

# Filtros de aço inoxidável - Efeito da granulometria do pó na resistência à corrosão (1)

Luzinete Pereira Barbosa<sup>(2)</sup>

Francisco Ambrózio Filho<sup>(3)</sup>

Isolda Costa<sup>(4)</sup>

## RESUMO

Este trabalho teve como objetivo, averiguar o efeito da granulometria do pó de partida, no comportamento de corrosão de filtros produzidos com diversas pressões de compactação. Foram utilizados pós com duas granulometrias, (210 - 105)  $\mu\text{m}$  e (74 - 44)  $\mu\text{m}$ , na fabricação dos filtros. O comportamento de corrosão foi estudado em meio ácido (0,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), por meio de medidas de perda de massa e análise da solução de ensaio após 180 horas de imersão. Embora maiores perdas de massa tenham sido produzidas pelos filtros fabricados com o pó de menor granulometria, os teores de elementos de liga dissolvidos não foram muito diferentes para pressões de compactação inferiores a 300 MPa. Diferenças significativas, nos teores de elementos de liga dissolvidos, foram todavia obtidas para os filtros compactados a 400 MPa.

**Palavras-Chave:** Corrosão, filtros, aços inoxidáveis sinterizados

- 
- (1) Trabalho a ser apresentado no 51º Congresso Anual da ABM, Porto Alegre, R.S., 05 a 09 de agosto de 1996.
  - (2) Sócio da ABM; Pesquisadora do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
  - (3) Sócio da ABM; Doutor em Engenharia Metalúrgica, Pesquisador do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
  - (4) Sócio da ABM; Ph.D em Corrosão, Pesquisadora do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

## INTRODUÇÃO

Filtros de aço inoxidável, produzidos por metalurgia do pó, encontram aplicação em várias indústrias, tais como, química, petroquímica, mecânica, alimentícia, nuclear, e médica, entre outras. Estes filtros são utilizados para separações sólido-líquido, filtração de gases liquefeitos, separação de cristais de antibióticos, ou qualquer aplicação onde contaminantes são prejudiciais ao produto final<sup>(1)</sup>. Algumas destas aplicações envolvem meios corrosivos, e portanto, tais filtros ficam muitas vezes sujeitos a condições agressivas, sendo a resistência à corrosão uma das características desejáveis. Outras características importantes em um filtro de boa qualidade consistem em distribuição uniforme de porosidade, alta permeabilidade para um determinado tamanho de poro e capacidade de regeneração.

A resistência à corrosão inferior dos materiais sinterizados em relação aos materiais fundidos tem sido associada à porosidade interconectada nos primeiros<sup>(2,3)</sup>. A literatura propõe que o eletrólito estagnado nos poros interconectados, causa o desenvolvimento de células de concentração de hidrogênio entre a superfície externa do aço e a superfície do poro interconectado ou aberto<sup>(4,5)</sup>. Após um período de incubação, a superfície do poro passa a atuar como um anodo, enquanto que a superfície do externa atuaria como catodo. Com base nestas considerações, quanto menor a porosidade interconectada ou aberta, melhor deveria ser a resistência à corrosão. A porosidade aberta é todavia uma característica essencial de um filtro, sendo esta todavia dependente do processo de filtração de interesse.

O desenvolvimento de filtros com resistência à corrosão adequada deve considerar características do processo de fabricação que podem ser controladas, tais como características do pó (tamanho, geometria, superfície), e do processo de fabricação, (pressão de compactação, temperatura e atmosfera de sinterização, entre outras). A escolha de pó com características adequadas, por sua vez envolve o estudo do seu efeito no comportamento de corrosão. Este trabalho investiga o efeito da granulometria do pó de partida no comportamento de corrosão de filtros de aço inoxidável 316L produzidos com diversas pressões de compactação.

## EXPERIMENTAL

### Preparação dos filtros

O material utilizado na fabricação dos filtros foi o aço inoxidável AISI 316 L, atomizado a água. Duas faixas granulométricas foram empregadas, 210-105  $\mu\text{m}$  e 74-44  $\mu\text{m}$ . Os filtros foram compactados em matriz cilíndrica de 40 mm de diâmetro, com pressões de compactação entre 100 e 400 MPa. Após compactação, os filtros foram sinterizados por 1 hora em atmosfera redutora de 75%  $\text{H}_2$ -25%  $\text{N}_2$ . As porosidades, total ( $\epsilon_0$ ) e interconectada ( $\epsilon_i$ ) foram determinadas através de medidas de densidade geométrica e hidrostática. A densidade hidrostática foi determinada adotando-se uma densidade teórica de 7,96 g/cm<sup>3</sup>.

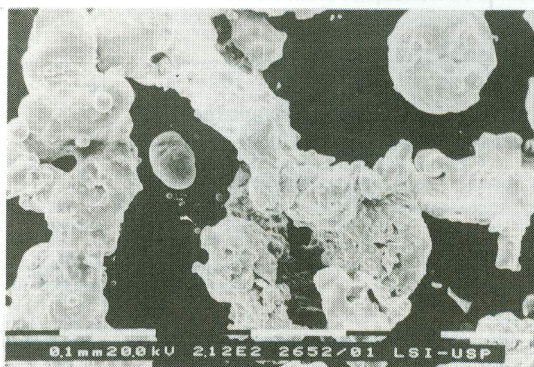
### Procedimento experimental

Amostras dos vários filtros estudados, após serem cortadas, tiveram suas áreas medidas e em seguida foram desengraxadas em acetona com auxílio de um ultrassom. As amostras foram então secadas em estufa a 200 °C por 2 horas, e pesadas em balança analítica, sendo em seguida imersas na solução, que consistiu de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0,5M). Após períodos pré-determinados as amostras foram removidas da solução, enxaguadas com água destilada, secadas em estufa a 200°C por 2 horas, e novamente pesadas em balança analítica. Após pesagem, as amostras foram re-imersas na solução, até um período total de imersão correspondente a 180 horas. Após o término do ensaio, as soluções foram analisadas por espectroscopia de absorção atômica.

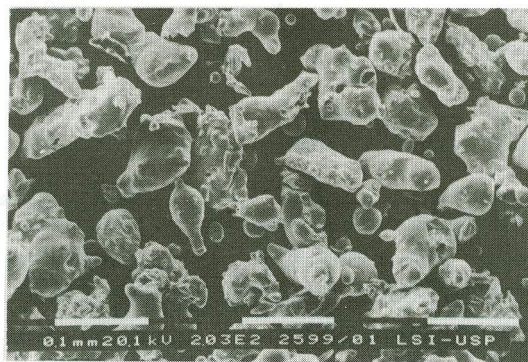
A superfície das amostras, após o término dos ensaios, foi observada por microscopia eletrônica de varredura.

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 mostra as micrografias dos pós utilizados na fabricação dos filtros.



(a)



(b)

Figura 1 - Pós utilizados para obtenção dos filtros (a) 210-105  $\mu\text{m}$  (b) 74-44  $\mu\text{m}$

O pó de menor granulometria apresenta geometria regular e superfície arredondada, enquanto que o pó de maior granulometria mostra geometria e superfície irregulares.

As figuras 2 a 5 mostram a perda de massa dos filtros produzidos a partir dos pós com as duas granulometrias, em várias pressões de compactação.

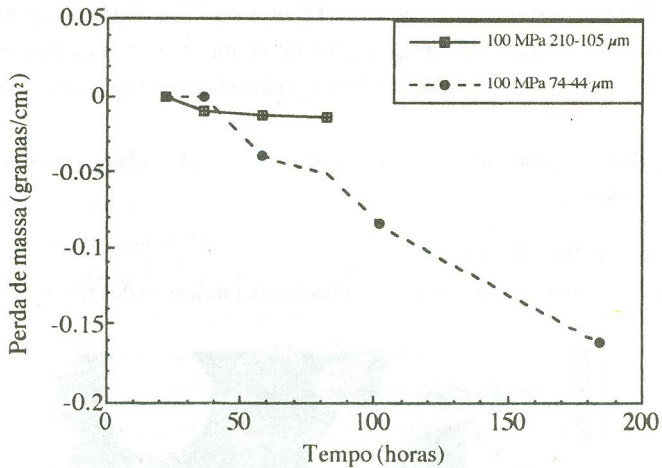


Figura 2 - Perda de massa dos filtros compactados a 100 MPa

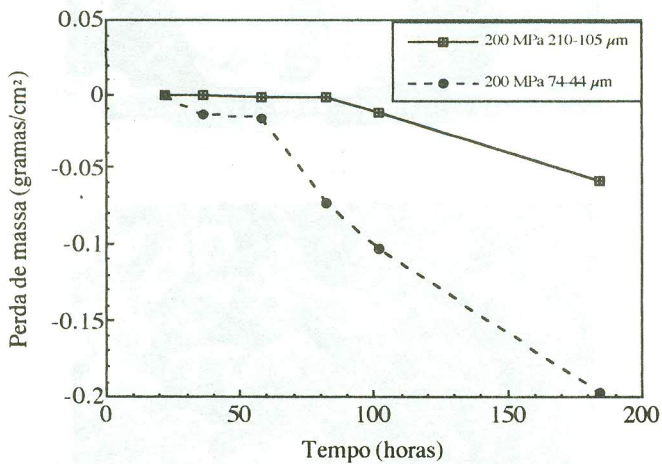


Figura 3 - Perda de massa dos filtros compactados a 200 MPa

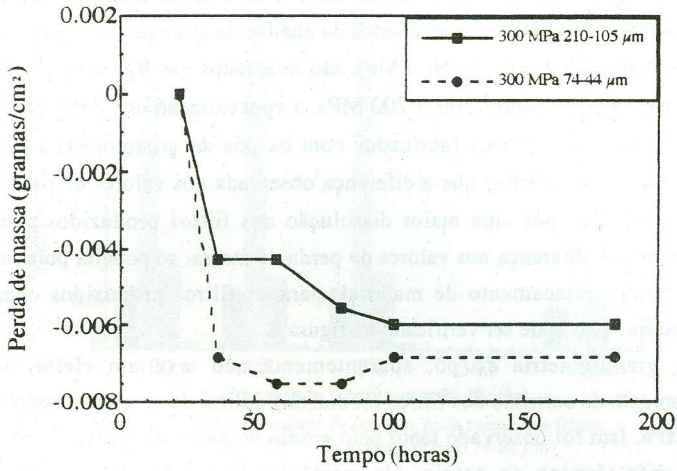


Figura 4 - Perda de massa dos filtros compactados a 300 MPa

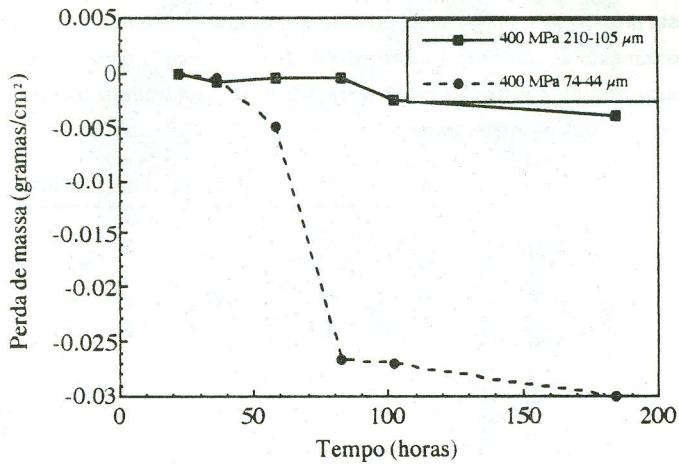


Figura 5 - Perda de massa dos filtros compactados a 400 MPa

Observa-se nas figuras 2 a 5 que a perda de massa dos filtros fabricados com o pó de menor granulometria (74-44 µm), foi sempre mais elevada do que a dos filtros produzidos com pó de maior granulometria (210-105 µm). As amostras dos filtros fabricados com pó de granulometria correspondente a (210-105 µm) e compactados a 100 MPa, desintegraram-se na solução de ensaio, e portanto o ensaio teve menor duração para estas amostras.

A análise da solução após o término do ensaio, por espectroscopia de absorção atômica, confirmou os dados de perda de massa para as mais altas pressões de compactação utilizadas (300 e 400 MPa). Os resultados da análise de absorção atômica, para os principais elementos dissolvidos (Fe, Cr, Ni e Mo), são mostrados nas figuras 6 e 7. Para pressões de compactação iguais ou inferiores a 200 MPa, a concentração dos elementos dissolvidos foi bem próxima para os filtros fabricados com os pós de granulometria diferente. Desses resultados, pode-se concluir que a diferença observada nos valores de perda de massa, não pode ser explicada por uma maior dissolução dos filtros produzidos com pó de menor granulometria. A diferença nos valores de perda de massa, só poderia portanto ser explicada por um maior destacamento de material, para os filtros produzidos com pó de menor granulometria. Isto pode ser verificado na figura 8.

A granulometria do pó, aparentemente não teve um efeito significativo no comportamento de corrosão dos filtros produzidos utilizando-se uma pressão de compactação de 300 MPa. Isto foi observado tanto pelo ensaio de perda de massa, como pela análise da solução após término do ensaio. Os resultados foram bastante próximos para ambas granulometrias utilizadas, embora a resistência à corrosão tenha sido ligeiramente superior para o filtro fabricado com pó de maior granulometria. Uma influência marcante da granulometria, foi todavia, verificada para a pressão de compactação correspondente a 400 MPa. Nesta pressão de compactação, o pó de menor granulometria teve um efeito prejudicial no comportamento de resistência à corrosão do filtro, enquanto que o filtro produzido com o pó de maior granulometria (210-105  $\mu\text{m}$ ), foi o que apresentou melhor desempenho de corrosão, entre todos os investigados.

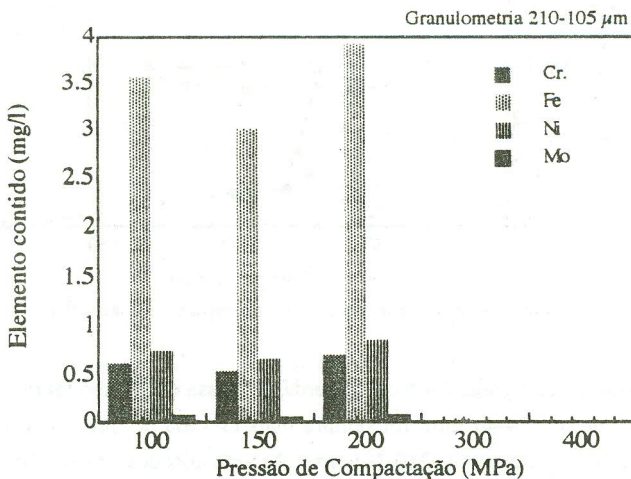


Figura 6 - Resultados da análise da solução, após ensaio dos filtros produzidos com pó de granulometria (210-105  $\mu\text{m}$ ).

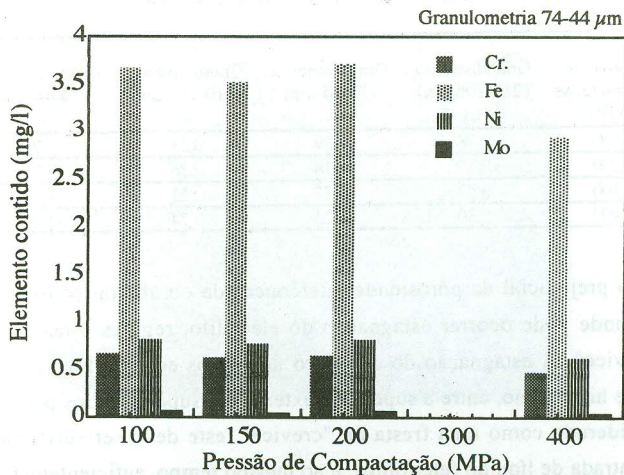


Figura 7 - Resultados da análise da solução, após ensaio dos filtros produzidos com pó de granulometria (74-44  $\mu\text{m}$ ).

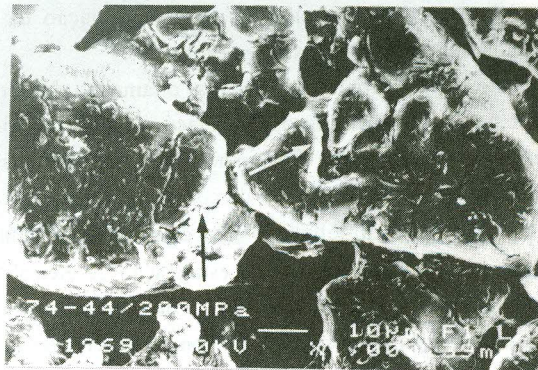


Figura 8 - Micrografia por MEV da superfície do filtro fabricado com pó de granulometria 74-44  $\mu\text{m}$  e compactado a 200 MPa, após término do ensaio.

Uma das causas inicialmente considerada, para as diferenças observadas nos resultados de perda de massa, entre filtros produzidos com os pós de duas granulometrias, foi a porosidade interconectada. A tabela 1 apresenta os dados de porosidade total ( $\epsilon_0$ ) e interconectada ( $\epsilon_i$ ) dos filtros estudados. Observa-se uma pequena diferença nos valores de porosidade interconectada para os filtros produzidos com os pós das duas granulometrias investigadas. Esta pequena diferença todavia, não é suficiente para ser responsável pelas expressivas diferenças observadas nos valores de perda de massa. Isto é confirmado quando a porosidade interconectada é considerada nos valores de perda de massa.

Tabela 1 - Dados de porosidade dos filtros

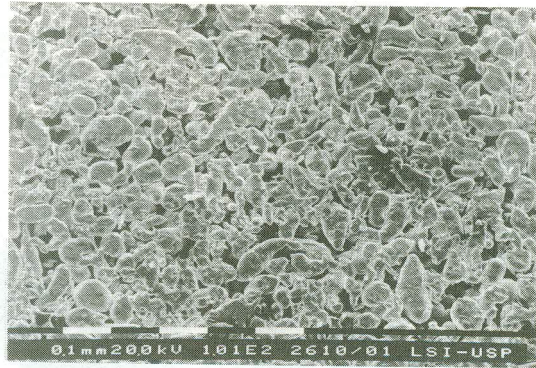
Pressão de compactação (MPa)	Granulometria (210-105 $\mu\text{m}$ ) $\epsilon_0$	Granulometria (74-44 $\mu\text{m}$ ) $\epsilon_0$	Granulometria (210-105 $\mu\text{m}$ ) $\epsilon_1$	Granulometria (74-44 $\mu\text{m}$ ) $\epsilon_1$
100	0,38	0,39	0,33	0,29
200	0,30	0,38	0,26	0,31
300	0,27	0,27	0,23	0,21
400	0,30	0,23	0,24	0,18

O efeito prejudicial da porosidade interconectada ou aberta, consiste em esta atuar como regiões onde pode ocorrer estagnação do eletrólito, regiões estas conhecidas como frestas ou "crevice". A estagnação do eletrólito nos poros causa a formação de células de concentração de hidrogênio, entre a superfície externa e a superfície dos poros<sup>(6)</sup>. Para que o poro seja considerado como uma fresta ou "crevice", este deve ser suficientemente largo, permitindo a entrada de líquido (eletrólito), e ao mesmo tempo, suficientemente estreito para manter o eletrólito estagnado<sup>(7)</sup>. O eletrólito estagnado no poro torna-se progressivamente mais ácido, causando eventualmente a perda da passividade da superfície do poro<sup>(4)</sup>. De acordo com Reen e Hughes<sup>(8)</sup>, grandes diferenças de potencial são geradas entre a pequena superfície anódica do poro e a grande área passiva correspondente à vizinhança do poro. Esta elevada diferença de potencial é responsável pela continuação da corrosão no poro, protegendo a região adjacente, que funciona como cátodo.

Segundo o ponto de vista apresentado acima, o tamanho do poro é outro fator que pode influenciar o comportamento de corrosão dos aços produzidos por metalurgia do pó. Nota-se uma diferença significativa entre o tamanho de poros dos filtros produzidos com os pós de duas granulometrias, para uma pressão de compactação correspondente a 300 MPa, figura 9 (a) e (b). Os poros do filtro fabricado com pó de maior granulometria, são muito largos para terem funcionado como regiões de estagnação de eletrólito, ou seja, frestas. Todavia, estudos adicionais são necessários no sentido de se quantificar o efeito do tamanho médio, bem como da distribuição da porosidade, no comportamento de corrosão dos filtros.

A literatura indica que partículas mais finas são mais difíceis de compactar, e resultam em uma menor resistência, para uma mesma pressão de compactação<sup>(10)</sup>.

Outro fator a ser considerado é a característica da superfície das partículas do pó de partida. O pó de menor granulometria (74-44  $\mu\text{m}$ ) apresentou geometria mais regular, com formato arredondado, e superfície comparativamente mais lisa do que o pó de maior granulometria (210-105  $\mu\text{m}$ ). O formato e a superfície deste último pó, de fato, mostraram-se bastante irregulares (figura 1). A literatura menciona que partículas irregulares resultam em maior resistência do material, devido a um efeito de "enchavetamento" mecânico<sup>(10)</sup>. Partículas esféricas por sua vez não proporcionam resistências aceitáveis, seja do material a verde ou sinterizado. O efeito do tamanho da partícula, segundo esta mesma literatura<sup>(10,11)</sup>, torna-se mais importante quando o formato da partícula torna-se menos regular.



(a)



(b)

Figura 9 - Micrografia por MEV da superfície dos filtros fabricados com pós de granulometria (a) 74-44  $\mu\text{m}$  e (b) 210-105  $\mu\text{m}$ , e compactados a 300 MPa

Outra característica observada no comportamento de corrosão dos filtros estudados, foi o aparecimento de corrosão intergranular. Uma vez que o pó de partida utilizado correspondeu ao aço AISI 316L, o empobrecimento das regiões adjacentes aos contornos de grão, deve ter ocorrido pela precipitação de  $\text{Cr}_2\text{N}$ . A atmosfera de sinterização utilizada consistiu de 75%  $\text{H}_2$ -25%  $\text{N}_2$ , sendo esta realizada a 1250 °C em forno industrial. Estas condições são altamente propensas para causar a sensitização do aço. Corrosão intergranular foi observada nos filtros de aço inoxidável estudados, sendo mais facilmente identificada nos filtros onde a perda de massa e o teor de elementos dissolvido, foram maiores. A figura 10 mostra a superfície do filtro de aço inoxidável, produzido a partir do pó de granulometria (74-44  $\mu\text{m}$ ), e com uma pressão de compactação de 400 MPa, após término do ensaio.



(a)



(b)

Figura 12 - Micrografia por MEV da superfície, após ensaio, dos filtros fabricados com as seguintes condições: (a) (74-44  $\mu\text{m}$ ) e 300 MPa, (b) (210-105  $\mu\text{m}$ ) e 300 MPa.

## CONCLUSÕES

- (1) Entre as duas granulometrias de pó de partida estudadas, o pó de maior granulometria foi associado com melhores características de resistência à corrosão dos filtros sinterizados.
- (2) As causas prováveis do melhor comportamento de corrosão dos filtros produzidos com pó de partida de maior granulometria, podem ter sido: formato e geometria comparativamente mais irregulares, além de tamanho de poros maiores, evitando estagnação de líquido nos poros.
- (3) Corrosão intergranular foi observada para todos os filtros estudados. Esta todavia, foi menos intensa nos filtros que apresentaram maior resistência à corrosão.

A sensitização do aço atua sinergisticamente com a presença de porosidade interconectada, reduzindo a resistência à corrosão dos aços sinterizados<sup>(9)</sup>.

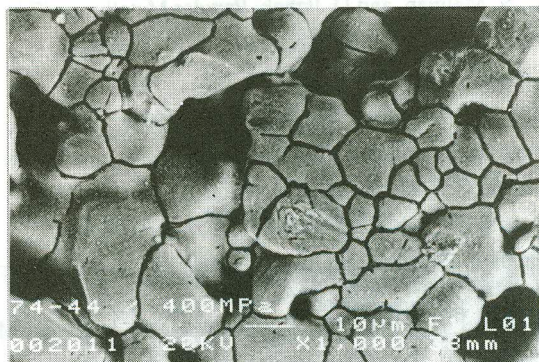


Figura 10 - Micrografia por MEV da superfície do filtro fabricado com pó de granulometria 74-44  $\mu\text{m}$  e compactado a 400 MPa, após ensaio.

Comparando-se os resultados produzidos por todos os filtros estudados, seja os de perda de massa ou análise da solução após ensaio, conclui-se que os filtros com melhores propriedades de resistência à corrosão, corresponderam àqueles com as seguintes condições de fabricação: (1) pressão de compactação de 300 MPa e pó com granulometria (74-44  $\mu\text{m}$ ), (2) pressão de compactação de 300 MPa e pó com granulometria (210-105  $\mu\text{m}$ ), e (3) pressão de compactação de 400 MPa e pó com granulometria (210-105  $\mu\text{m}$ ). Coincidentemente, estes foram os filtros a apresentarem corrosão intergranular menos intensa, conforme ilustram as figuras 11 e 12.

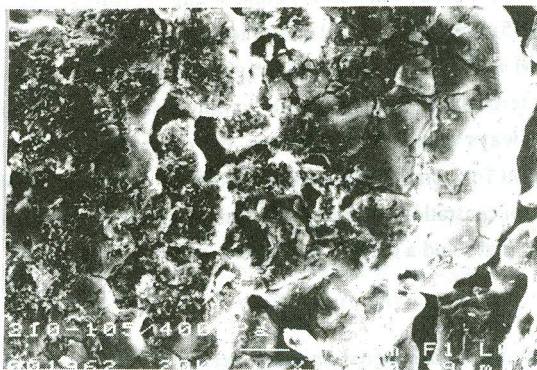


Figura 11 - Micrografia por MEV da superfície do filtro fabricado com pó de granulometria (210-105  $\mu\text{m}$ ), e compactado a 400 MPa, após ensaio.

## REFERÊNCIAS

- (1) MPR, 46 (11), November, 48, (1991)
- (2) P. Peled, S. Harush and D. Itzhak, *Corr. Sci.*, 28 (4), 327, (1988)
- (3) A. Sharon, N. Melman, and D. Itzhak, *Powder Metallurgy* 37 (1), 67, (1994)
- (4) D. Itzhak and E. Aghion, *Corr. Sci.*, 23 (10), 1085, (1983)
- (5) D. Itzhak and E. Aghion, *Corr. Sci.*, 24, 145, (1984)
- (6) P. Peled and D. Itzhak, *Corr. Sci.*, 30 (1), 59, (1990)
- (7) K.H.W. Seah, R. Thampuran, X. Chen and S.H. Teoh, *Corr. Sci.*, 37 (9), 1333, (1995)
- (8) O.W. Reen and G.O. Hughes, *Precis. Metal*, 35, 38, (1977)
- (9) D. Itzhak and S. Harush, *Corr. Sci.*, 25 (10), 883, (1985)
- (10) R.M. German, in *Powder Metallurgy Science*, Ed. Metal Powder Industries Fed., Princeton, New Jersey, 1984, p.132
- (11) M.C. Kostelnik, F.H. Kludt and J.K. Beddow, *Inter. J. Powder Met.*, 4, 19, (1968)

## **Stainless steel filters - The effect of powder particle size on the corrosion resistance**

### **ABSTRACT**

This paper investigates the effect of powder particle size on the corrosion resistance of stainless steel filters produced with various compacting pressures. Two particle size powders were used, (210 - 105)  $\mu\text{m}$  and (74 - 44)  $\mu\text{m}$ . The corrosion behaviour was studied in an acid environment (0.5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) by means of weight loss measurements and solution analysis after the test was terminated. Although the weight loss of filters produced with smaller particle size was always comparatively larger, the content of dissolved elements was not significantly different for compacting pressures inferior to 300 MPa. However, remarkable differences in the concentration of dissolved elements were found for the filters fabricated with the two particle sizes and a compacting pressure of 400 MPa.

**Key-words:** corrosion, filters, sintered stainless steel.