

## **ESTUDO DA CORROSÃO POR FRESTA NO AÇO INOXIDÁVEL AISI 409 TRATADO POR SHTPN**

KÁSSIA CRISTINA KÄFER ESCHER<sup>1\*</sup>, JAIR PEDRALLI FILHO<sup>2</sup>; PAULO CEZAR BORGES<sup>3</sup>;  
CARLOS MARCUS GOMES DA SILVA CRUZ<sup>4</sup>;

<sup>1</sup>Mestranda em Materiais e Bolsista CNPq, UTFPR, Curitiba-PR, kassiaescher@hotmail.com.br

<sup>2</sup>Graduado em Engenharia Mecânica, UTFPR, Curitiba-PR, jair\_pedralli@hotmail.com

<sup>3</sup>Dr. Pesquisador, UTFPR, Curitiba-PR, pborges@utfpr.edu.br

<sup>4</sup>Dr. Pesquisador, UTFPR, Curitiba-PR, cruz@utfpr.edu.br

Apresentado no

Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC'2016  
29 de agosto a 1 de setembro de 2016 – Foz do Iguaçu, Brasil

**RESUMO:** A corrosão em frestas é uma das formas de ataque mais incidente e menos reconhecida. Devido a isto, é importante a pesquisa no ramo de melhoramento de materiais quanto a resistência a corrosão. Neste estudo analisa-se o aço inoxidável AISI 409 tratado por SHTPN com uma metodologia de célula eletroquímica com controle de frestas inovadora. Os resultados obtidos se mostram promissores.

**PALAVRAS-CHAVE:** Corrosão em frestas, SHTPN, Metodologia, Aço inoxidável

### **STUDY OF CREVICE CORROSION ON AISI 409 STAINLESS STEEL TREATED BY SHTPN**

**ABSTRACT:** The crevice corrosion is one of the most incident and less recognized forms of attack. Due to this, research to improve the branch materials for corrosion resistance is important. In this study, stainless steel AISI 409 treated by SHTPN with a methodology of electrochemical cell with innovative crevice control will be discussed. The results show promise.

**KEYWORDS:** Crevice corrosion, SHTPN, Methodology, Stainless Steel

### **INTRODUÇÃO**

A tarefa de escolher materiais para determinado projeto é, por vezes, bastante árdua devido compatibilidades que devem ser observadas. O material mais adequado será aquele que apresentar as propriedades desejadas com o menor custo possível e maior durabilidade. A durabilidade, principalmente aquela relacionada à resistência a corrosão depende tanto da natureza do meio como das condições de exposição, por isso é difícil ter presciência (Panossian,1993).

Nessa óptica, torna-se evidente a necessidade de renovados estudos que possibilitem ampliar a vida útil dos diversos materiais, especialmente aqueles metálicos sujeitos a corrosão. Assim, destaca-se a técnica de nitretação por plasma seguida por tratamento térmico de solubilização (Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding - SHTPN), desenvolvida pelo Grupo de Materiais, Tribologia e Superfícies (GrMaTS) da UTFPR-CT.

Em trabalhos anteriores (Borges et al, 2011) (Maftoum et al,2012) verificaram que o SHTPN promove o aumento da dureza superficial e dependendo da microestrutura inicial pode estabilizar a austenita ou permitir a formação da martensita na superfície, acompanhado de elevação na resistência a corrosão. Em função dessas observações, objetiva-se nesse trabalho estudar o efeito do SHTPN no aço inoxidável AISI 409, bem como avaliar a célula eletroquímica proposta para o estudo de corrosão de fresta controlada.

### **MATERIAIS E MÉTODOS**

O sistema de estudo foi composto por uma célula eletroquímica com controle de fresta, confeccionada em acrílico, tendo um eletrodo de Ag/AgCl (sat) como referência de potencial e eletrodos de trabalho constituídos por peças aço inoxidável AISI 409, cuja composição aparece na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do aço AISI 409 determinada experimentalmente através de espectrometria de absorção atômica e aquela certificada pelo fornecedor

	Elementos (%wt)									
	C	Cr	Co	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	Ti
Medida	0,00	10,8	0,041	0,023	0,2	0,053	0,32	0,033	0,000	0,215
Certificado	0,006	10,9	0,017	0,022	0,21	0,038	0,21	0,029	0,001	0,172

As amostras foram cortadas em dimensões milimétricas de 30,0 x 30,0 x 5,0. Essas peças foram então retificadas afim de eliminar os defeitos geométricos e de laminação do material. Na sequência, foram submetidos a limpeza primária para desengraxe, seguido de imersão em álcool etílico durante 20 minutos em banho de ultrassom.

Posteriormente eles foram divididos em dois grupos. O primeiro deles é o estado de fornecimento (F). Ao segundo grupo foi aplicado o tratamento de nitretação e solubilização (NS).

O processo SHTPN utilizado para obter as amostras NS se compõe de três etapas, sendo duas delas efetuadas em sequência imediata. Inicialmente houve uma limpeza das amostras e, logo em seguida, a nitretação, sendo estas duas etapas realizadas no reator de plasma. Os parâmetros utilizados na nitretação a plasma foram: Temperatura de  $510 \pm 10$  °C, tensão de 600 V, pressão de  $3,0 \pm 0,2$  Torr, tempo de 2 horas e atmosfera gasosa composta por  $80\%N_2 + 20\%H_2$ .

Após a nitretação, as amostras foram submetidas a terceira etapa, ou seja, o tratamento térmico de solubilização, o qual tem por finalidade dissolver os nitretos e obter a solução sólida. Para isso utilizou-se um forno da marca EDG EQUIPAMENTOS, acoplado a um manômetro analógico de pressão negativa, bomba de vácuo e alimentação com argônio. A solubilização foi feita a uma temperatura de 1100°C, mantida por 1 hora e resfriada em óleo.

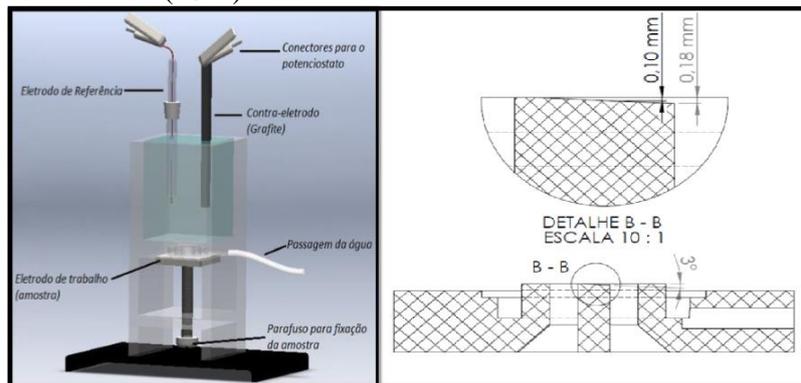
As amostras foram retificadas. A microdureza das amostras foi realizada em um microdurômetro Shimadzu, modelo HMV – 2. A carga utilizada foi de 0,1N durante um tempo de aplicação de 10 segundos.

O processo de metalografia iniciou-se com o corte transversal das amostras seguido de embutimento em baquelite e lixamento em granas 220, 320, 400, 600 e 1200. O ataque químico foi feito com o reagente Vilela com duração entre 3 e 5 segundos.

Com o objetivo de observar o aspecto morfológico da fresta, e caracterizar as alterações ocorridas no aço desde o início (condição F) até o final do processo de SHTPN, todas as amostras foram observadas em um microscópio eletrônico de varredura. O equipamento utilizado foi o EVO MA15 da marca Zeiss. As micrografias foram realizadas no microscópio óptico Olympus BX51. As amostras que apresentaram frestas foram submetidas ao perfilômetro 3D sem contato, CCI lite, da marca Taylor Hobson, a fim de se determinar o tamanho aproximado da fresta. Este equipamento mapeia uma área pré-selecionada e em seguida gera uma imagem 3D.

A Figura 1a mostra a montagem da célula eletroquímica usada por Berton (2014), a qual é bastante semelhante a utilizada no presente estudo. A Figura 1b mostra em detalhe a adaptação efetuada na peça principal (onde o eletrodo de trabalho fica em contato com o acrílico), a inserção de um perfil (viga bi-apoiada) no furo passante desta célula. Este perfil entrará em contato com a amostra formando uma fresta. Para facilitar a estagnação da solução e produtos de corrosão, foi proposto um ângulo de 3° nesta viga bi-apoiada. Este ângulo foi escolhido de forma empírica, para ter se um tamanho de fresta desejável (0,025 mm a 0,1 mm). A região entre a amostra e o eletrodo de referência é definida por meio de dois semicírculos presentes na célula, sendo a área de trabalho de aproximadamente 0,544 cm<sup>2</sup>. Para a vedação, foi utilizado um anel de borracha (*o'ring*) com 1,78 mm de espessura. A célula também apresenta um canal para a passagem de água, que tem por finalidade evitar a corrosão em fresta junto ao anel de vedação. O fluxo de água que passa pelo canal é de aproximadamente 2 mL/h, de acordo com a norma ASTM G-150.

Figura 1. Visão geral da célula eletroquímica utilizada (a) e detalhamento da adaptação para obtenção da fresta. Adaptado de Berton (2014).



Fonte: Adaptado de Berton (2014).

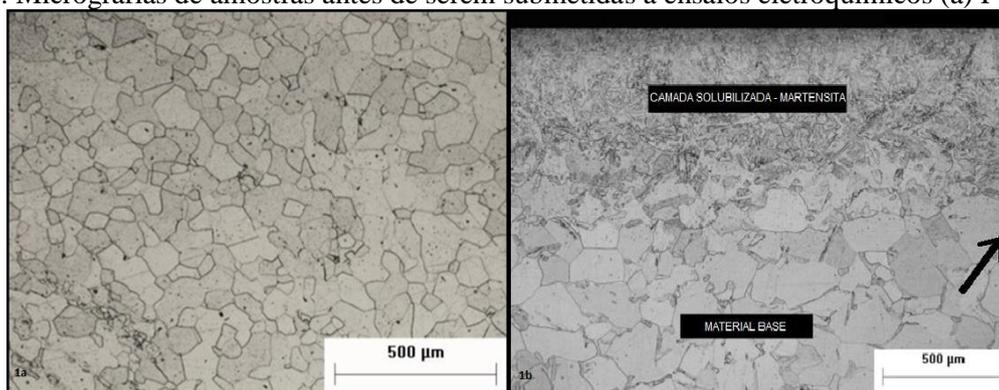
As avaliações da susceptibilidade à corrosão localizada basearam-se em curvas de polarização potenciodinâmica cíclica. Para a realização do ensaio utilizou-se um potenciostato multicanais da marca Ivium Technologies, modelo Ivium–n–Stat, controlado por um computador alimentado por um *software* de análise eletroquímica (Analysis M352), a partir do qual foram levantadas as curvas de potencial versus densidade de corrente. Os ensaios eletroquímicos foram realizados em temperaturas próximas a 25 °C em solução eletrolítica de cloreto de sódio 0,5 mol/L. As medidas foram programadas para iniciarem após 1 hora de estabilização no potencial de circuito aberto (OCP).

A curva de polarização cíclica foi obtida através da varredura de potenciais no sentido anódico com velocidade de 0,166 mV/s de acordo com a norma ASTM G 60, partindo de um potencial de 0,2 V abaixo do potencial de corrosão até 1,5 V, onde este foi revertido até o potencial inicial ou quando a corrente atinge 1677,00  $\mu$ A.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

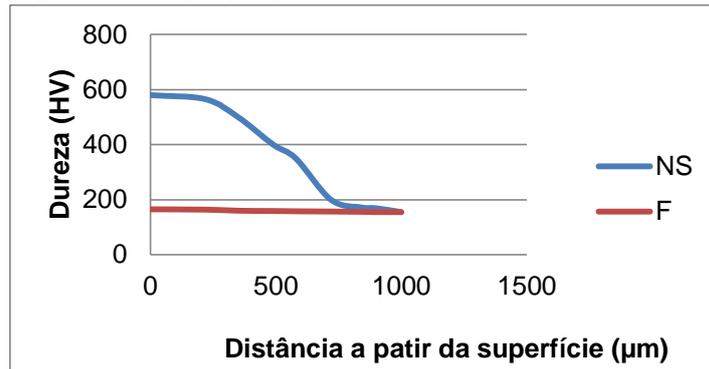
A Figura 2a apresenta a micrografia da amostra F. O material apresenta uma microestrutura ferrítica e sua dureza encontra-se em concordância com a literatura recente (Berton 2014), sendo de 160 HV com  $\pm 6$  HV de erro. A Figura 2 b apresenta a micrografia realizada por MEV na amostra NS. A seta destaca o crescimento de martensita nos contornos de grão.

Figura 2. Micrografias de amostras antes de serem submetidas a ensaios eletroquímicos (a) F e (b) NS.



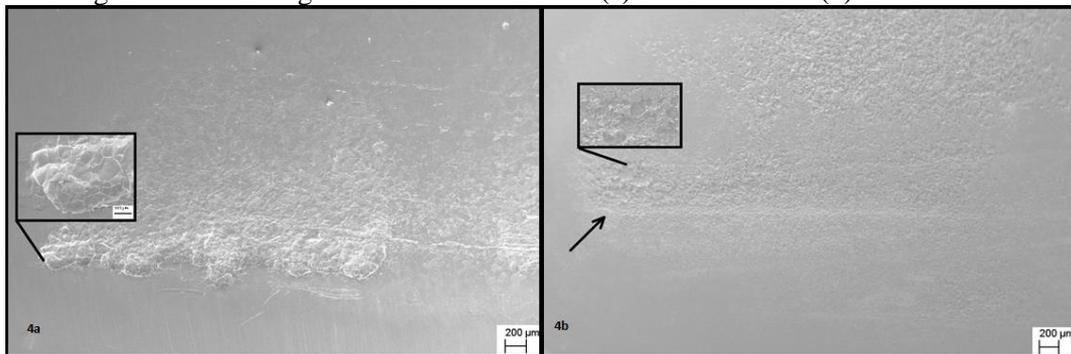
A Figura 3 apresenta o perfil de dureza Vickers das amostras EF e NS. Observamos que a amostra NS alcançou uma dureza superior a amostra F. Este aumento da dureza provocado pela adição de nitrogênio também foi obtido em diferentes estudos realizados por Borges et al (2011).

Figura 3. Perfis de dureza das amostras F e NS.



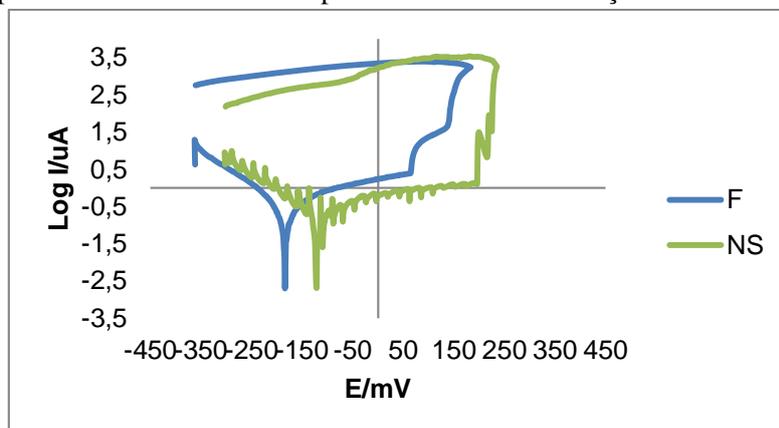
A Figura 4a apresenta a morfologia da fresta formada na amostra F, tendo a sua maior criticidade na região onde entra em contato com a parte reta do perfil da célula eletroquímica e diminuindo a sua criticidade à medida que o ângulo aumenta. O detalhe representa uma parte da região mais crítica. A Figura 4b mostra a morfologia da amostra NS, onde percebe-se que a fresta foi muito menos intensa do que na condição F, fato está em perfeita concordância com as análises das curvas potenciodinâmicas, como será visto mais adiante. Isto se deve ao nitrogênio presente na camada de compostos difundido que se mantém em solução sólida, eliminando os nitretos de cromo e estabilizando a fase gama na temperatura de solubilização, possibilitando a formação da martensita com alto teor de nitrogênio. Isto faz com que a resistência à corrosão do aço após o processo de SHTPN apresente resistência à corrosão maior que aquela no estado de fornecimento. Este resultado está de acordo com a literatura apresentada por Borges *et al* (2011).

Figura 4. Imagens das morfologias das frestas formadas (a) na amostra F e (b) na amostra NS.



A Figura 5 apresenta os resultados das curvas potenciodinâmicas cíclicas realizadas nas amostras F e NS.

Figura 5. Curvas potenciodinâmicas cíclicas para eletrodos nas condições F e NS.

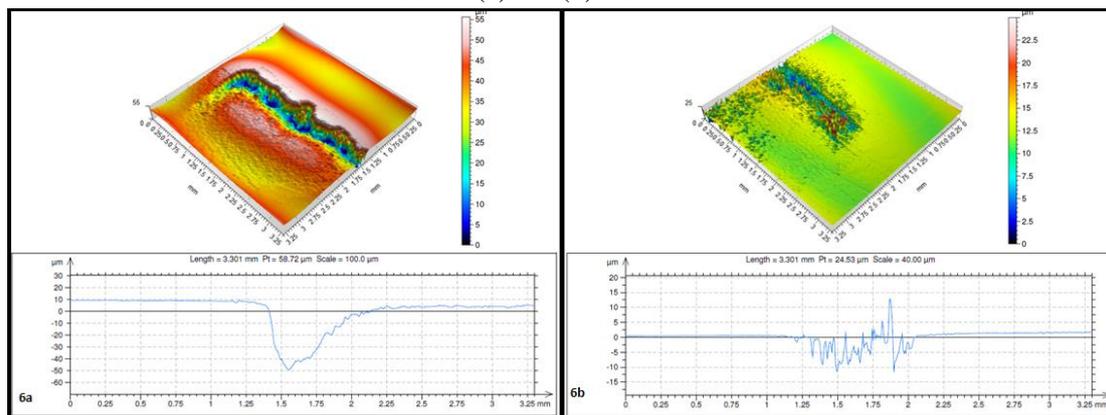


A partir da análise da Figura 5, percebe-se que a amostra NS obteve a melhor resistência à corrosão que a amostra F. Observa-se que o potencial de corrosão e o potencial de quebra são diferentes em ambas as amostras, sendo que as curvas condizem com as morfologias das amostras representadas nas Figuras 4a e 4b.

A Figura 6a corresponde ao perfil 3D da fresta na amostra F, a qual se mostrou muito intensa, enquanto as Figuras 6b representa a fresta da amostra NS.

Nota-se que o tamanho estimado da fresta da amostra F é aproximadamente 55  $\mu\text{m}$ . Para a obtenção do gráfico foi realizado um corte transversal à fresta no software do perfilômetro 3D, onde este representa a profundidade pontual. A fresta da amostra NS teve uma profundidade de 10  $\mu\text{m}$ . Comprovando os resultados anteriores discutidos, o tratamento de SHTPN acentua a resistência a corrosão.

Figura 6. Perfil 3D das frestas nas amostras (a) F e (b) NS.



## CONCLUSÃO

No presente trabalho investigou-se o efeito na microestrutura, dureza e resistência à corrosão em frestas da martensita de nitrogênio obtida na superfície do aço inoxidável AISI 409 por meio do tratamento de SHTPN. Dentro do que foi exposto é possível concluir:

- O tratamento SHTPN proporciona aumento na resistência mecânica e na dureza, contribuindo sensivelmente para a resistência a corrosão, o que é demonstrado nas curvas potenciodinâmicas.
- O SHTPN estabilizou a fase austenita durante a solubilização, favorecendo a formação de martensita após o resfriamento rápido em óleo.
- As imagens obtidas por MEV mostraram que houve o controle da fresta, comprovando que a região mais crítica da fresta é a de menor espessura, onde se forma a célula oclusa.
- As imagens das condições F e NS quando comparadas demonstram que os tratamentos térmicos realizados ajudam a retardar a corrosão e a diminuir sua intensidade.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo apoio financeiro. À UTFPR pela bolsa que possibilitou a conclusão da pesquisa da Monografia dos autores 1 e 2.

## REFERÊNCIAS

- Berton, E. M. Efeito das temperaturas de têmpera e revenido na resistência à corrosão da camada martensítica de alto nitrogênio produzida por SHTPN sobre o aço AISI 409. Dissertação (Mestrado). Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2014.
- Borges, P. C.; Rocha, L. A. Solution heat treatment of plasma nitrided 15-5PH stainless steel – Part I. Improvement of the corrosion resistance. Kovove Mater. 2011.
- Panossian, Z. Corrosão e proteção contra corrosão em equipamentos e estruturas metálicas. 1 ed. São Paulo: IPT, 1993.
- Maftoum, R. A.; Borges, P. C.; Buschinelli, A. J. A. Influência do nitrogênio adicionado por SHTPN na resistência à erosão por cavitação do aço inoxidável martensítico. VII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica. São Luiz – Maranhão, 2012.