

Efeitos da deposição de titânio via plasma magnetron sputtering em aço de alta resistência e baixa liga

Effects of titanium deposition via plasma magnetron sputtering on high strength low alloy steel

RESUMO

Neste trabalho utilizou-se técnicas a plasma para aplicação de revestimento de titânio em aço DOMEX 700, que é um aço do tipo alta resistência baixa liga. Os revestimentos foram oxidados em forno tubular a 400°C durante 30 minutos. Foram realizadas análises de corrosão em NaCl 3,5% e caracterizações metalográfica das amostras. Verificou-se que a presença de um revestimento de óxido de titânio reduziu a taxa de corrosão do aço para 0,011 contra 0,018 mm por ano medidas para o material base. O aspecto geral da corrosão para o metal base sugere sua ocorrência em locais específicos e com elevada profundidade, do tipo pite. O aço com revestimento, apresenta mais pontos de corrosão, entretanto com menor área, além de apresentar regiões sem corrosão próximas aos pites formados, indicando que a severidade da corrosão foi reduzida.

PALAVRAS-CHAVE: Aço-corrosão. Revestimentos. Dióxido de titânio.

Taylor Wesley Sobjak
taylorsobjak@gmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, Paraná, Brasil.

Viviane Teleginski Mazur
vivianemazur@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, Paraná, Brasil.

Maurício Marlon Mazur
mzmauricio@hotmail.com
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Guarapuava, Paraná, Brasil.

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

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



ABSTRACT

Plasma techniques were used in this work to apply titanium coating on DOMEX 700 steel, which is a high strength low alloy steel. The coatings were oxidized in a tubular oven at 400 ° C for 30 minutes. Corrosion analysis of 3,5% NaCl and metallographic characterization of the samples were performed. The presence of a titanium oxide coating was found to reduce the steel corrosion rate to 0.011 versus 0.018 mm per year measured for the base material. The general appearance of corrosion to the base metal suggests its occurrence in specific, high-depth pite-type locations. The coated steel presents more corrosion points, however with smaller area, besides having regions without corrosion near the formed pits, indicating that the corrosion severity was reduced.

KEYWORDS: Corrosion-steel. Coatings. Titanium dioxide.

INTRODUÇÃO

Este estudo foi realizado em DOMEX, aço de alta resistência e baixa liga (ARBL) com resistência à tração de até 1300 MPa [1]. Metal que tem sido implementado em diferentes setores, principalmente o automotivo e de maquinários agrícolas. O principal motivo da utilização dos aços ARBL é que, devido as suas características e propriedades, permitem reduzir o peso dos equipamentos, aumentando assim a eficiência e produtividade, sem perder a confiabilidade estrutural. Este estudo se iniciou a partir da análise que cerca de 20% da produção de ferro é perdida, por processos corrosivos.

Este trabalho teve como objetivo o desenvolvimento e aplicação de revestimentos protetivos com uso de processos de deposição física, via plasma, afim de avaliar a eficácia da aplicação de revestimentos de óxido de titânio para desacelerar processos corrosivos no material DOMEX. Opta-se pelo titânio por ter propriedades interessantes de resistência e camada passiva de óxido.

MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras de DOMEX 700 MC utilizadas neste trabalho possuem composição química e propriedades mecânicas conforme detalhadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química e propriedades mecânicas do aço DOMEX 700 MC.

Composição Química								
C [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	Al [%]	Nb [%]	V [%]	Ti [%]
0,12	0,21	2,10	0,020	0,010	0,015	0,09	0,20	0,15
Propriedades mecânicas								
Módulo de Young [MPa]			Resistência à tração [MPa]			Alongamento [%]		
700			750 - 950			12		

Fonte:[1].

Para preparação de amostras foram utilizados os recursos como: cortadora metalográfica, retificadora, embutidora e politriz, preparando as superfícies para demais procedimentos. Para a preparação metalográfica as amostras foram embutidas, com uso de embutidora Teclago, lixadas, polidas e atacadas quimicamente com Nital 3% durante 10 segundos.

Para realizar a deposição do revestimento de titânio e tratamento térmico, as amostras foram encaminhadas ao Laboratório de Plasma da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG). O procedimento de deposição utilizou-se método de deposição por plasma magnetron sputtering (PMS), com alvo de titânio de pureza 99,999%. Os parâmetros de deposição e tratamento térmico foram levantados em trabalhos anteriores de [2].

A caracterização eletroquímica foi realizada no laboratório de química da Universidade Estadual do Centro-Oeste. Os ensaios foram realizados com uso de solução de NaCl 3,5%, em temperatura ambiente (25 ± 2 °C), utilizando eletrodo de referência de KCl, com capilar de Luggin e contra eletrodo de platina.

Os ensaios para avaliação da taxa de corrosão foram realizados conforme a Norma ASTM G59-97 [3], em duplicata, onde se calculou a média dos valores dos ensaios do material base e ao material revestido. Foram analisados o potencial de corrosão (E_{corr}), a micropolarização e macropolarização. Para realizar a

medição do E_{corr} , após colocada a solução na célula a amostra ficou em contato com a mesma durante 55 minutos. Após, foram realizados os ensaios de micropolarização e macropolarização, sendo variada a tensão entre ± 10 mV em torno do potencial obtido (E_{corr}), para o ensaio de micropolarização e ± 100 mV para a macropolarização.

Foi realizada a análise dos resultados, sendo necessário obter a resistência de polarização (R_p) do material utilizando a equação (1), sendo esta a função inversa do coeficiente angular obtido no gráfico de micropolarização, dado pela diferença de potencial *versus* variação de corrente [3].

$$R_p = \frac{\Delta E}{\Delta i} \quad (1)$$

Também foram obtidas as inclinações de Tafel catódica (β_c) e anódica (β_a) com base nos gráficos da macropolarização. A partir da extrapolação dos valores é possível calcular a corrente de corrosão (i_{corr}), dada pela equação (2) [3].

$$i_{corr} = \frac{|\beta_c| \cdot \beta_a}{2,303 \cdot R_p \cdot (|\beta_c| + \beta_a)} \quad (2)$$

Utilizando a da equação (3), obteve-se a taxa de corrosão do material ($taxa_{corr}$) [3].

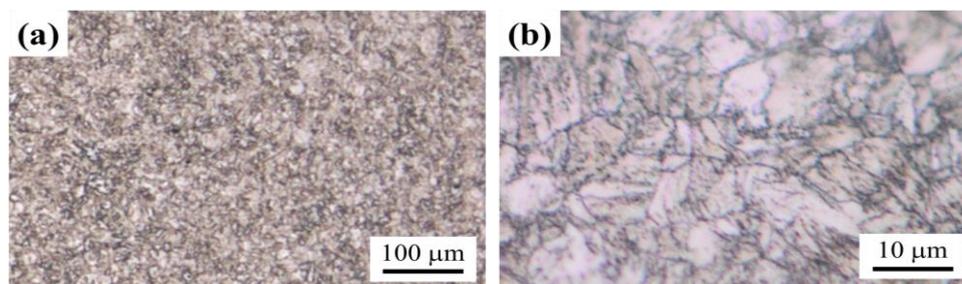
$$taxa_{corr} = \frac{PA \cdot i_{corr} \cdot t}{n \cdot \rho \cdot S \cdot F} \quad (3)$$

Sendo PA o peso atômico (g/mol), t é o tempo de um ano, equivalente a 31536000 segundos, n é o número de elétrons envolvidos na reação, S a área do eletrodo (cm²) e F é a constante de Faraday (96487 Coulomb) (ASTM G59-97, 2014). Para os cálculos considerou-se os dados do ferro, onde PA=56 g/mol, n=2, S=0,785 cm².

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Pode-se observar na Figura 1 micrografias do aço DOMEX 700 em diferentes ampliações. A Figura 1.a apresenta uma ampliação menor e nesta micrografia percebe-se que os grãos do material estão homoganeamente distribuídos e possuem tamanho reduzido, não sendo possível sua medição nesta ampliação. Não são observados defeitos como porosidades ou precipitados.

Figura 1 – Micrografias do aço Domex 700 MB: (a) menor magnificação e (b) maior magnificação.



Fonte: Autoria própria (2019).

Já a Figura 1b mostra uma micrografia com ampliação maior, possibilitando verificar a microestrutura do aço. Os grãos apresentam aspecto homogêneo,

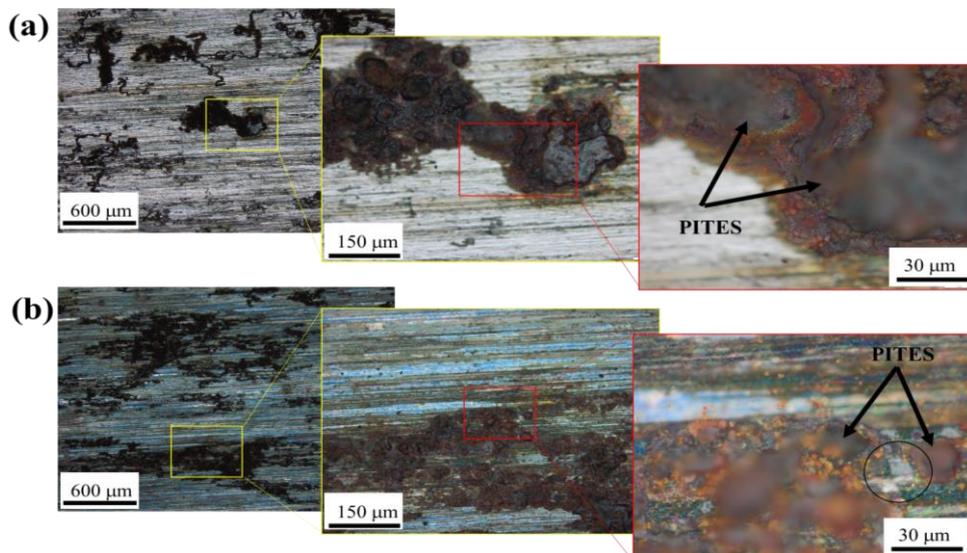
possuem tamanho variável, não sendo maiores do que 10 μm . O tamanho de grão reduzido contribui para melhorar as propriedades de dureza e resistência mecânica da liga. Não são observados defeitos e não se verifica a presença de precipitados.

As regiões claras (ferrita) aparecem na maior parte, enquanto as regiões escuras são os contornos dos grãos de ferrita. Esse resultado é semelhante ao descrito na literatura [4].

Após os ensaios de corrosão as amostras foram novamente observadas com o microscópio óptico (MO) e uma série de micrografias com ampliação gradual são mostradas na Figura 2. Ao comparar-se as micrografias do material base (MB), Figura 2.a com o aço revestido na Figura 2.b, observa-se que o aspecto geral do MB apresenta corrosão em locais mais específicos, a área de corrosão é ampla e a falta de foco do MO indica que a corrosão foi profunda.

O aço com revestimento, apresenta mais pontos de corrosão, entretanto com área menor do que o MB. O aço com revestimento apresenta regiões sem corrosão próximas aos pites formados, como destacado pelo círculo na micrografia. Os pites do MB apresentam formato irregular e maior produto de corrosão com aspecto de craqueamento em sua borda.

Figura 2 – Micrografias após corrosão do material (a) sem revestimento e (b) com revestimento de titânio

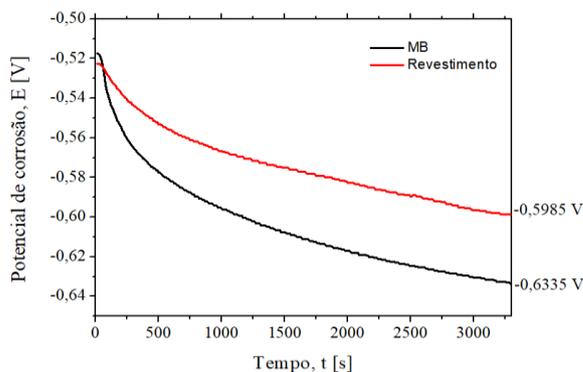


Fonte: Autoria própria (2019).

Os resultados obtidos nos ensaios de corrosão são apresentados abaixo, sendo comparados os resultados para o metal base (MB) e para o material revestido. A partir da Figura 3, é possível observar que o potencial inicial das amostras é muito próximo, com E_{corr} em $-0,52\text{V}$.

Ao longo do ensaio não há estabilização e o potencial tende a continuar decaindo, tanto para o MB como para o revestido. Entretanto, o metal revestido apresenta, ao final os 55 minutos de imersão, um potencial mais positivo em 35 mV em relação ao MB. Este pode ser considerado um resultado promissor, uma vez que quanto mais positivo, menos susceptível a corrosão será o material.

Figura 3 - Potencial de corrosão (E_{corr}) medido em solução de NaCl 3,5%.

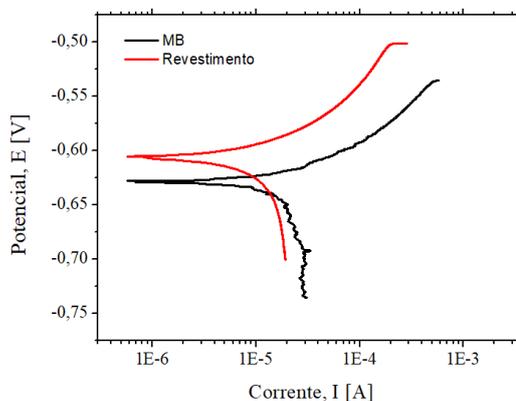


Fonte: Autoria própria (2019).

Com base nos resultados do potencial de corrosão, foi realizado o ensaio de micropolarização. Obteve-se que a R_p do material com revestimento foi de 1,68 $k\Omega$ enquanto que o MB apresentou R_p de 1,07 $k\Omega$. Indicando que o revestimento apresenta características mais nobres em relação ao MB.

Através dos resultados obtidos na macropolarização, conforme Figura 4, foi possível traçar as retas de Tafel e obter os valores de β_c e β_a , calculando-se então a taxa de corrosão, conforme equação (3). Observa-se que o formato das curvas é similar, o que indica que não houve uma mudança significativa na natureza das reações, isso demonstra que o ferro é o material que está sendo deteriorado em ambos os casos.

Figura 4 – Macropolarização de ± 100 mV em torno do potencial obtido (E_{corr}), em solução de NaCl 3,5%.



Fonte: Autoria própria (2019).

A Tabela 2 apresenta todos os valores médios obtidos nas análises gráficas e cálculos das equações (1), (2) e (3). Nota-se que a taxa de corrosão para as amostras com revestimento foi duas vezes maior que a do MB, demonstrando que o tratamento foi efetivo embora não muito eficiente.

Tabela 2 – Resultados obtidos nos ensaios de caracterização eletroquímica.

Parâmetros	E_{corr} (V)	R_p ($k\Omega$)	β_c (V/dec)	β_a (V/dec)	i_{corr} (A/cm^2)	taxa _{corr} (mm/ano)
Média MB	-0,6335	1,07	0,1148	0,0434	$1,27 \cdot 10^{-5}$	0,018
Média Rev	-0,5985	1,68	0,084	0,0466	$7,74 \cdot 10^{-6}$	0,011

Fonte: Autoria própria (2019).

CONCLUSÕES

O processo de corrosão é reduzido quando se aplica revestimento de titânio. Entretanto, o tratamento térmico aplicado possivelmente causou contrações no revestimento de óxido de titânio, expondo o substrato e formando uma célula galvânica de tamanho reduzido, pois os pites formados pela corrosão por NaCl são de tamanho menor que aqueles observados no MB.

Levantou-se a hipótese de que o tratamento térmico do titânio tenha causado contração do revestimento, expondo regiões do MB. Fator que pode ter contribuído para a mudança pouco significativa em relação a resistência a corrosão da liga com o revestimento. Para trabalhos futuros, pretende-se estudar maneiras alternativas de promover a oxidação do revestimento de titânio para verificar sua efetividade na proteção contra corrosão.

AGRADECIMENTOS

A Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG) e a Universidade Estadual do Centro-Oeste (UNICENTRO) pela disponibilização de laboratórios e equipamentos.

REFERÊNCIAS

- [1] SSAB. **Data sheet Strenx 700**. Disponível em:
<<https://www.ssab.com.br/products/brands/strenx/products/strenx-700-mc>>. .
Acesso em: 02 nov. 2018.
- [2] MAZUR, M. M. **Desenvolvimento de superfícies funcionais com filmes de titânio, para isoladores elétricos cerâmicos "outdoor", utilizando a técnica de plasma pulsado "Magnetron Sputtering" (PMS)**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2018. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/handle/1884/58387>. Acesso em: 05 mai. 2019.
- [3] ASTM International. **ASTM G59-97 (2014) Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements**, 2014.
- [4] BORKO, K.; HADZIMA, B.; JACKOVÁ, M. N. Corrosion Resistance of Domex 700 Steel After Combined Surface Treatment in Chloride Environment. **Procedia Engineering**. v. 192, p. 58-63, 2017. Disponível em:
<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S18777058173255602017>. Acesso em: 10 mar. 2019.