

<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2019>

Efeito da nitretação por plasma em baixas temperaturas na resistência a corrosão do aço AISI 409.

Effect of low temperature plasma nitriding on corrosion resistance of AISI 409 steel.

RESUMO

Rafaela Yukari Sakai
rafaelasakai@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

Felipe Augusto de Aguiar Possoli
felipepossoli@gmail.com
Universidade Tecnológica
Federal do Paraná, Curitiba,
Paraná, Brasil

O aço AISI 409 tem sido utilizado em aplicações onde a resistência à corrosão em meios aquosos salinos e dureza não são requisitos mandatórios. Visando a expansão de suas aplicações, o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da nitretação por plasma em baixas temperaturas, quanto a resistência à corrosão e dureza do aço inoxidável ferrítico AISI 409. As amostras inicialmente foram tratadas termicamente, a uma temperatura de 775°C, durante uma hora, para o alívio de tensões residuais e posteriormente submetidas a nitretação por plasma, a temperatura de 400°C, durante quatro horas. O comportamento corrosivo das condições investigadas foi avaliado por meio dos ensaios de potencial de circuito aberto e de polarização cíclica em solução de NaCl 0,5 M. Análises de espessura de camada e ensaios de microdureza Vickers também foram utilizados para caracterizar as condições avaliadas. Os resultados indicaram que a nitretação por plasma em baixas temperaturas no aço inoxidável ferrítico AISI 409 promoveu aumento na dureza do material, sem prejudicar significativamente sua resistência a corrosão.

PALAVRAS-CHAVE: Aço inoxidável ferrítico; Microdureza; Corrosão por pites;

Recebido: 19 ago. 2019.

Aprovado: 01 out. 2019.

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



ABSTRACT

AISI 409 steel has been used in applications where corrosion resistance in saline aqueous media and hardness are not mandatory requirements. Aiming at expanding its applications, the main goal of this work was to evaluate the effect of low temperature plasma nitriding on corrosion resistance and hardness of the ferritic stainless steel AISI 409. The samples were initially heat treated at a temperature of 775°C. for one hour to relieve residual stresses and, subsequently, it was subjected to plasma nitriding at 400 ° C for four hours. The corrosion behavior of the investigated conditions was evaluated by open circuit potential and cyclic polarization tests in 0.5M NaCl solution. Layer thickness analysis and Vickers microhardness tests were used to characterize the evaluated conditions. The results indicated that low temperature

plasma nitriding on AISI 409 ferritic stainless steel increased the hardness of the material without significantly impairing its corrosion resistance.

KEYWORDS: Ferritic stainless steel; Microhardness; Pitting Corrosion;

INTRODUÇÃO

O aço inoxidável ferrítico AISI 409 possui aplicações em sistemas de exaustão automotivos, em termostatos, caixas de capacitores, e também em ferramentas e utensílios domésticos (ABINOX, 2017). Resiste a altas temperaturas e tem um baixo custo comparado aos aços inoxidáveis austeníticos, devido a menor porcentagem de níquel em sua composição.

A resistência a corrosão é maior quando comparada aos aços martensíticos, no entanto, para aplicações na indústria do petróleo e gás ainda não há proveito. É considerado um material de baixa dureza, com aproximadamente 190 HV, o que gera algumas limitações quando requer uma dureza mais elevada.

A nitretação por plasma em baixas temperaturas (NPBT), até 400°C, pode gerar benefícios aos aços inoxidáveis, pois permite aumentar a dureza sem comprometer a resistência a corrosão. O aumento de dureza é devido ao enriquecimento de nitrogênio em sua superfície, o qual pode endurecer por solução sólida e também por formação de nitretos (FERREIRA, 2015).

Poucos trabalhos dedicaram-se ao estudo do efeito da NPBT no aço inoxidável AISI 409. Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da nitretação por plasma em baixas temperaturas na resistência à corrosão e também na dureza deste aço.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi o aço inoxidável AISI 409 cuja composição química, avaliada por espectrometria de emissão óptica em trabalhos anteriores (BERTON, 2014), está apresentada na Tabela 1. Amostras prismáticas de dimensões 30x30 mm foram obtidas a partir de uma chapa laminada com espessura de 5 mm. As amostras foram tratadas termicamente, na temperatura de 775°C, durante 1 hora, com o objetivo de aliviar as tensões internas oriundas da laminação sem o crescimento excessivo dos grãos. Os parâmetros deste tratamento foram definidos com base na avaliação da dureza, uma vez que a dureza deste material solubilizado por 1 hora à 1100°C é de aproximadamente 190 HV (BERTON, 2014).

Tabela 1 – Composição Química (% massa) do Aço AISI 409.

Elementos (%massa)	C	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	Cu	P	S	Ti
ASS	0	10,8	0,32	0,418	0,2	0,053	0,023	0,033	0	0,215

Avaliado 0,006 10,9 0,21 0,5 0,21 0,038 0,022 0,029 0,001 0,172

Fonte: Adaptado de BERTON (2014).

Após o tratamento térmico, todas as amostras foram lixadas até grão 1200 mesh, polidas com pasta de diamante até 1 μ m e limpas por ultrassom com álcool etílico. Metade das amostras foi mantida nesta condição, e a outra metade foi nitretada.

A nitretação por plasma foi realizada em um reator com aquecimento auxiliar resistivo e fonte de corrente contínua pulsada. Primeiramente, as amostras foram aquecidas, sem auxílio do resistor, até a temperatura de 300°C na qual foi realizado um patamar de 1 hora, correspondente a etapa de limpeza por sputtering. Após a limpeza a câmara foi aquecida com o auxílio do resistor até a temperatura de 380°C. Nesta temperatura foi adicionado o gás nitrogênio e os parâmetros foram alterados para a condição de nitretação, dispostos na Tabela 2. A etapa de nitretação teve duração de 4 horas e a temperatura foi mantida na faixa de 400 \pm 2°C. Decorrido o tempo de nitretação, a fonte de plasma foi desligada e os fluxos de N₂ e Ar foram interrompidos. As amostras resfriaram sob fluxo de H₂ (100 SCCM) e sob pressão de 20 Torr. A abertura da câmara só ocorreu após a temperatura diminuir até 60°C.

Tabela 2 – Parâmetros utilizados no tratamento de nitretação à plasma do aço AISI 409.

Parâmetros de processo	Pressão (Torr)	Temperatura (°C)	Tap (V)	Ton (us)	Toff (us)	Atmosfera (%)
Limpeza por sputtering	3	300	500	105-115	250	66,67 H ₂ ; 33,33 Ar
Nitretação	3	400	500	65	250	70 N ₂ ; 20 H ₂ ; 10 Ar

Fonte: Autoria Própria (2019).

Posteriormente a nitretação, as amostras foram cortadas de modo que a secção transversal fosse analisada. As amostras foram embutidas em baquelite, lixadas até grão 1200 mesh, polidas em pasta de diamante até grão de 1 μ m e com acabamento em suspensão de alumina de 0,05 μ m. Os reagentes utilizados foram Villela e Nital (10%). A espessura da camada nitretada foi medida através do microscópio óptico Olympus BX51M e do software Image Pro-Plus ver 3.5.00.

A microdureza de topo foi avaliada em todas as amostras por meio do ensaio Vickers, utilizando o microdurômetro Shimadzu modelo HMV 2, equipado com indentador Vickers, carga de 50 gf e tempo de aplicação igual a 15 s. Os resultados apresentados neste trabalho correspondem à média e o desvio padrão de pelo menos 15 indentações.

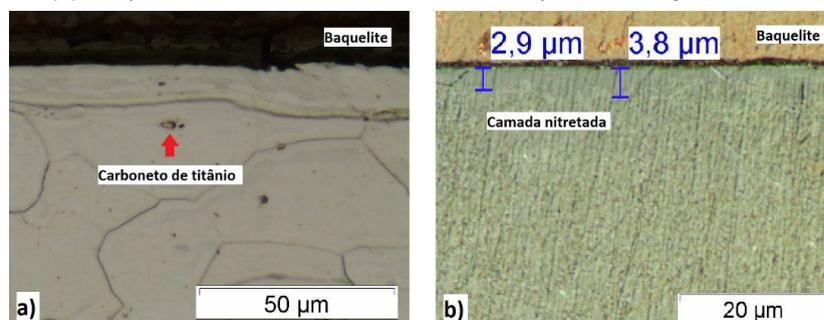
Para avaliar a resistência à corrosão foram executados ensaios de potencial de circuito aberto (OCP – open circuit potential) e de polarização cíclica, por meio do potenciostato multicanal Ivium-n-Stat. O eletrólito utilizado foi de NaCl 0,5 M, o qual foi preparado com sal de alta pureza (99,83%) e água destilada tipo 3. A

célula utilizada para os ensaios de corrosão foi a mesma de trabalhos anteriores (BERTON, 2014; SCHEUER et al., 2019). Esta célula possui um canal para circulação de água ultrapura (tipo 1), com vazão máxima de 1 mL/h, na periferia da área exposta (0,503 cm²) com finalidade de evitar a corrosão por frestas e avaliar em maior detalhe o mecanismo de corrosão por pites. Foram utilizados três eletrodos para os ensaios de corrosão: um eletrodo de Ag/AgCl em solução saturada de KCl, como eletrodo de referência, um contra eletrodo de grafite e um eletrodo de trabalho, a própria peça.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

O AISI 409 apresenta uma matriz com grãos ferríticos finos e equiaxiais. Na amostra tratada a 775°C encontramos precipitados de carboneto de titânio dispersos pela matriz, já observado em outros trabalhos (SOUZA *et al.*, 2017), indicado na Figura 1 – “a”. Após a nitretação, houve a formação de uma camada com espessura aproximada de 3 µm e que sob microscopia ótica e com o reagente utilizado não é facilmente identificada devido à falta de contraste, indicado na Figura 1 – “b”. Essa observação indica que a resistência à corrosão tanto da camada nitretada quanto do substrato ao reagente utilizado (Villela) são muito próximas.

Figura 1 – Micrografia do aço AISI 409 tratado termicamente a 775°C com precipitados de titânio (a) e espessura de camada nitretada obtida após a nitretação em 400°C (b).

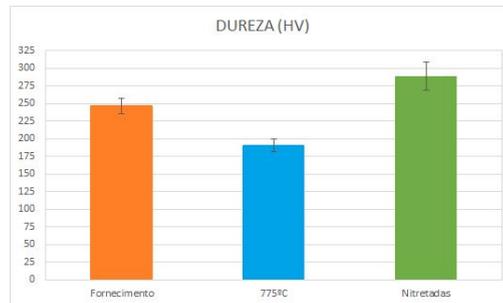


Fonte: Autoria própria (2019).

A Figura 2 apresenta os valores médios de microdureza de topo e o desvio padrão (barras de erro) das amostras no estado de fornecimento (F), tratadas termicamente em 775°C (T) e nitretadas por plasma em 400°C (N).

Os resultados dos ensaios de microdureza de topo indicaram que as amostras F apresentavam dureza acima do esperado para um material solubilizado e livre de deformações plásticas: 246 ± 11 HV, uma vez que a dureza do material neste estado é de aproximadamente 190 HV (BERTON, 2014) e de que o material fora fornecido na forma laminada. Por esse motivo realizamos o tratamento térmico à 775°C e, nessa condição, atingimos a dureza esperada: 190 ± 9 HV. Após a nitretação por plasma o material apresentou uma dureza de: 289 ± 18 HV 0,025, maior do que aquela no estado de fornecimento (laminada), corroborando para a formação de uma camada nitretada onde o nitrogênio promoveu o aumento da dureza.

Figura 2 – Dureza de topo do aço AISI 409 nas condições de F, T e N.



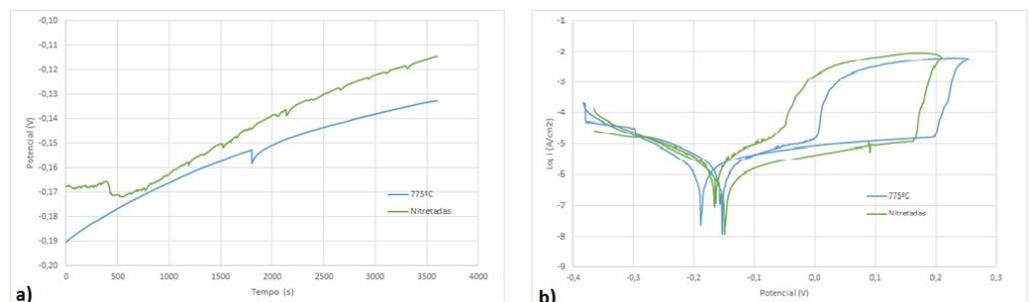
Fonte: Autoria própria (2019).

O potencial de circuito aberto da condição nitretada é mais nobre. O que também condiz com o potencial de corrosão observado pelas curvas de polarização cíclica. Indicando uma menor tendência de dissolução anódica para a condição nitretada.

Observando as correntes anódicas para a amostra nitretada, verifica-se que são menores em relação a não tratada, corroborando com a menor dissolução anódica. No entanto, o potencial de transpassivação para a amostra nitretada é ligeiramente menor do que a amostra não nitretada, indicando uma menor resistência à corrosão localizada.

Neste trabalho, as amostras apresentaram corrosão localizada na forma de pites e ausência da corrosão por frestas. Desse modo o potencial de transpassivação observado nas curvas de polarização indicam o início da nucleação e propagação dos pites nas amostras. Ainda o loop de histerese (área do gráfico ida x volta) da curva de polarização cíclica da condição nitretada é maior do que a condição não tratada, o que indica menor resistência à corrosão após a nucleação dos pites, observados sobre a superfície das amostras.

Figura 3 – Ensaio de corrosão de potencial de circuito aberto (a) e de polarização cíclica (b) das amostras nitretadas e em estado de fornecimento.



Fonte: Autoria própria (2019).

Neste trabalho, as amostras apresentaram corrosão localizada na forma de pites e ausência da corrosão por frestas. Desse modo o potencial de transpassivação observado nas curvas de polarização indicam o início da nucleação e propagação dos pites nas amostras. Ainda a histerese da curva de polarização cíclica da condição nitretada é maior do que a condição não tratada,

o que indica menor resistência à corrosão após a nucleação dos pites, observados sobre a superfície das amostras.

CONCLUSÕES

Após a análise dos resultados apresentados, concluímos que o tratamento térmico em 775°C por uma hora foi eficaz para obter a dureza do aço inoxidável ferrítico AISI 409 solubilizado em elevadas temperaturas. Dos resultados de corrosão foi verificado que a nitretação por plasma em baixas temperaturas promoveu um aumento da resistência à corrosão em termos de dissolução anódica (menores correntes anódicas até a transpassivação), porém promoveu piora na resistência à corrosão por pites do aço AISI 409. Por fim, foi possível elevar a dureza do aço AISI 409 de 190 para 289 HV devido à formação de uma camada de 3 µm com o tratamento de nitretação por plasma em baixas temperaturas utilizado.

REFERÊNCIAS

- ABINOX - Associação Brasileira do Aço Inoxidável. **Aço Inox é tudo igual? Entenda as diferenças!**. Disponível em: <https://www.abinox.org.br/site/agenda-inox-noticias-detalhes.php?cod=5736&q=A%25C3%25A7o+Inox+%25C3%25A9+tudo+igual%25F+Entenda+as+diferen%25C3%25A7as!> Acesso em: 16 de agosto de 2019.
- FERREIRA, Lauro Mariano. **Nitretação por plasma em baixa temperatura dos aços inoxidáveis martensíticos: estudo da influência da composição química do aço na cinética de tratamento**. 2015.
- 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.
- SCHEUER, C. J. et al. **AISI 420 martensitic stainless steel corrosion resistance enhancement by low-temperature plasma carburizing**. Electrochimica Acta, v. 317, p. 70-82, 2019.
- SOUZA, Juliana Sarango de et al. **Electrochemical Study of the AISI 409 Ferritic Stainless Steel: Passive Film Stability and Pitting Nucleation and Growth**. Mat. Res., São Carlos, v. 20, n. 6, p. 1669-1680, Dec. 2017.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq por prestar apoio financeiro às pesquisas, em especial pelo fomento da bolsa de iniciação científica na modalidade PIBIC-EM.