

COMPORTAMENTO DE CORROSÃO DE FILTROS DE AÇO INOXIDÁVEL 316L EM MEIO ÁCIDO

Luzinete Pereira Barbosa, Isolda Costa e Francisco Ambrózio Filho
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP
Caixa Postal 11049, CEP 05422-970, São Paulo - S.P
luzinete@net.ipen.br

RESUMO

A propriedade de resistência à corrosão de filtros de aço inoxidável produzidos por metalurgia do pó é dependente das condições de fabricação, tais como granulometria do pó, pressão de compactação, atmosfera de sinterização. Neste trabalho, o comportamento de corrosão de filtros produzidos com duas granulometrias de pó e pressões de compactação correspondentes a 100, 200, 300 e 400 MPa, foi investigado em solução 0,5 M H₂SO₄. Os piores desempenhos de corrosão foram associados com baixas pressões de compactação. O comportamento de corrosão foi relacionado com as características de porosidade dos filtros

Palavras-chaves: corrosão, filtros, aços inoxidáveis, metalurgia do pó

ABSTRACT

The corrosion resistance of filters produced by powder metallurgy is dependent on their fabrication parameters, such as powder particles size, compaction pressure and sintering atmosphere. In this study, the corrosion behaviour of filters produced from two powder particle sizes and with compaction pressures corresponding to 100, 200, 300 and 400 MPa, was investigated in a solution of 0.5 M H₂SO₄. Inferior corrosion resistance was associated to the filters compacted at lower pressures. The corrosion behaviour was related to the porosity characteristics of the filters studied.

Keywords: corrosion, filters, stainless steels, powder metallurgy

INTRODUÇÃO

O uso de peças de aço inoxidável obtidas por metalurgia do pó, tem crescido enormemente nos últimos anos, devido principalmente ao custo de fabricação. A produção automática de componentes com geometria complexa, próximas da forma final, e com boas propriedades mecânicas, é possível, ao mesmo tempo em que algumas etapas do processo são eliminadas. A principal restrição para o uso destes materiais, quando comparados com similares obtidos por metalurgia convencional, consiste na resistência à corrosão inferior dos materiais sinterizados^[1].

A baixa resistência à corrosão dos sinterizados tem sido associada à porosidade presente nestes materiais^[2]. A literatura^[3-5] indica que a porosidade aberta ou interconectada é prejudicial quanto a resistência à corrosão, pois estes poros atuam como frestas, gerando corrosão localizada.

A presença de precipitados, tais como carbeto de cromo, nitrato de cromo, óxidos de cromo e silício, e a perda de cromo no caso de sinterização a vácuo, deve causar uma redução adicional na resistência à corrosão dos aços inoxidáveis sinterizados^[6].

Não existe uma concordância geral na literatura quanto ao efeito da densidade no comportamento de corrosão dos materiais sinterizados. Enquanto alguns autores^[7] observaram que a resistência à corrosão aumentava com a densidade, outros^[8] notaram um efeito oposto. Segundo Mathiesen e Maahn^[8] o aumento na

densidade, pelo uso de diferentes pressões de compactação, causava uma redução significativa na resistência à corrosão, para vários tipos de teste. Este comportamento foi explicado pela geometria mais complexa do poro, associada às maiores densidades produzidas pelas altas pressões^[8]. Os resultados da literatura indicam portanto a necessidade de estudos adicionais, no sentido de se esclarecer qual a influência da pressão de compactação no desempenho de corrosão de materiais sinterizados.

Neste trabalho, o efeito da pressão de compactação no comportamento de corrosão de filtros de aço inoxidável AISI 316L, produzidos por metalurgia do pó, foi investigado em meio de H₂SO₄ (0,5M).

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Preparação dos filtros

Pós de aço inoxidável AISI 316L atomizado a água, e com duas granulometrias, (210-105) µm e (74-44) µm, foram utilizados na fabricação dos filtros. O processamento do pó foi feito com adição de 3% em peso de polietileno glicol como aglomerante. A compactação foi então realizada em matriz cilíndrica de 40 mm de diâmetro, com pressões de compactação entre 100 e 400 MPa.

A sinterização foi efetuada em atmosfera redutora de hidrogênio (75% H₂ 25% N₂), à temperatura de 1200 °C. A espessura dos filtros produzidos foi de aproximadamente 2 mm.

A porosidade total foi determinada através de

medidas de densidade geométrica e a porosidade interconectada por medidas de densidade hidrostática. A porosidade dos filtros foi também avaliada através de medidas de metalografia quantitativa, antes e após os ensaios de perda de massa.

Ensaio de perda de massa

Para o ensaio de perda de massa, mediu-se a área das amostras, e em seguida estas foram desengraxadas em acetona, com auxílio de um ultrassom. As amostras foram então secas em estufa a 200 °C por duas horas, sendo em seguida pesadas em balança analítica. Subseqüentemente, as amostras foram imersas na solução de ensaio, que consistiu de H₂SO₄ (0,5 M). Após períodos pré-determinados, as amostras foram removidas da solução, enxaguadas com água destilada, secas em estufa por 2 horas a 200 °C, e pesadas em balança analítica, sendo novamente re-imersas na solução teste. O período total de imersão foi de 180 horas.

Após o término do ensaio, as soluções foram analisadas por absorção atômica. A superfície das amostras foi examinada por microscopia ótica, antes e após o ensaio de perda de massa.

Ensaio eletroquímico

Amostras dos filtros foram cortadas com áreas de aproximadamente 1 cm², conectadas eletricamente a um fio de cobre, e embutidas em resina a frio. A superfície das amostras foi polida mecanicamente com papel de carbo de sílcio até grana 1000, sendo em seguida enxaguadas e secas.

Após preparação da superfície, as amostras foram imersas na solução de ensaio, a mesma utilizada no ensaio de perda de massa, sendo esta todavia desaerada por 30 minutos antes do início do ensaio, à temperatura ambiente.

As amostras foram polarizadas na faixa de -1000 a 1500 mV vs ECS (eletrodo de calomelano saturado), com uma taxa de varredura correspondente a 2 mV/s.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela I mostra os dados de porosidade dos filtros sinterizados, onde ϵ_0 é a porosidade total, ϵ_i é a porosidade interconectada, e P_{ma} e P_{md} são a fração média de área de poros dos filtros, antes e depois do ensaio de perda de massa, respectivamente. Os valores de P_{ma} e P_{md} foram obtidos por microscopia ótica utilizando-se um analisador de imagens.

Observa-se na tabela I, que a porosidade dos filtros compactados a 300 e 400 MPa, foi bem inferior em relação às dos filtros compactados nas duas outras pressões de compactação.

Nota-se também que menores porosidades interconectadas foram associadas aos filtros produzidos com pó de menor granulometria. Após o ensaio de imersão, observou-se um aumento na fração de área correspondente a porosidade, foi verificada para todos os filtros.

Os maiores aumentos de porosidade média, foram geralmente associados com as menores pressões de compactação (100 e 200 MPa), sugerindo uma menor resistência à corrosão destes filtros. A fração de área de poros destes filtros, praticamente dobrou após o término

do ensaio de imersão.

Para maiores pressões de compactação (300 e 400 MPa) este aumento foi menos significativo, ou seja, da ordem de 4 a 9% da área superficial total. A exceção ocorreu no caso do filtro produzido com pó de menor granulometria e maior pressão de compactação (400 MPa). Verificou-se neste caso específico, um grande aumento na área de poros, da ordem de 5 vezes, causado pela corrosão do filtro. Este filtro por sua vez apresentava os menores valores de porosidade interconectada antes da imersão, e portanto uma maior resistência à corrosão seria esperada.

Pode-se notar também que os maiores aumentos de porosidade devido ao ataque corrosivo, ocorreram sempre para os filtros produzidos com pó de menor granulometria, para todas as pressões de compactação utilizadas. Isto ocorreu, apesar da menor fração de porosidade aberta presente nestes filtros. Este comportamento, poderia ser devido aos menores tamanhos médios de poros associados aos filtros produzidos com pó de menor granulometria. É importante observar que a maior variação de porosidade foi associada ao filtro com menor tamanho médio de poros. Poros de baixo diâmetro poderiam atuar como frestas, dificultando o acesso do meio ao seu interior, causando a formação de células de concentração e um ataque intensificado dos poros, como foi verificado.

Tabela I - Dados de porosidade dos filtros

Granulometria	P _{comp} (MPa)	ϵ_0	ϵ_i	P _{ma}	P _{md}
(210-105) μm	100	0,38	0,33	0,29	0,59
	200	0,30	0,26	0,28	0,53
	300	0,27	0,23	0,24	0,28
	400	0,23	0,24	0,18	0,26
(74-44) μm	100	0,39	0,29	0,28	0,61
	200	0,38	0,21	0,23	0,65
	300	0,27	0,21	0,18	0,29
	400	0,23	0,18	0,09	0,43

Os resultados de aumento de porosidade após imersão, foram apoiados pelo ensaio de perda de massa e pela análise da solução após término do ensaio, como indicam as figuras 1 a 4.

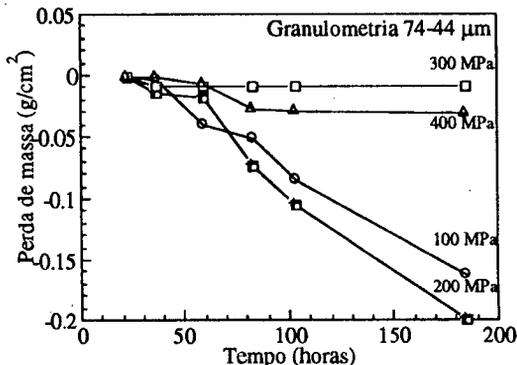


Figura 1 - Ensaio de perda de massa dos filtros produzidos com pó (74-44) μm e várias pressões de compactação.

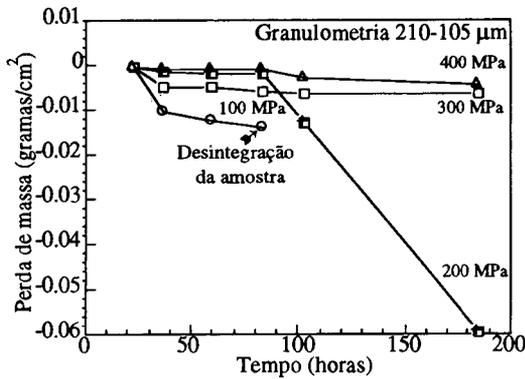


Figura 2 - Ensaio de perda de massa dos filtros produzidos com pó (210-105) μm e várias pressões de compactação.

Nota-se que as maiores perdas de massa e os maiores teores de elementos dissolvidos na solução foram associados às menores pressões de compactação (100 e 200 MPa). Observa-se também uma redução significativa na dissolução (corrosão) dos filtros compactados a 300 MPa, em relação às duas pressões anteriores. O aumento na pressão de compactação para 400 MPa, teve ainda um efeito benéfico adicional na resistência à corrosão do filtro produzido com pó de maior granulometria (210-105) μm . Todavia, verificou-se que para o filtro produzido com pó de menor granulometria (74-44) μm , o aumento na pressão de compactação de 300 para 400 MPa foi prejudicial quanto a resistência à corrosão. Como já mencionado anteriormente, este efeito pode ter sido causado por menores tamanhos de poros resultantes da combinação dos efeitos cumulativos dos parâmetros de fabricação, ou seja, menor tamanho de partícula e maior pressão de compactação.

A figura 5 (a) e (b) mostra a superfície dos filtros compactados a 400 MPa e produzidos a partir dos pós das duas granulometrias utilizadas.

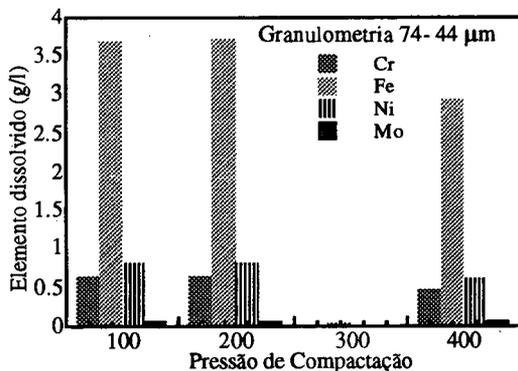


Figura 3 - Porcentagem de elementos dissolvidos na solução para filtros produzidos com pó de granulometria (74-44) μm .

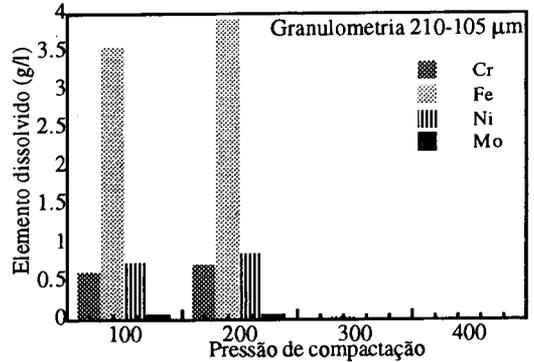


Figura 4 - Porcentagem de elementos dissolvidos na solução para filtros produzidos com pó de granulometria (210-105) μm

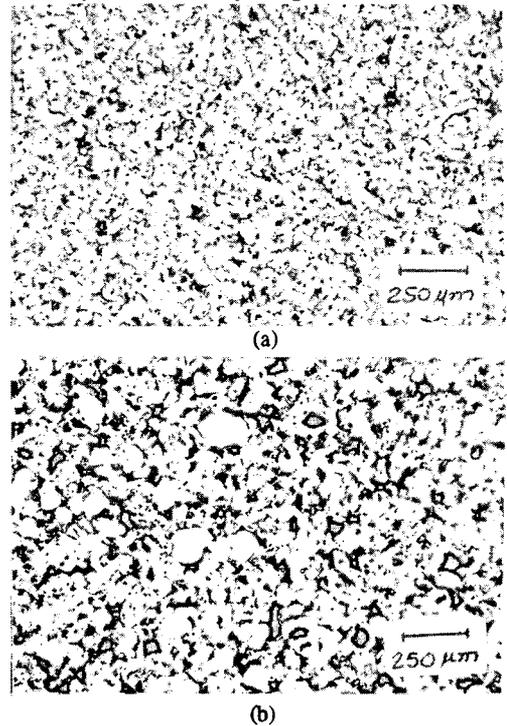


Figura 5 - Superfície dos filtros compactados a 400 MPa a partir de pós de granulometria (a) 74-44 μm (b) 210-105 μm

De fato, verifica-se na figura 5 que o tamanho médio dos poros do filtro produzido com pó de menor granulometria é bem inferior, para a pressão de compactação de 400 MPa.

Com o objetivo de se averiguar a influência da pressão de compactação na tendência à passivação dos filtros na solução de ensaio, ensaios de polarização potenciodinâmica foram realizados. A figura 6 mostra as curvas de polarização dos filtros produzidos com pós das duas granulometrias nas várias pressões de compactação utilizadas.

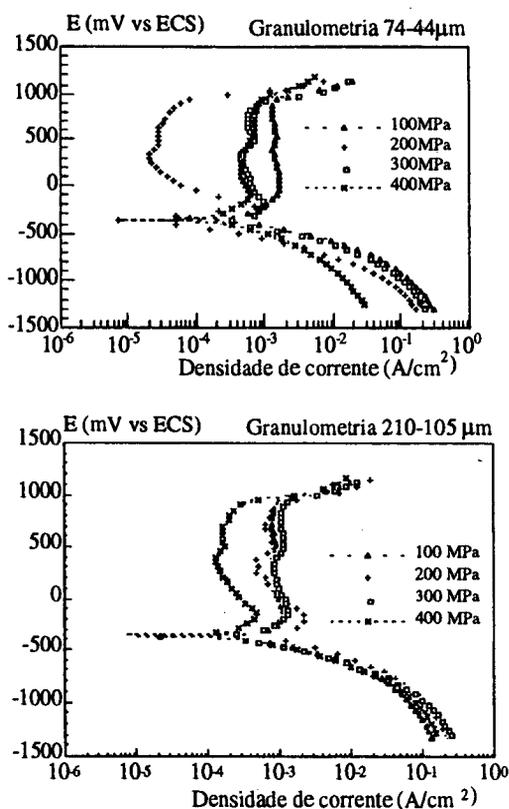


Figura 6 - Curvas de polarização dos filtros analisados.

As curvas de polarização para os filtros produzidos com pó de granulometria (74-44 μm) mostraram uma pequena redução na densidade de corrente em potenciais da ordem de -100 mV (ECS) para os filtros compactados a pressões de 300 e 400 MPa. Uma maior redução na densidade de corrente anódica, caracterizando uma transição ativa-passiva, foi observada associada ao filtro compactado a 200 MPa. Esta redução todavia não foi verificada para o filtro compactado a 100 MPa, observando-se para este último filtro, uma densidade de corrente anódica limite da ordem de mA/cm^2 , em potenciais de aproximadamente -100 mV (ECS).

Não se observou por este ensaio um diferenciamento significativo entre as densidades de corrente anódicas dos filtros compactados a 300 e 400 MPa, como observado pelos ensaios anteriores. Todavia, as densidades de corrente anódicas resultantes da polarização foram sempre superiores para o filtro compactado a 100 MPa. A maior tendência à passivação, e menores densidades de corrente observadas para o filtro compactado a 200 MPa, não confirmam os resultados obtidos pelo método de perda de massa, análise da solução e variação da área de poros.

Para os filtros produzidos com pó de granulometria correspondente a (210-105) μm , observou-se uma redução na densidade de corrente anódica do filtro compactado a 400 MPa em relação aos demais, em potenciais de cerca de -200 mV (ECS). As

curvas de polarização para os filtros compactados a 100, 200 e 300 MPa foram bastante próximas, não permitindo um diferenciamento do comportamento destes filtros, apesar destes apresentarem resistência à corrosão bem distinta pelos outros métodos utilizados.

Pode-se portanto dizer, a partir dos resultados obtidos, que o ensaio de polarização potenciodinâmica não se mostrou adequado para qualificar o comportamento de corrosão dos filtros estudados. Uma das prováveis causas deste resultado, é o fato de se assumir neste ensaio que a corrosão ocorre de uma forma generalizada, considerando-se a área geométrica da amostra. Observou-se, entretanto, que a corrosão dos filtros é localizada na região dos poros, e portanto a área atacada varia dependendo do filtro considerado. Observou-se também corrosão intergranular nos filtros, devido provavelmente à precipitação de nitretos de cromo nos contornos de grão. A perda de massa devido à corrosão intergranular é todavia insignificante comparada à perda devido ao ataque na região de poros.

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos pelo ensaio de perda de massa, análise da solução após o ensaio, e medida da área correspondente a poros, antes e após imersão na solução corrosiva, indicaram que o aumento na pressão de compactação teve um efeito benéfico direto na resistência à corrosão dos filtros produzidos com pó de granulometria correspondente a (210-105) μm . Uma redução na resistência à corrosão foi todavia associada ao aumento de pressão de compactação de 300 para 400 MPa, para filtros produzidos com pó de granulometria (74-44) μm . Esta diminuição na resistência à corrosão foi relacionada com os menores tamanhos de poros associados a este filtro, em consequência da maior pressão de compactação e menor tamanho de partícula do pó de partida. Poros muito pequenos poderiam atuar como frestas, originando células de concentração e portanto corrosão localizada intensificada, como foi verificado pelo aumento significativo na área de poros após o ensaio de perda de massa.

REFERÊNCIAS

- (1) OTERO, E.; PARDO, A.; UTRILA, V.; 12th International Corrosion Congress V. 3B p. 2037-2044, 1993.
- (2) LEI, G.; GERMAN, R.M.; AND NAYAR, H.S.; Powder Metallurgy Int., V.15, No. 2, p. 70-76, 1983.
- (3) ITZHAK D. AND AGHION E., Corros. Sci., 24 p. 145-152, 1984
- (4) ITZHAK D. AND AGHION E., Corros. Sci., 25 p.883-888, 1985.
- (5) PELED,P.; HARUSH, S.; ITZAK, D. Corros. Sci., 28, p. 327-332, 1988.
- (6) KLAR, E. AND SAMAL, P. K. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials part 11, p. 3 -17 1995
- (7) MUKHERJEE, S. K.; KUMAR, A. AND UPADHYAYA Powder Metallurgy Int., v. 17 (4) p.172-175, 1985.
- (8) MATHIESEN, T. AND MAAHN, E. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, part 11, p. 45 -55 ,1995.