desvio-padrão, isto não foi observado, mas por extrapolar o âmbito deste trabalho, o estudo mais aprofundado desta correlação será deixado para um novo estudo.



**Figura 7.** Rugosidade superficial do aço após tratamentos de *shot peening*, retificação e polimento. 10 medidas foram testadas. Fonte: elaboração própria.



**Figura 8.** Correlação entre erro experimental estimado pela técnica de raios-X e o desvio padrão das medidas. Fonte: elaboração própria.

#### 4. Conclusões

Todos os processos de acabamento geraram tensões residuais superficiais compressivas, sendo as tensões oriundas do *shot peening* expressivamente mais elevadas e mais estáveis nas camadas subsuperficiais até a profundidade de 40 µm.

As tensões residuais superficiais geradas por retificação foram aproximadamente 34% mais elevadas que as tensões geradas por polimento. Entretanto, em camadas subsuperficiais as tensões residuais se tornaram quase nulas e apresentaram praticamente o mesmo comportamento em ambos os processos.

O polimento por *belt-finishing* foi o processo que gerou menores valores de rugosidade aritmética, quando comparado à retificação e ao *shot peening*.

Para exposição de até 20 dias sob carregamento monotônico com 90% do limite de escoamento, em meio aquoso contendo apenas cloreto de sódio, as tensões residuais geradas por retificação apresentaram maior variação, quando comparadas às tensões geradas por polimento.

#### 5. Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Ao Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Vallourec Soluções Tubulares do Brasil pela cessão do aço e pela realização dos ensaios com H<sub>2</sub>S. Ao CNPq e à Faperj pelos apoios financeiros aos pesquisadores envolvidos nos diversos auxílios concedidos. Ao Marcelo Lemos pela ajuda na confecção das figuras.

#### 6. Referências

- [1] J. Valíček, A. Czán, M. Harničárová, M. Šajgalík, M. Kušnerová, T. Czánová, I. Kopal, M. Gombár, J. Kmec, M. Šafář. “A new way of identifying, predicting and regulating residual stress after chip-forming machining”, *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 155, pp. 343-359, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019.03.007>
- [2] G.S. Schajer, M.B. Prime, P.J. Whithers. “Why Is It So Challenging to Measure Residual Stresses?” *Exp Mech*, vol. 62, pp. 1521-1530, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11340-022-00879-x>
- [3] N. Masmiahi, A.D. Sarhan, M.A.N. Hassan, M. Hamdi. “Optimization of cutting conditions for minimum residual stress, cutting force and surface roughness in end milling of S50C medium carbon steel”. *Measurement* vol. 86, pp. 253-265, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2016.02.049>
- [4] J.J. Martell, C.R. Liu, J. Shi. “Experimental investigation on variation of machined residual stresses by turning and grinding of hardened AISI 1053 steel”. *Int J Adv Manuf Tech.* vol. 74, pp. 1381–1392, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s00170-014-6089-8>
- [5] T. Jovani, H. Chanal, B. Blaysat, M. Grédiac. “Direct Residual Stress Identification during Machining”. *J. Manuf. Process*, vol. 82, pp. 678-688, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.08.015>
- [6] Y. Ma, P. Feng, J. Zhang, Z. Wu, D. Yu. “Prediction of surface residual stress after end milling based on cutting force and temperature”. *J Mater*

*Process Technol. Vol.* 235, pp. 41-48, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.04.002>

[7] J. Rajaguru, N. Arunachalam. “Effect of machined surface integrity on the stress corrosion cracking behaviour of super duplex stainless steel”. *Eng Fail Anal*, vol. 125, pp. 105411, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105411>

[8] A. Turnbull, K. Mingard, J.D. Lord, B. Roebuck, D.R. Tice, K.J. Mottershead, N.D. Fairweather, A.K. Bradbury. “Sensitivity of stress corrosion cracking of stainless steel to surface machining and grinding procedure”. *Corros. Sci.*, vol. 53, Issue 10, pp. 3398-3415, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2011.06.020>

[9] L. Zhiming, S. Laimin, Z. Shenjin, T. Zhidong, J. Yazhou. “Effect of high energy shot peening pressure on the stress corrosion cracking of the weld joint of 304 austenitic stainless steel”. *J. Mater. Sci. Eng., A*, vol. 637, pp. 170-174, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.03.088>

[10] D.P. Silva, I. N. Bastos, M. Cindra Fonseca. “Influence of surface quality on residual stress of API 5L X80 steel submitted to static load and its prediction by artificial neural networks”. *Int. J. Adv. Manuf. Technol*, vol. 108, pp. 3753–3764, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05621-2>

[11] Standard Test Method Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H<sub>2</sub>S Environments, NACE Standard TM0177-2005