

Efeito do tratamento de solubilização após nitretação a plasma na resistência à corrosão do aço AISI 409

Effect of Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding on AISI 409 steel corrosion resistance

RESUMO

O aço AISI 409 faz parte de uma classe dos aços inoxidáveis chamados ferríticos característicos por sua estrutura cúbica de corpo centrado. Pelo motivo de ser um material com baixa dureza, realizaram-se processos de Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação à Plasma (SHTPN), têmpera e revenimento buscando o aumento da dureza sem prejudicar a resistência à corrosão destes materiais. Conforme a realização dos processos, visando avaliar o comportamento corrosivo do material, foi realizada técnica de polarização cíclica em solução de NaCl 0,5M. Análises por microscopia óptica e microdureza foram utilizadas para sustentar os resultados e discussões deste trabalho dos quais se destaca o aumento significativo da dureza, e formação de espessa camada composta por martensita de nitrogênio. Por conseguinte, das técnicas de corrosão foi concluído que os tratamentos térmicos e termoquímico valorizaram a resistência à corrosão localizada deste material.

PALAVRAS-CHAVE: Aços inoxidáveis ferríticos. SHTPN. Martensita de nitrogênio.

ABSTRACT

AISI 409 steel is part of a class of stainless steels characteristic of its body-centred cubic structure. Because it is a low hardness material, Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding (SHTPN), quenching and tempering processes were performed to increase hardness without impairing the corrosion resistance of these materials. At the end of the processes, in order to evaluate the corrosive behaviour of the material, a cyclic polarization technique in 0.5M NaCl solution was performed. Optical microscopy and microhardness analyzes were used to support the results and discussions of this work, highlighting the significant increase in hardness and thick formation of nitrogen martensite. From the characterization and corrosion techniques it was concluded that the thermal and thermochemical treatments valued the localized corrosion resistance of this material.

KEYWORDS: Ferritic stainless steels. SHTPN. Nitrogen martensite.

Mateus Correia da Silva
mateuss.2017@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Paulo César Borges
pborges@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Amanda Pires Nogueira de Souza
amandapiresn17@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

lasmin Cohene Pentead
jasminp.2017@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

Direito autorial: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos possuem cromo em solução sólida em ferro α , o qual favorece a estabilidade desta fase. Esta classe apresenta alta maleabilidade, resistência a corrosão moderada, e excelente resistência à corrosão sob tensão quando comparada às demais classes. (CORRADI, M. et al., 2018a; HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E. et al., 2016; SUNDQVIST, T. et al., 2018).

A nitretação a plasma é uma das técnicas de endurecimento muito usada pelo fato de não prejudicar a resistência à corrosão do material, isto porque, altas temperaturas de tratamento ($>450^{\circ}\text{C}$) induzem a sensitização do material. (DONG, 2010; LEPICKA, 2016; XU ET AL., 2017).

A técnica de Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação a Plasma (SHTPN) desempenhada neste trabalho baseia-se na obtenção de uma camada rica em nitrogênio por Nitretação a Plasma (PN), e um posterior tratamento térmico de solubilização (SHT) promovendo a dissolução dos nitretos de cromo formados durante a etapa anterior. (REIS ET AL., 2013; REIS ET AL., 2011)

Berton (2014), por influência de trabalho (BORGES, 2010), realizou o SHTPN em amostras de AISI 409 visando melhorar suas durezas. Como esperado do tratamento, foi possível obter uma espessa camada superficial de martensita de nitrogênio garantindo ao material elevada dureza.

Portanto, tendo em vista a necessidade de aprimorar a resistência mecânica do aço AISI 409, o objetivo deste trabalho é analisar os efeitos dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento após SHTPN na resistência à corrosão do material.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para o desenvolvimento da pesquisa, amostras de 28 X 20 X 5 mm foram obtidas de uma placa laminada de aço AISI 409 por meio de corte a laser. A preparação superficial para o tratamento termoquímico de nitretação a plasma foi realizada em retificadora tangencial plana, adquirindo Ra de 0,4 μm .

Após preparação superficial, as amostras foram submetidas à nitretação a plasma com fonte pulsada da marca SDS. O tratamento consistiu em duas etapas: limpeza por *sputtering* e a nitretação propriamente dita, em condições apresentadas na Tabela 1. Após o tempo de tratamento, o sistema foi resfriado à vácuo sob fluxo de gás Nitrogênio (N_2) e gás Hidrogênio (H_2) até atingir temperatura de 160 $^{\circ}\text{C}$.

Tabela 1: Condições do tratamento termoquímico de nitretação a plasma.

Tratamento/Condições	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Tempo (minutos)	Atmosfera
Sputtering	160	60	20% Ar / 80% H_2
Nitretação a plasma	510	120	80% N_2 / 20% H_2

Fonte: Autoria própria (2019).

Posteriormente foram realizados os tratamentos térmicos de solubilização, têmpera e revenimento em forno à vácuo com fluxo de Argônio (Ar). Ao fim do tempo de aquecimento dos tratamentos de solubilização e têmpera, as amostras

foram resfriadas em óleo, e, após o revenimento, as amostras foram resfriadas ao ar. As condições destes tratamentos estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2: Condições dos tratamentos térmicos.

Tratamento/Condições	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)
Solubilização	1165	60
Têmpera	1115	30
Revenimento	240	60

Fonte: Autoria própria (2019).

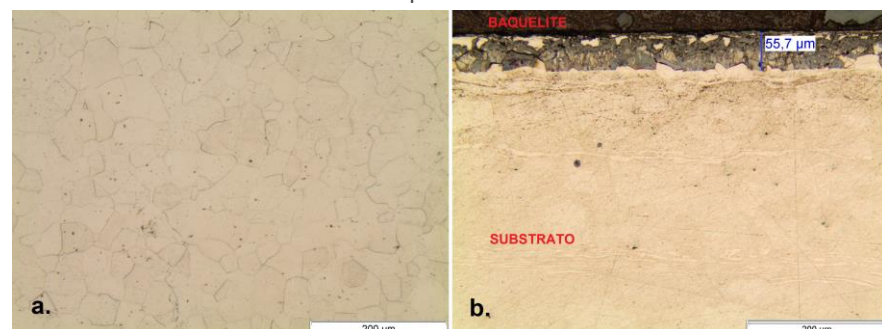
As microestruturas resultantes de todos os tratamentos realizados foram caracterizadas através de microscopia óptica com ampliação de até 2000x, sendo usado reagente Villela para ataque químico das amostras. E, para aferir a microdureza do material, foi utilizado microdurômetro Vickers da marca Shimadzu, com indentador de diamante carregado com carga de 490,3 mN durante 15 segundos, conforme norma ASTM E384-17 (2017). Com intenção de tomar conhecimento do gradiente de dureza da superfície tratada em relação ao substrato, foi realizado perfis de dureza com distâncias predefinidas da superfície.

As amostras em condição de estudo submetidas aos ensaios eletrolíticos foram: fornecimento, SHTPN, SHTPN temperada, SHTPN temperada e revenida. Os comportamentos das mesmas em meio salino (0,5M NaCl) foram monitorados por técnica de Potencial de Circuito Aberto (OCP) e Polarização Cíclica. Para isto, foi utilizado potenciostato portátil da marca PalmSens, através do software PTrace versão 5.5. Os ensaios foram regidos conforme modelo de três eletrodos: eletrodo de trabalho (amostra); de referência – prata/cloreto de prata saturado em KCl; e contra eletrodo de grafite. Foram realizados conforme norma ASTM G61 (2018).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As microestruturas resultantes dos tratamentos de nitretação e demais tratamentos térmicos estão apresentadas nas Figuras 1 e 2. Comparando as amostras em condição de nitretação (Figura 1b) com as de fornecimento (Figura 1a), nota-se a formação de uma camada superficial, rica em nitrogênio com elevada dureza, medindo aproximadamente 55µm de espessura.

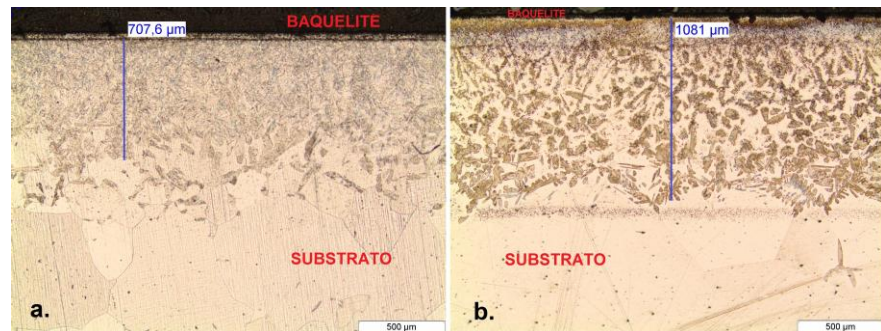
Figura 1 – Micrografias das amostras em condição de: (a.) fornecimento; (b.) nitretação a plasma.



Fonte: Autoria própria (2019).

Entretanto, como apresenta a Figura 2a, através do tratamento de solubilização houve a formação da martensita de nitrogênio a partir da camada rica em nitrogênio, com espessura de 707,6 μm . Após a solubilização, os tratamentos de têmpera e revenimento conferiram à camada maior difusão para o interior do material, a qual aproximou-se de 1100 μm de espessura (Figura 2b)

Figura 2 – Micrografias das amostras em condição de: (a.) SHTPN; (b.) SHTPN, têmpera e revenimento.

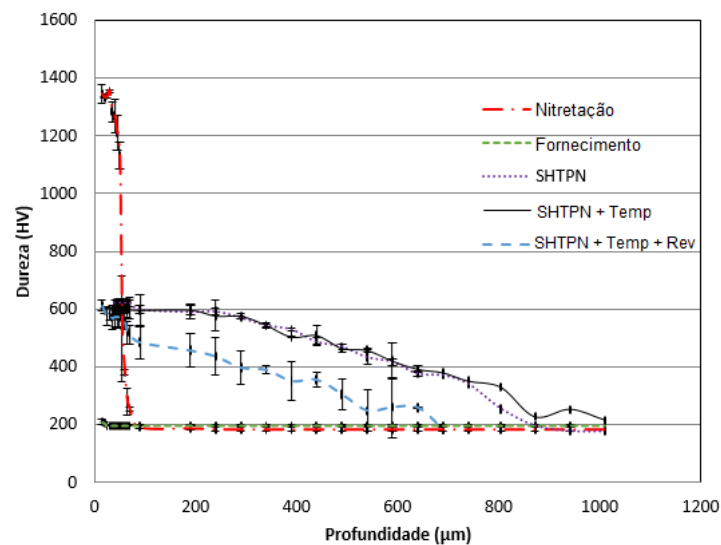


Fonte: Autoria própria (2019).

A partir dos perfis de dureza de cada condição (Figura 3), observa-se que a condição de nitretação obteve elevada dureza quando comparada às demais condições, apresentando 1400 HV na região rica em nitrogênio, porém com súbita queda para menos de 200 HV à fronteira entre a camada com o material base.

Como previsto nos trabalhos de *Berton* (2014) e *Borges e Rocha* (2011), devido ao nitrogênio ser um estabilizador da fase gama, ao solubilizar as amostras nitretadas foi possível a transformação martensítica do material. Que garantiu uma dureza, ao longo de sua camada, três vezes superior ao material comparado ao não tratado.

Figura 3 – Perfis de dureza Vickers das amostras em cada condição de estudo.

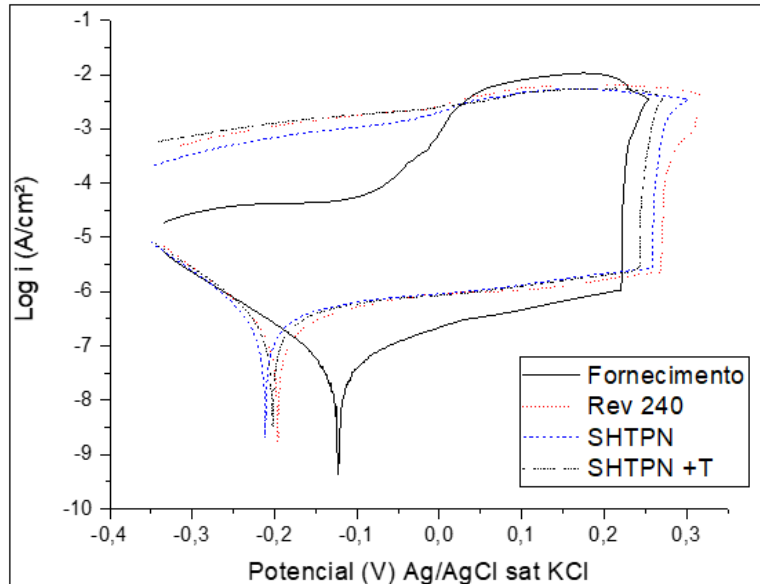


Fonte: Autoria própria (2019).

Analisando a Figura 4, nota-se diminuição do potencial de corrosão e aumento na densidade de corrente das curvas referentes às condições tratadas, o que indica menor nobreza do material em relação à corrosão generalizada quando

comparadas ao estado de fornecimento; todavia a resistência à corrosão localizada aumentou. Desta forma, as amostras revenidas se destacaram, pois, dentre as amostras tratadas, foi a que apresentou o maior potencial de *pitting* (E_{pit}) de aproximadamente 0,27V (*versus* Ag/AgCl sat. KCl).

Figura 4 – Ensaio de polarização cíclica das amostras tratadas e não tratadas.



Fonte: Autoria própria (2019).

CONCLUSÃO

Em relação ao processo de SHTPN seguido por têmpera e revenimento, conclui-se que:

- Os tratamentos garantiram a formação de uma espessa camada martensítica ($\approx 1100 \mu\text{m}$) devido à adição do nitrogênio na região, pois, caso contrário, o baixo teor de Carbono natural do material não viabilizaria a formação desta microestrutura;
- A martensita formada garantiu à superfície do material dureza três vezes superior quando comparado com as amostras não tratadas;
- Apresentou menor nobreza em relação ao potencial de corrosão da condição de fornecimento. Porém houve valorização da resistência à corrosão localizada também quando comparada a condição de fornecimento.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pelo investimento financeiro nesta pesquisa e ao Laboratório de Corrosão pelo espaço de trabalho.

REFERÊNCIAS

ASTM E384-17, Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org

ASTM G61-86(2018), Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018, www.astm.org

BERTON, Elisiane Maria. Efeito das temperaturas de têmpera e de revenido na resistência à corrosão da camada martensítica de alto nitrogênio produzida por SHTPN sobre o aço AISI 409. 2014. Dissertação de Mestrado. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

BORGES, P. C., ROCHA, L. A., "Solution heat treatment of plasma nitrided 15-5PH stainless steel - Part I: Improvement of the corrosion resistance", *Kovové Materiály*, v. 49, n.2, pp. 107-117, 2011.

CORRADI, M. et al. A review of the use of stainless steel for masonry repair and reinforcement. *Construction and Building Materials*, v. 181, p. 335-346, 2018a.

DONG, H. S-phase surface engineering of Fe-Cr, Co-Cr and Ni-Cr alloys. *International Materials Reviews*, v. 55, n. 2, p. 65-98, 2010a.

GARZÓN, C. M., TSCHIPTSCHIN A. P., "Nitretação em alta temperatura de aços inoxidáveis", *Revista Matéria*, v. 10, n. 4, pp. 502-525, 2005.

HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E. et al. Tribocorrosion study of martensitic and austenitic stainless steels in 0.01 M NaCl solution. *Tribology International*, 2016.

LEPICKA, M.; GRADZKA-DAHLKE, M. Direct current and pulsed direct current plasma nitriding of ferrous materials a critical review. *Acta Mechanica et Automatica*, v. 10, n. 2, p. 150-158, 2016

REIS, R. F., MALISKA, A. M., BORGES, P. C., "Nitrogen surface enrichment of austenitic stainless steel ISO 5832-1", *J. Mater Sci.*, v. 46, n.3, pp. 846-854, 2011.

REIS, R. F.; BORGES, P. C.; PANDOLFO, V. Nitretação por plasma do aço ISO 5832-1 em alta temperatura: Influência do tempo de tratamento e sua aplicação no processo" SHTPN. **Matéria (Rio J.)**[online], v. 18, n. 4, p. 1525-1540, 2013.

SUNDQVIST, T. et al. Laser surface hardening of 11% Cr ferritic stainless steel and its sensitisation behaviour. *Surface and Coatings Technology*, 2018.

XU, X. et al. Microstructure and Properties of Plasma-Nitrided Fe-Based Superalloy Fe-25Ni-15Cr. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 48, n. 7, p. 3357-3369, 15 jul. 2017.