

CARACTERIZAÇÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO VISANDO SUA UTILIZAÇÃO COMO SUBSTRATO PARA FILMES FINOS ¹

Luis Augusto Hernandez Terrones ²
Laura Paes Sales Fagundes ²

Resumo

Os aços inoxidáveis ferríticos vêm sendo utilizados como substratos para a deposição de filmes finos para aplicação em células a combustível de óxido sólido. A deposição se realiza a 250°C e seguido de um recozimento acima de 700°C. Estuda-se a estabilidade estrutural de um aço inoxidável ferrítico tipo 444. Foram selecionadas três amostras, como recebido e tratadas nas temperaturas de 250° e 850°C durante 2 horas e as técnicas utilizadas foram microscopia e difração de raios-x. A microestrutura das amostras tratadas termicamente não apresentam mudanças em relação ao material como recebido, indicando uma boa estabilidade microestrutural. Nos difratogramas de raios-x nas três amostras foram identificados picos correspondentes à ferrita indicando também uma boa estabilidade das fases. A estabilidade estrutural observada neste aço, mantendo sempre uma microestrutura monofásica α nas condições de processamento do filme indica que pode ser utilizado como substrato.

Palavras-chave: Aço inoxidável ferrítico; Filmes finos; Microestrutura; Substrato.

CHARACTERIZATION OF A FERRITIC STAINLESS STEEL TO BE USED LIKE SUPPORT OF THIN FILMS

Abstract

Ferritic stainless steel are used like supports for thin film and further applications in solid oxide fuel cell. During the process these film are deposited at 250° and annealing at 700°C. Was studied the stability of the structure of a ferritic stainless steel type 444. Were selected 3 samples, as received and heated at 250 and 850°C during 2 hours. The analyses were by microscopy and x-ray diffraction. The microstructure of the material heat-treated did not differ greatly from the material as received. This indicates a good micro structural stability. In the pattern diffractions of the 3 samples only were identified peaks corresponding to ferrite, indicating a good stability of the phases too. The good structural stability observed in the processing conditions of the film indicate that it can be used like supports.

Key words: Ferritic stainless steel; Thin films; Microstructure; Support.

¹ Contribuição técnica ao 62° Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

² Universidade Estadual Norte Fluminense - LAMAV. Av. Alberto Lamego nº2000 CEP: 28013-600 – Campos dos Goytacazes – RJ – Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis apresentam excelentes propriedades de resistência em meios corrosivos e também uma boa resistência mecânica. Isto devido à presença principalmente de cromo, que forma uma camada protetora na superfície, e de outros elementos de liga, que aumentam a resistência mecânica. O campo de aplicação dos aços inoxidáveis é muito amplo, mas destaca-se sua utilização nas indústrias química, de alimentos e de petróleo.

De acordo com a sua microestrutura os aços inoxidáveis podem ser martensíticos, ferríticos, austeníticos e duplex (ferrítico/austenítico).^[1,2] Nos últimos anos os aços inoxidáveis ferríticos vem sendo utilizados como suporte para deposição de filmes finos de cromita de lantânio, resultando numa camada protetora sobre o metal.^[3] Também nesta mesma área de suportes metálicos, os aços ferríticos vêm substituindo alguns componentes cerâmicos, isto porque o coeficiente de expansão térmica dos aços ferríticos é muito próximo ao de alguns materiais cerâmicos utilizados nestas técnicas.^[4,5]

Foi encontrado que filmes finos de cromita de lantânio depositados sobre aço inoxidável ferrítico podem atuar como uma camada protetora para diminuir problemas de volatilização do cromo e melhorar a utilização da ligação metálica em células a combustível de óxidos de sólidos que trabalham a temperaturas intermediárias.^[6]

No caso da cromita de lantânio quando se realiza a deposição do filme, este tem um caráter amorfo o qual mediante um processo de recozimento se transforma na estrutura da peroskita a partir de 700°C. Espera-se também que nesta faixa de temperatura possa ocorrer alguma mudança na estrutura do material de suporte, neste caso o aço ferrítico.

O objetivo do presente trabalho é avaliar as possíveis mudanças microestruturais que possam ocorrer num aço utilizado como substrato de filmes finos como consequência das diferentes temperaturas utilizadas no processo. O aço inoxidável utilizado é um aço ferrítico tipo 444, com uma porcentagem nominal de cromo de 20%. As temperaturas escolhidas são a temperatura ambiente, ou seja, o material como recebido, 250°C que é a temperatura de deposição do filme, e 850°C que corresponde à temperatura de recozimento. As técnicas utilizadas para esta avaliação são microscopia ótica e difração de raios-X.

Os aços inoxidáveis ferríticos apresentam uma microestrutura monofásica α (Fe CCC) na qual o cromo encontra-se em solução sólida no ferro. Os elementos como carbono e nitrogênio que também estão presentes nestes aços encontram-se principalmente formando carbonetos e nitretos de cromo. O cromo é um elemento que estabiliza a ferrita (alfagênico) e a melhor porcentagem deste elemento que garante uma microestrutura totalmente ferrítica compensando inclusive o efeito dos elementos gamagênicos (C e N) é ao redor de 20%.

Os aços ferríticos chamados de estabilizados são aqueles que contém pequenas adições de Nb e/ou Ti, com isto formam-se carbonetos e nitretos destes elementos, diminuindo a quantidade de carbonetos e carbeto de Cr. Isto possibilita que os aços estabilizados mantenham a microestrutura ferrítica a qualquer temperatura.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material

O material utilizado foi um aço inoxidável ferrítico tipo 444 fornecido na forma de chapa de 1 mm de espessura com a composição química nominal dada na tabela a seguir.

Tabela 1. Composição química do aço ferrítico 444.

C%	Mn%	Si%	Cr%	Ni%	P%	S%	Outros
0,025	1,00	1,00	17,5 – 19,5	1,00	0,04	0,03	0,8 máx (Ti + Nb)

2.2 Tratamento Térmico

Do material como recebido foram retiradas amostras e foram realizados tratamentos térmicos num forno tubular a vácuo nas temperaturas de 250 e 850°C durante 2h que correspondem as temperaturas de deposição do filme e de recozimento respectivamente.

2.3 Preparação Metalográfica

A preparação metalográfica das amostras foi feita da seguinte maneira: após o corte da amostra, foi realizado o lixamento, no qual foram utilizadas lixas de 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh até obter um acabamento de boa qualidade. Em seguida foi realizado o polimento mecânico de modo semi-automático na politriz STRUERS com pó de alumina (Al_2O_3) com granulometria de 1 μm , $\frac{1}{4}$ μm e finalmente 1/10 μm . O ataque eletrolítico foi feito com uma solução preparada dissolvendo 45g de hidróxido de potássio (KOH) em 60ml de água destilada. Esta solução é agitada até a completa dissolução dos cristais. O ataque foi realizado com uma voltagem de 3V durante 40 segundos.

2.4 Técnica Fotográfica

O exame metalográfico foi realizado através do microscópio NEOPHOT – 32, utilizando-se os aumentos de 200 e 500x e o método de observação interferência diferencial.

2.5 Difração de Raios-X

As amostras para raios-x foram cortadas com dimensões 1x4 cm. Estas foram lixadas e lavadas para evitar a presença de elementos contaminantes. A difração de raios-x foi realizada num difratômetro SHEIFERT modelo URD65 operando com radiação de Co e ângulo de varredura entre 20 e 110° localizado no CCT/UENF.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Microscopia

A microestrutura do aço inoxidável ferrítico 444 na condição como recebido é apresentada na micrografia da Figura 1. Pode-se observar que consiste de uma microestrutura monofásica ferrítica α .

Na micrografia da Figura 2 apresenta-se a microestrutura do material tratado a 250° (a) e a 850° (b) durante 2 horas. Não foram observadas mudanças no aspecto geral da microestrutura do material como consequência destes tratamentos térmicos.

Esta estabilidade microestrutural nestes níveis de temperatura é importante quando se utilizam estes aços ferríticos como suporte para deposição de filmes.

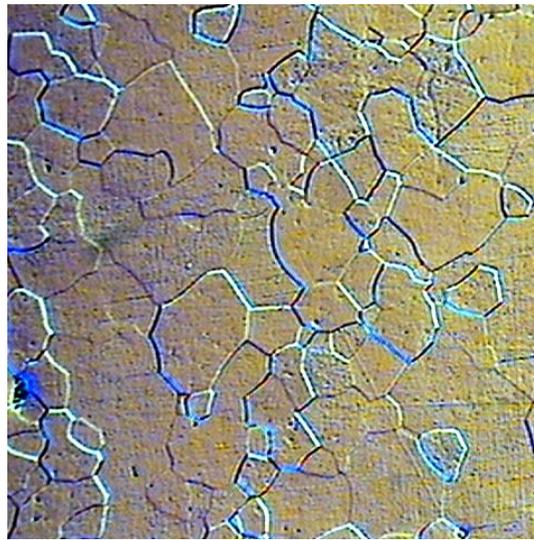
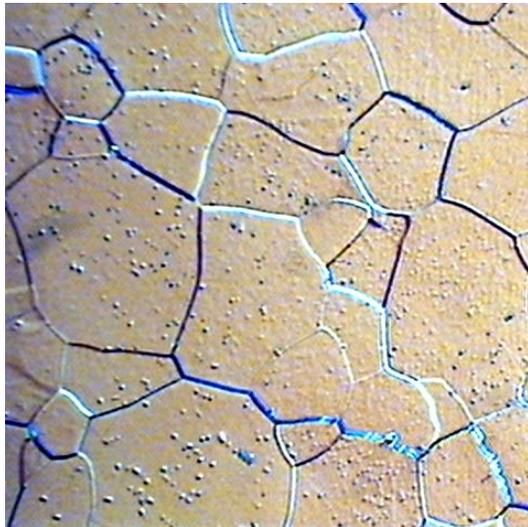
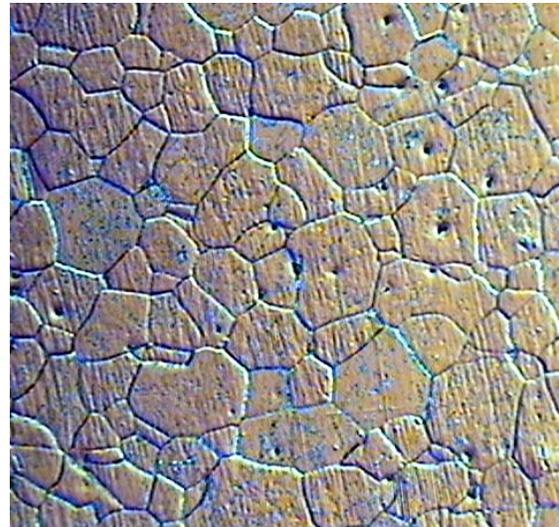


Figura 1. Material como recebido – aumento 200x interferência diferencial.



(a)



(b)

Figura 2. Amostras tratadas (a) 250° - aumento de 500x interferência diferencial e (b) 850° - aumento de 200x interferência diferencial.

3.2 Difração de Raios – X

Na Figura 3 apresenta-se o difratograma de raios-x do material como recebido no qual pode-se observar os três picos de maior intensidade da fase ferrita α (110) a $2\theta = 52,3$, α (211) a $2\theta = 99,3$ e α (200) a $2\theta = 77,2$.

Algumas intensidades menores foram avaliadas fracionando e aumentando o difratograma mas não é possível afirmar que correspondem a algumas fases, por exemplo, carbonetos ou nitretos muito comuns nesses aços.

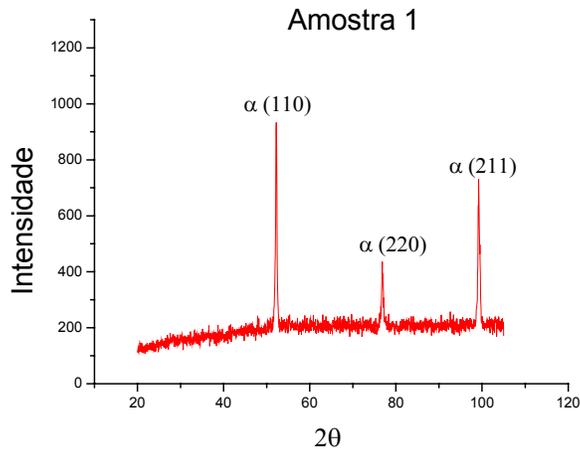


Figura 3. Difratograma do material como recebido.

Na Figura 4 estão apresentados os difratogramas do material tratado a 250° (a) e a 850° (b) durante 2 horas. Não são observadas diferenças entre estes difratogramas e aquele correspondente ao material como recebido, mantendo-se sempre os três picos principais da ferrita e não evidenciando-se picos com intensidades menores. Estes resultados observados nos difratogramas indicam que este aço apresenta uma boa estabilidade das fases nestas temperaturas, o que também é muito importante se o material vai ser utilizado como suporte.

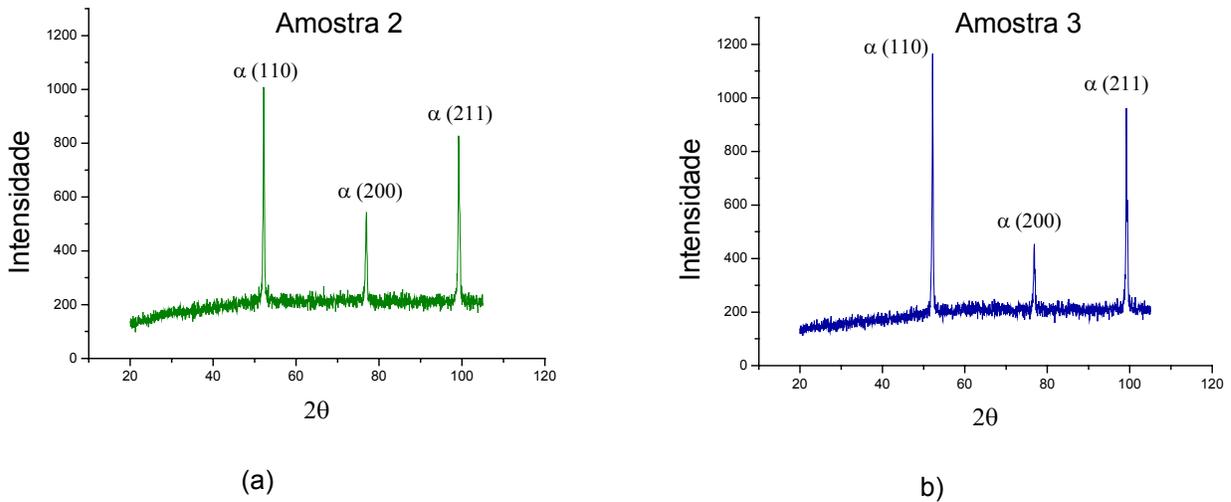


Figura 4. Difratoograma do material tratado a 250° (a) e a 850° (b).

A boa estabilidade microestrutural e das fases observada no aço inoxidável ferrítico 444 é explicado pelo balanceamento de elementos na sua composição química. A percentagem de cromo (alfagênico), ao redor de 20%, resulta numa microestrutura totalmente ferrítica. Os elementos gamagênicos (C, N, Ni) estão presentes em porcentagens muito baixas e a presença dos elementos estabilizadores Ti e Nb garantem a microestrutura totalmente ferrítica.

Considerando essa primeira avaliação estrutural nestas temperaturas, o aço inoxidável ferrítico 444 apresenta boa estabilidade para ser utilizado como suporte para a deposição de filmes finos. Mas isto deve ser complementado com as propriedades físicas requeridas, por exemplo coeficiente de dilatação térmica, alta densidade, alta condutividade térmica.^[6]

4 CONCLUSÕES

A partir desta primeira avaliação do caráter estrutural do aço inoxidável ferrítico 444, visando a sua utilização como suporte para a deposição de filmes finos pode-se concluir:

As observações metalográficas não mostram mudanças na microestrutura das amostras tratadas nas condições de processamento dos filmes, 250° (deposição) e 850° (recozimento), em relação ao material como recebido. Também nos difratogramas de raios-x não foi observada uma evolução ou surgimento de novas fases nas amostras tratadas. Isto indica que este material apresenta uma boa estabilidade estrutural garantida pelo balanceamento dos elementos de liga presentes na sua composição química e mantém sempre uma microestrutura monofásica α , podendo ser utilizado como suporte para a deposição de filmes finos.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao apoio financeiro do CNPQ.

REFERÊNCIAS

- 1 ASM Handbook. **Properties and Selection: Irons, Steel, and High Performance Alloys**. 10^a ed, 1990.
- 2 MODENESI, P.J. **Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis**. SENAI. Osasco – SP. 2001.
- 3 JOHNSON, C.; GEMMEN, R.; ORLOVSKAYA, N. Nano-structured self-assembled LaCrO₃ thin film deposited by RF-magnetron sputtering on a stainless steel interconnect material. **Composites: Part B**, v. 35, 167-172, 2004
- 4 ANTEPARA, I.; VILLARREAL, I.; RODRÍGUEZ – MARTÍNEZ, L.M.; LECANDA, N.; CASTRO, U.; LARESGOITI, A. Evaluation of ferritic steel for use as interconnects and porous metal supports in IT-SOFCs. **Journal of Power Sources**, v. 151, 103-107, May. 2005.
- 5 CABOURO, G.; CABOCHE, G.; CHEVALIER, S.; PICCARDO, P. Opportunity of metallic interconnects for ITSOFC: Reactivity and electrical property. **Journal of Power Sources**, 2005.
- 6 ZHU, J.H.; ZHANG, Y.; BASU, A.; LU, Z.G.; PARANTHAMAN, M.; LEE, D.F.; PAYZANT, E.A. LaCrO₃-based coatings on stainless steel for solid oxide fuel cell interconnect applications. **Surface and Coatings Technology**, v. 177-178, 65-72, 2004.