

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA DO FERRO FUNDIDO FC 250 SOB EFEITO DA CORROSÃO EM SOLUÇÃO ÁCIDA¹

Lariane Ferreira Sena²

Rafaela Cunha dos Reis³

Aline Alcamin Monteiro⁴

Paula Luisa Silva⁵

RESUMO: O estudo da prevenção contra a corrosão de metais por ácido fosfórico vem sendo crescente pelo seu grande uso em processos industriais como a produção de fertilizantes e produtos alimentícios. Cerca de 5% do lucro de nações industrializadas são gastos no combate à corrosão. Vários estudos foram realizados para determinação do comportamento corrosivo de ferro fundido em meios ácidos e básicos, mas a resistência à corrosão em ácido fosfórico não foi ainda muito estudada. O presente trabalho procurou analisar os efeitos do ácido fosfórico (H_3PO_4) na corrosão do ferro fundido FC 250, na sua estrutura e propriedades, utilizando análises de perda mássica e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os estudos foram realizados após imersão das amostras do material em soluções do ácido com concentrações de 1, 2 e 3%, durante 86.400 s e 424.800 s, à temperatura ambiente e em solução com teor de 3% a 323,15 K e 373,15 K, durante 21.600 s e 43.200 s. As maiores perdas foram encontradas na porcentagem de 3%, em temperaturas maiores e menor tempo de imersão. O H_3PO_4 caracteriza o estado de oxidação no ferro fundido cinzento podendo comprometer sua estrutura e propriedades. A maior porcentagem do ácido acarreta em

¹ Trabalho publicado como capítulo do *e-book* Impactos das tecnologias nas engenharias 4 [recurso eletrônico] /Organizadores Franciele Bonatto, Henrique Ajuz Holzmann, João Dallamuta. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. – (Impactos das Tecnologias nas Engenharias; v. 4). DOI 10.22533/at.ed.947191503.

² Engenheira Mecânica graduada pelo Centro Universitário de Anápolis – UniEvangélica. Email: larianesena@hotmail.com

³ Engenheira Mecânica graduada pelo Centro Universitário de Anápolis – UniEvangélica. Email: rafaelaeng.05@gmail.com

⁴ Doutora em Ciência e Engenharia dos Materiais (UNESP). Professora pesquisadora da UEG/CCET. Email: alinealcamin@yahoo.com.br

⁵ Universidade De Trás-os-montes e Alto Douro, Vila Real - Portugal / INEGI - Instituto de Ciência e Inovação em Engenharia Mecânica e Engenharia Industrial, Campus da FEUP, Porto, Portugal. Email: plsilva@utad.pt

maiores perdas mássicas, a temperatura reage de forma análoga e em tempos maiores de duração a perda se sustém.

PALAVRAS-CHAVE: Corrosão; Ácido Fosfórico; Ferro Fundido; Imersão; MEV.

ABSTRACT: The study of the prevention against corrosion of metals by phosphoric acid has been increasing due to its great use in industrial processes such as the production of fertilizers and food products. About 5% of the profits of industrialized nations are spent in the fight against corrosion. Several studies have been carried out to determine the corrosive behavior of cast iron in acidic and basic media, but the resistance to corrosion in phosphoric acid has not yet been studied. The present work analyses the effects of phosphoric acid (H_3PO_4) on the corrosion of FC 250 cast iron, in its structure and properties, using mass loss analysis and scanning electron microscopy (SEM). The studies were performed after samples immersion in acid solutions with concentrations of 1, 2 and 3% of content for 86,400 and 424,800 s at room temperature and in a solution of 3% by 323,15 K and 373,15 K, for 21,600 and 43,200 s. The highest losses were found in the percentage of 3%, at higher temperatures and lower immersion time. H_3PO_4 characterizes the oxidation state in gray cast iron, which can compromise its structure and properties. The higher percentage of the acid causes greater mass losses, the temperature reacts in an analogous way and in longer times the loss is sustained

KEYWORDS: Corrosion; Phosphoric acid; Cast Iron; Immersion; SEM.

1. INTRODUÇÃO

Muitos materiais metálicos são utilizados em diversas atividades humanas e são expostos a diferentes modos de corrosão por estarem em contato com diferentes ambientes e meios corrosivos (YARO, KHADOM, WAEL, 2013). Aproximadamente 5% do lucro de uma nação industrializada é empregado na prevenção e manutenção, ou substituição, de componentes perdidos ou contaminados pela corrosão. Assim, surge a necessidade de estudar o comportamento de ligas metálicas sobre o efeito da corrosão tentando reduzi-la ou mesmo elimina-la (OGUNDARE, 2012).

O termo ferro fundido abrange uma grande família de ligas ferrosas. Compreende ligas de ferro, que contêm mais de 2% de carbono e 1% ou mais de silício (HALEEM, JABAR, MOHAMMED, 2012). Estes materiais complexos possuem fases estáveis e metaestáveis, com elementos em solução que influenciam o grau de estabilidade e as propriedades desejadas obtidas através de outras ligas (HALEEM, JABAR, MOHAMMED, 2012; SHERIF, ABDO, ALMAJID, 2015). A popularidade do ferro fundido ocorre devido à capacidade de obtenção de formas complexas, a custos relativamente baixos e uma gama de propriedades que podem ser controladas quer pela sua composição quer pela taxa de resfriamento (HALEEM, JABAR, MOHAMMED, 2012).

O ferro fundido, após sua fabricação, forma uma película de proteção sobre a superfície que, inicialmente, se torna mais resistente à corrosão do que o ferro forjado ou aço macio (SHERIF, ABDO, ALMAJID, 2015). Essa propriedade também é devida aos elementos de liga, que desempenham um importante papel na sensibilidade do ferro fundido, tendo o silício como fator imprescindível, que em porcentagens maiores aumenta a resistência à corrosão (HALEEM, JABAR, MOHAMMED, 2012; SHERIF, ABDO, ALMAJID, 2015).

Considerando a microestrutura, a maior parte do carbono no ferro fundido cinzento encontra-se na forma de uma rede contínua de plaquetas de grafite em flocos, que estão dispersos na matriz de metal, podendo esta matriz ser ferrítica ou perlítica, dependendo do tratamento e variação da composição (CALLISTER, 2002). A matriz é o principal fator responsável por controlar as propriedades mecânicas e também pela sua relativa fragilidade e falta de ductilidade (OLAWALE et al, 2013).

Os grandes motivos para o estudo contra a corrosão em metais, e principalmente no ferro fundido, são que dentre uma gama de ácidos, o ácido fosfórico se destaca por ser amplamente empregado em processos industriais como, a produção de fertilizantes e produtos alimentícios (DEEPA, PADMALATHA, SATIVUM, 2013), na limpeza e polimento do alumínio e também de outros materiais ferrosos, e em decapagens delicadas onde a ferrugem deve ser evitada (DEEPA, PADMALATHA, SATIVUM, 2013; 2014).

A bibliografia sobre a corrosão em materiais metálicos utilizando o ácido fosfórico é escassa. Deepa e Padmalatha (DEEPA, PADMALATHA, 2014). Verificaram a taxa de corrosão no alumínio 6063, em soluções de ácido fosfórico e hidróxido de sódio, obtendo corrosão em ambos os meios. O aumento da taxa de corrosão foi maior com o acréscimo de

v. 8 n. 1 (2019): REVISTA ANÁPOLIS DIGITAL - ISSN 2178-0722

concentração dos meios e com a elevação da temperatura (DEEPA, PADMALATHA, 2014; KRUIZENGA, GILL, 2013). A corrosão no alumínio foi mais severa com hidróxido de sódio do que com ácido fosfórico (DEEPA, PADMALATHA, 2014).

Estudos utilizando aço ao carbono em solução de 1 Mol de H_3PO_4 com várias concentrações de inibidor, em distintas temperaturas, investigado através de medições de perda de peso, mostraram que para este também a taxa de corrosão, em solução de ácido fosfórico, duplica aproximadamente a cada 283,15 K de temperatura (YARO, KHADOM, WAEL, 2013). Em outro experimento, com o aço de baixa liga e o aço inoxidável martensítico, que foram colocados em água destilada a 293,15 e 363,15 K, com carga de 1 Hz e ao ar livre, observou-se que ambientes aquosos a altas temperaturas provocam o aparecimento de trincas devido a corrosão pela destruição do filme passivo e pela região anódica, podendo levar turbinas de geração de vapor à fadiga (ELMAY, 2015).

Resultados análogos são encontrados ao analisar a corrosão do ferro fundido. Testes realizados com ferro sendo livremente gaseificado em água do mar estagnada, mostraram que o material apresentava maior desgaste com o aumento do tempo de imersão, de dois para dez dias, e medições feitas após 3.600 s e 86.400 s, demonstraram que o aumento do tempo de imersão diminuiu a corrosão do ferro fundido em consequência da diminuição dos seus catodos, anodos e das correntes e taxas de corrosão (SHERIF, ABDO, ALMAJID, 2015). Então, à medida que se aumenta a polarização observa-se uma espessa película de óxidos de ferro sobre a superfície, melhorando a resistência e diminuindo a sua dissolução (SHERIF, ABDO, ALMAJID, 2015; OGUNDARE, 2012).

O ferro fundido dúctil exposto em ar condicionado, água salobra e meio alcalino, reforça o fato de que a corrosão diminui com o aumento do tempo em exposição a esses meios (OLAWALE et al, 2013; UKOBA, OKE, IBEGBULAM, 2012). Uma taxa acentuada foi verificada nos primeiros meses, do total de seis, em todos os ambientes, sendo a maior encontrada na solução de NaCl, seguida pelo meio exterior (UKOBA, OKE, IBEGBULAM, 2012).

O presente trabalho teve como objetivos analisar até que ponto o ácido fosfórico pode comprometer a estrutura e as propriedades do ferro fundido, verificando tais fatores a partir da variação de tempo, temperatura e concentração de solução.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Os corpos de prova (CPs) foram obtidos a partir de uma chapa de ferro fundido cinzento (FC-250), com dimensões de 0,02 x 0,05 m e espessura de 0,0048 m, em formato retangular, conforme a norma ASTM G31.16997. Foram utilizados 36 CPs para os devidos ensaios. O material utilizado possui composição conforme Tabela 1 por meio de laudo técnico fornecido pela empresa de fundição.

A preparação do corpo de prova foi feita inicialmente com a remoção de uma pequena camada superficial de material retirando também impurezas, assim como as extremidades aparadas, utilizando uma polidora e uma lixa 300. Após preparação, a imersão foi feita de imediato para evitar a oxidação do material.

As soluções foram obtidas utilizando, ácido fosfórico e água destilada nas concentrações de 1, 2 e 3%, respectivamente, dispostos em béqueres individuais para cada CP. Na primeira fase dos testes as amostras foram imersas em meio corrosivo dentro de béqueres de 50 ml, três amostras para cada porcentagem da solução durante 86.400 s e 424.800 s (24 e 118 horas, respectivamente) a uma temperatura de 298,15 K, considerada como temperatura ambiente.

Para o segundo teste, utilizaram-se placas térmicas agitadoras da marca FSATOM, modelo 752A para elevar a temperatura da solução de 3% de teor, com os CPs imersos a 323,15 K e 373,15 K, durante 21.600 s e 43.200 s. Após imersão os mesmos foram lavados e secos para remoção do produto da corrosão.

A avaliação da corrosão foi feita através da pesagem, antes e depois, da imersão através de balança da marca SHIMADZU, modelo AU220 e precisão de 0,1 mg. O ataque na superfície foi observado por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizando um equipamento da marca Hitachi, modelo TMBOBOPlus.

Tabela 1 - Composição química do ferro fundido cinzento, segundo laudo técnico.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Mg
3,29	2,01	0,72	0,073	0,041	0,13	0,010	0,028	0,51	---

Fonte - ARAUJO, 2017.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O estudo dos produtos de corrosão obtidos pode fornecer informações indispensáveis sobre o mecanismo de corrosão e também dos produtos formados sobre os CPs (MOHEBBI, 2011). Os resultados obtidos nos ensaios de imersão reforçam os estudos anteriores em que com uma concentração mais elevada, aumenta a taxa de corrosão, como ocorreu no alumínio 6063 em soluções de ácido fosfórico e hidróxido de sódio (KRUIZENGA, GILL, 2013). Observou-se que quanto maior o tempo de duração do teste, menor a taxa, tornando o material mais resistente. Isso se deve ao estado de passivação, devido à formação de um fino filme de óxido que se forma na superfície do ferro fundido ou por um estado oxidado (KRUIZENGA, GILL, 2013). Verificou-se também o fato da liberação de oxigênio, íons ou moléculas que são adsorvidas bloqueando o contato do meio corrosivo com o material (KRUIZENGA, GILL, 2013). Para o ferro fundido livremente gaseificado em água do mar estagnada, o desgaste se mostra maior com o aumento do tempo em imersão, mas ocorre a diminuição da corrosão pela criação da camada de óxido (SHERIF, ABDO, ALMAJID, 2015). A porcentagem de 1% (demonstrada na Figura 1) representa essa diminuição da perda mássica com o aumento do tempo e fica evidente a capacidade do ferro para a formação do filme de proteção em meios amenos, em que não se consegue desobstruir a camada. A Figura 1 remete aos valores encontrados para as três porcentagens do ácido em temperatura ambiente durante 86.400 e 424.800 segundos.

O aumento da temperatura interfere na taxa de corrosão principalmente na porcentagem de 3% em, que se obtiveram maiores valores de perda mássica para 373,15 K e duração de 21.600 s, novamente em menor tempo, como mostra a Figura 2. Kruizenga [9] relatou que a cada 283,15 K a taxa de corrosão duplicava para ambas as soluções.

Para a concentração de 3% do ácido ocorreram as maiores perdas mássicas, e o aumento da temperatura de 323,15 K e 373,15 K influenciou a oxidação do metal. Já para os CPs em 298,15 K a maior permanência dos ensaios (424.800 segundos) resultou em menores taxas de corrosão (Figura 3).

Figura 1 - Valores de perda mássica por tempo de imersão a temperatura ambiente para as varias diluições testadas.

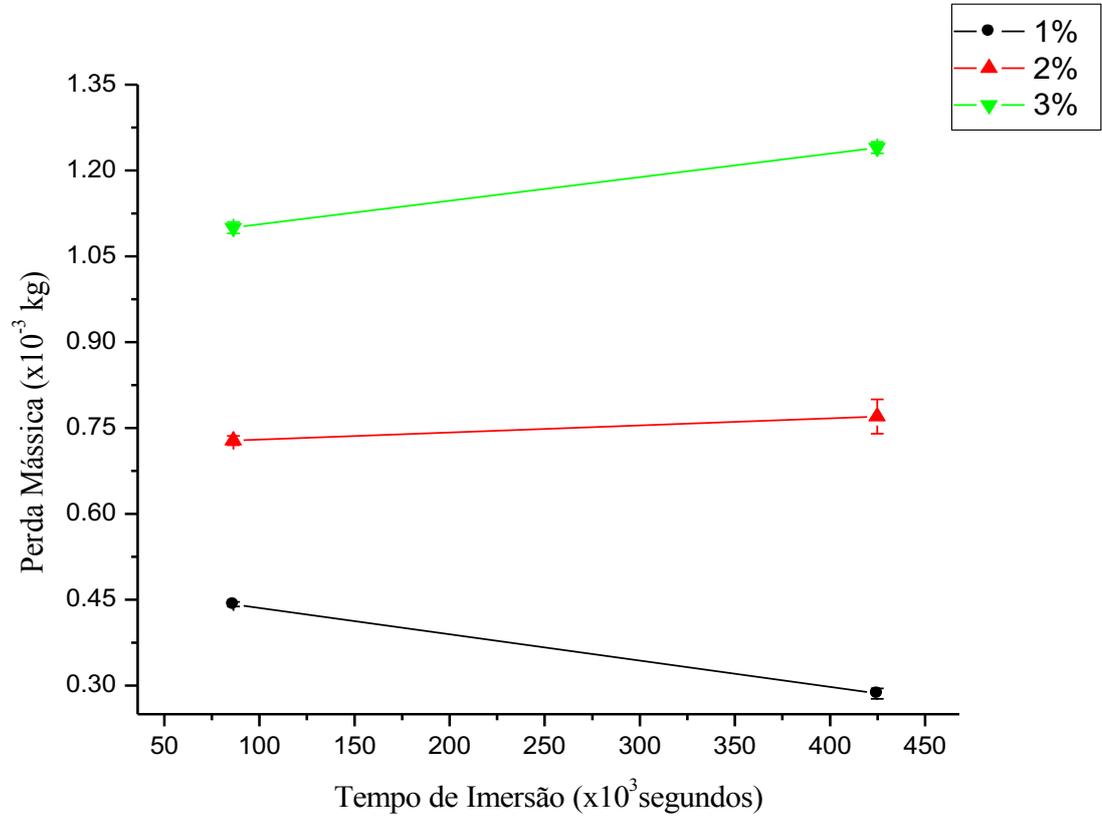


Figura 2 - Valores de perda mássica em 3% de ácido para temperatura variada em dois tempos de duração.

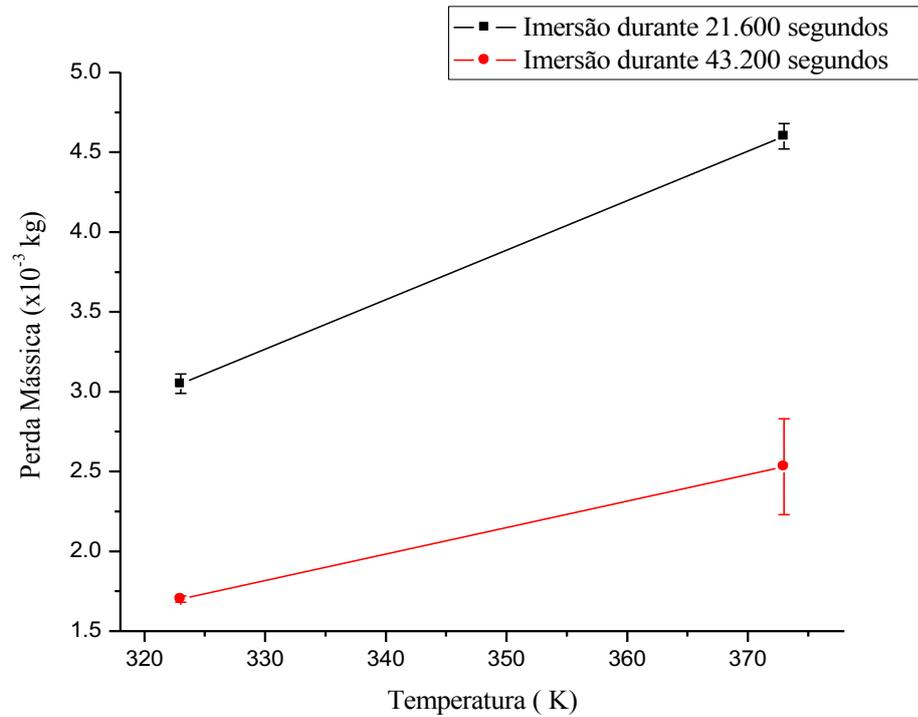
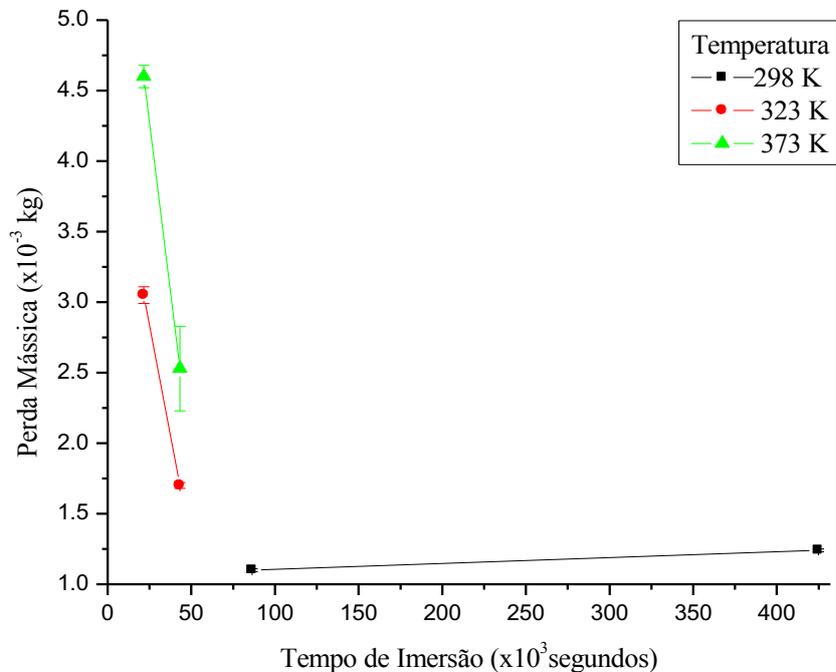
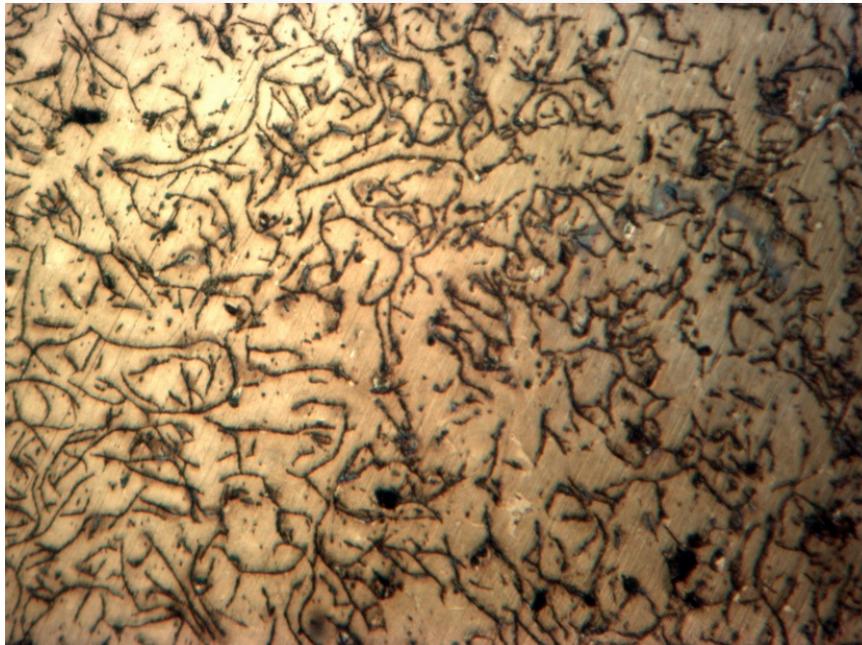


Figura 3 - Perda mássica por tempo de imersão para variadas temperaturas em porcentagem de 3% de ácido.



Costa (2015) comparou a resistência à corrosão em ferros fundidos com microestruturas distintas, uma perlítica e outra bainítica, ambos em solução que simulava o condensado obtido através dos gases de combustão. Pôde-se observar que a microestrutura do ferro é um importante fator para determinar a taxa de corrosão. Apesar de nenhum material ser isento de corrosão no meio de ensaio, a microestrutura perlítica exibe menor formação de produtos de corrosão do que o material bainítico. Este resultado se deve à fase eutética fosforosa na microestrutura perlítica, que possui uma enorme resistência ao ataque da solução e mantem-se na superfície juntamente com os produtos de corrosão da matriz (COSTA, 2016). Assim, foi possível identificar por meio de Microscópio óptico, a estrutura do ferro utilizado nos ensaios, como matriz perlítica e a existência da fase eutética fosforosa (Figura 4).

Figura 4 - Imagem por Microscópio Óptico da estrutura do Ferro Fundido Cinzento com matriz perlítica, após ataque químico com Nital 2% (ampliação 100x).



Nas observações em MEV a corrosão ocorre de forma mais acentuada na região da matriz, a parte mais clara se mostra diminuindo, surgem outras fases em branco e cinza escuro, e o acentuado contorno dos grãos ao redor das fases de acordo com o aumento da concentração da solução (Figura 5). A corrosão então acontece do tipo intergranular, o que acarreta perda das propriedades mecânicas, levando a fraturas quando solicitado a esforços mecânicos, chamada de corrosão sob tensão fraturante (GENTIL, 1996).

A grafitação se explica como um ataque rigoroso da matriz, região anódica, enquanto a região catódica inerte e ótima condutora de elétrons se encontra na grafita, a propiciar o desenvolvimento de pilhas galvânicas eficazes. Este mecanismo destrutivo causa a oxidação do ferro que vai para a solução de acordo com a reação 1 (GENTIL, 1996).

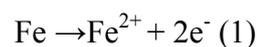
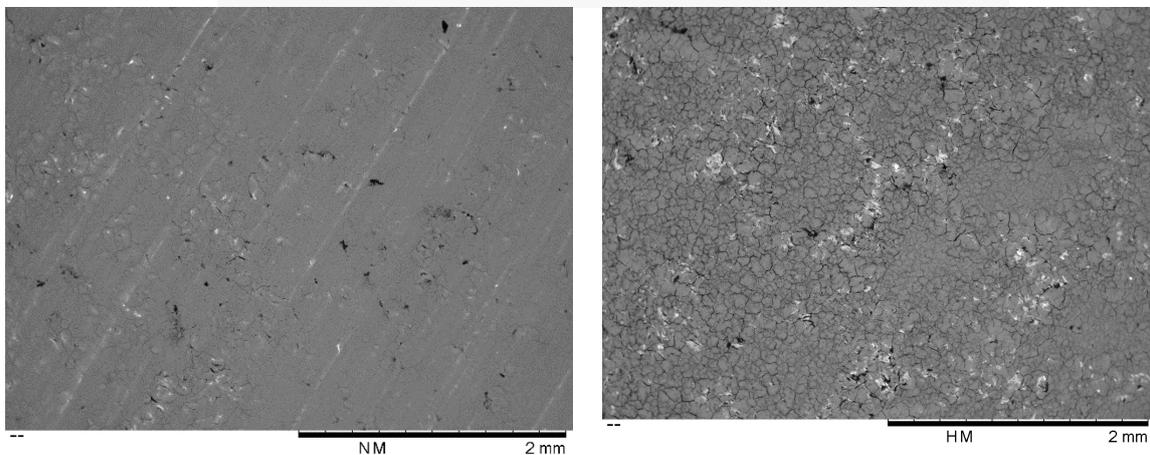
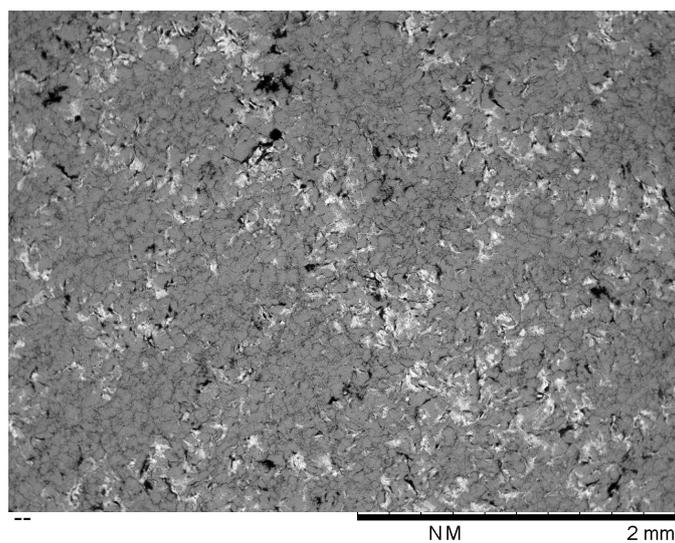


Figura 5 - Imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície das amostras de Ferro Fundido Cinzento após ensaio de imersão em ácido fosfórico, á 298,15 K, num período de 86.400 s (A) 1%, (B) 2% e (C) 3%.



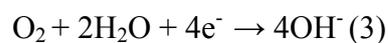
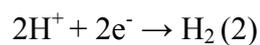
(a)

(b)



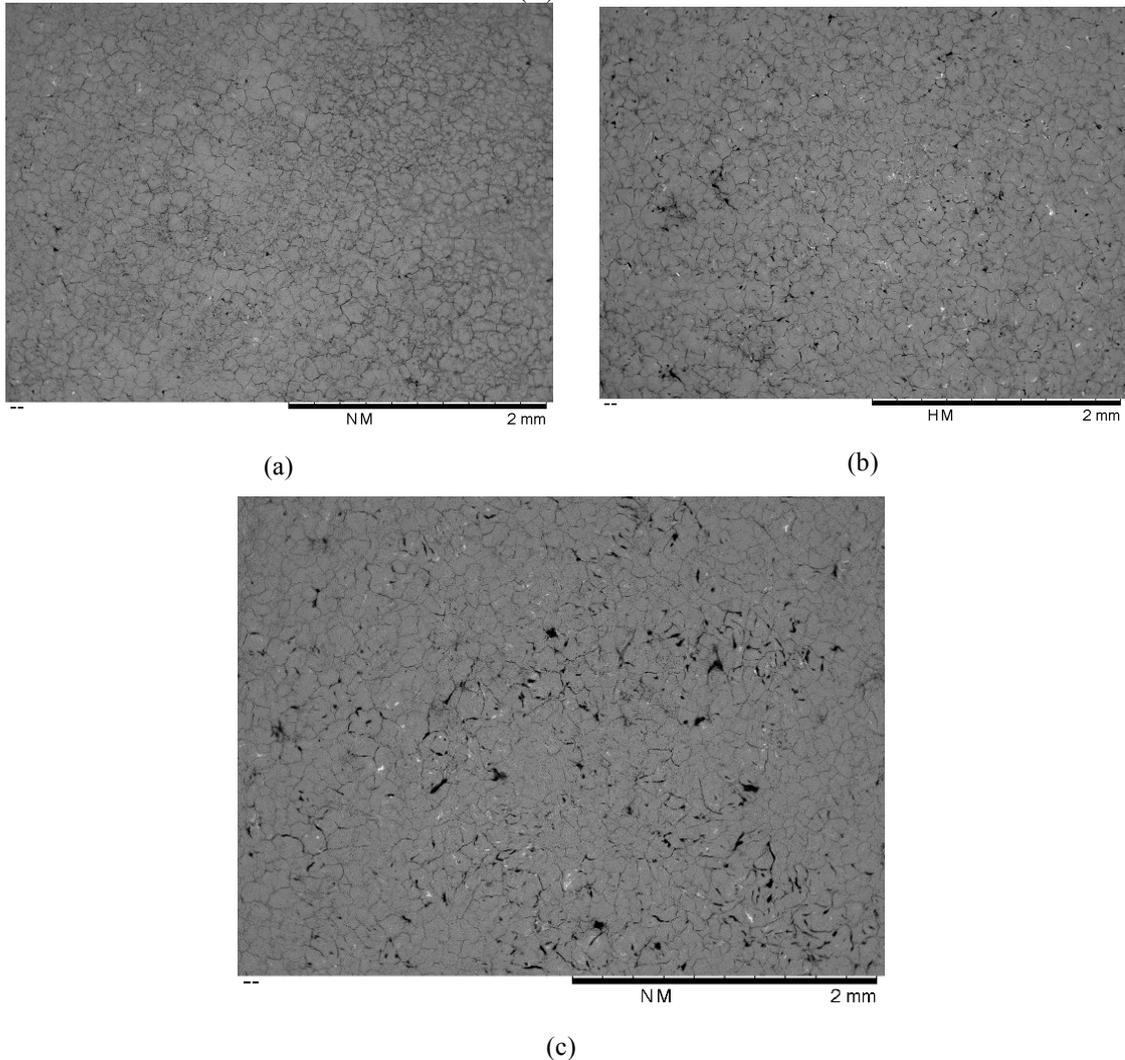
(c)

Na região da grafita, o surgimento de hidrogênio e atenuação do oxigênio são as principais reações, em ácidos e neutros aerados, na zona catódica, apontados nas reações 2 e 3 [16].



Na Figura 6 a corrosão foi de menor grau devido a passivação do ferro em uma escala maior de tempo em imersão, não sendo possível a visualização tão clara das outras fases em comparação a Figura 5.

Figura 6 - Imagens por Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície das amostras de Ferro Fundido Cinzento após ensaio de imersão em ácido fosfórico, á 298,15 K, num período de 424.800 s. (A) 1%, (B) 2% e (C) 3%.



Com o aumento da temperatura a oxidação se mostra mais avançada e em tempos mais curtos, conforme Figura 7. Nestes casos o período maior de 21.600 para 43.200 segundos também favorece o processo (Figura 7 e 8).

Figura 7 - Imagens por MEV da superfície das amostras de Ferro Fundido Cinzento após ensaio de imersão em ácido fosfórico 3%, num período de 21.600s. (A) 323,15K e (B) 373,15K.

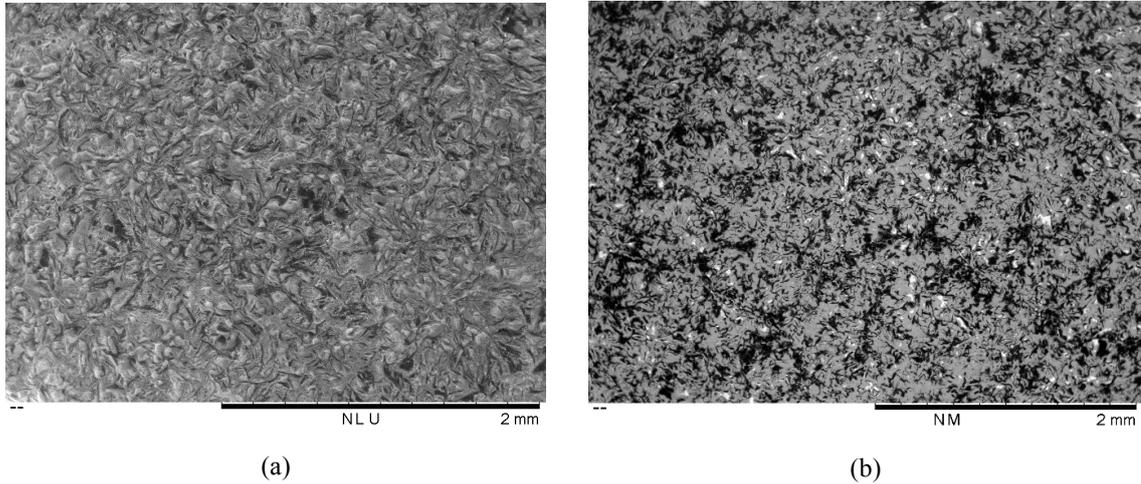
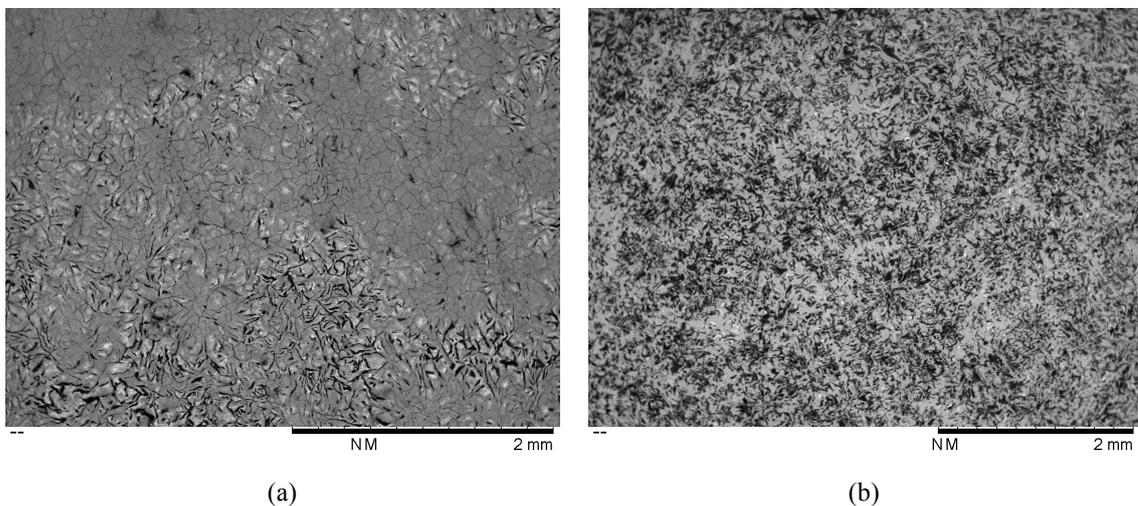


Figura 8 - Imagens por Microscopia de Varredura Eletrônica da superfície das amostras de Ferro Fundido Cinzento após ensaio de imersão em ácido fosfórico 3%, num período de 43.200 s. (A) 323,15 K e (B) 373,15 K.



4. CONCLUSÃO

O presente trabalho indicou que o Ferro Fundido FC-250 ao ser submetido a testes de imersão em H_3PO_4 tem sua estrutura comprometida. Tal fenômeno foi identificado pelo fato da corrosão em sua superfície ser do tipo intergranular, o que acarreta perda das propriedades mecânicas e pode ser chamado de corrosão sobre tensão fraturante. A maior porcentagem do

ácido acarreta em maiores perdas mássicas, a temperatura reage de forma análoga e em tempos maiores de duração a perda se sustém.

A concentração da solução, temperatura e o tempo de duração são fatores de suma importância em estudos relativos à corrosão. Ao analisar um numero relevante de bibliografias em materiais metálicos sobre condições semelhantes, não foram observadas variações muito distantes dos resultados obtidos.

5. REFERÊNCIAS

COSTA, S. M. C. **Resistência À Corrosão De Ligas De Ferros Fundidos Perlítico e Bainítico Em Uma Solução Sintética De Condensado A Partir Dos Gases De Combustão.** Tecnol. Metal Mater Miner. São Paulo, v.12, n.1, p.20-28, 2015.

CALLISTER, W. Jr. **Ciência e engenharia dos materiais: Uma introdução.** 5º Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.

DEEPA, P.; PADMALATHA, R. **Corrosion behaviour of 6063 aluminium alloy in acidic and in alkaline media.** Arabian Journal of Chemistry. Karnataka, v. 10, p. 2234-2244, 2014.

DEEPA, P; PADMALATHA, R. SATIVUM L. **A novel green inhibitor for the corrosion inhibition of aluminium in 1.0 M phosphoric acid solution.** Journal of Environmental Chemical Engineering, v. 1 n. 1, p. 676-683, 2013.

EL MAY, M. et al. **Effect of corrosion on the low-cycle fatigue strength of steels used in frequent start-up power generation steam turbine.** Procedia Engineering, v. 133, n. 133, p. 528 – 534, 2015.

FERREIRA, P. O. B.; LIMA, A. F.; DANTAS, S.C. **Estudo da corrosão ácida de ferro fundido cinzento e aço visando a produção de hidrogênio.** XI Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica. Unicamp, Campinas, São Paulo, 2015.

GENTIL, V. **Corrosão.** 3º Edição, Rio de Janeiro: LTC, 1996.

HALEEM, A. H.; JABAR, F.; MOHAMMED, N. **Corrosion Behavior of Cast Iron in Different Aqueous Salt Solutions.** 2013.

KRUIZENGA, A.; GILL, D. **Corrosion of iron stainless steels in molten nitrate salt.** Energy Procedia, Dusseldorf, v. 49, n. 49, p. 878 – 887, 2014.

MOHEBBI, H.; Li, C. Q. **Experimental Investigation on Corrosion of Cast Iron Pipes.** International Journal of Corrosion, p. 17, 2011.



NACE TM0169/G31 – 12a. (**Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals1**).

OGUNDARE, O. et al. **Comparative Study of Corrosion Sensitivity of Selected Ferrous Metals in Crude Oil**. Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering, v. 11, n.6, p. 559-568, 2012.

OLAWALE, J., O. et al. **Evaluation of Corrosion Behaviour of Grey Cast Iron and Low Alloy Steel in Cocoa Liquor and Well Water**. Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, v. 1, n.1, p. 44 – 48, 2013.

SHERIF, E. M.; ABDO, H. S.; ALMAJID, A. A. **Corrosion Behavior of Cast Iron in Freely Aerated Stagnant Arabian Gulf Seawater**. Materials, Basel, v.8, p. 2127-2138, 2015.

UKOBA, O.K, OKE, P.K, IBEBULAM, M.C. **Corrosion Behaviour of Ductile Iron in Different Environment**. International Journal of Science and Technology, v.2 n.9, 2012.

YARO, A., S.; KHADOM, A., A.; WAEL R., K. **Apricot juice as green corrosion inhibitor of mild steel in phosphoric acid**. Alexandria Engineering Journal, v.52, p. 129-135, 2013.