

# EFEITO DO POLIMENTO ELETROQUÍMICO NAS CARACTERÍSTICAS SUPERFICIAIS DO AÇO INOXIDÁVEL PARA COLORAÇÃO<sup>1</sup>

Rosa Maria Rabelo Junqueira<sup>2</sup>  
Michelle Cristiane da Silva Duarte<sup>3</sup>  
Célia Regina de Oliveira Loureiro<sup>4</sup>  
José Mário Carneiro Vilela<sup>2</sup>

## Resumo

A coloração de aços inoxidáveis pode ser conduzida por processo eletroquímico em soluções sulfocrômicas e pode ser realizada em diferentes acabamentos. Nos acabamentos padronizados para obtenção de superfícies brilhantes podem ser induzidas deformações mecânicas que comprometem a qualidade da superfície colorida por interferência. Neste trabalho foram avaliados os efeitos do polimento eletroquímico (PE) no aço ABNT 304 com acabamento brilhante. O objetivo final foi o de melhorar a qualidade da chapa de aço inoxidável visando um produto de aço inox colorido com boa uniformidade da cor. O PE foi realizado na própria solução de coloração. Após o PE foram determinadas a refletância da superfície e a resistência à corrosão. A remoção das fases presentes devido à deformação foi detectada por DRX e MFM. Os resultados mostram que o PE aumenta a refletividade da superfície, diminui a nanodureza, remove a martensita proveniente das deformações sem alterar a resistência à corrosão do aço inoxidável.

**Palavras-chave:** Polimento eletroquímico; Aços coloridos; Polarização anódica.

## EFFECT OF ELECTROCHEMICAL POLISHING ON THE SURFACE CHARACTERISTICS OF STAINLESS STEEL FOR COLORATION

## Abstract

Stainless steels coloration can be conducted by electrochemical process using sulphochromic solutions. The use of a mechanical polishing for a bright surface finishing prior to coloration step can induce mechanical defects and heterogeneities at the steel surface which can compromise the quality and the uniformity of the coloration. In this work, the effects of an electrochemical polishing on the AISI 304 were evaluated. The aim of the work was to improve the coloration quality. The electrochemical polishing was performed using a coloration solution. To evaluate the removal of the defective layer after the electrochemical process X-rays diffraction, magnetic force microscopy and nanohardness techniques were used. The corrosion resistance was determined by anodic polarization curves in a 3% NaCl solution. Atomic force microscopy and reflectance measurements showed the decrease of the steel surface roughness and an increase of reflectance after electrochemical polishing, respectively. XRD, magnetic force microscopy and nanohardness analysis reinforce that electrochemical etching was efficient to remove the superficial martensite layer induced by the mechanical polishing. The corrosion resistance was not affected by the electrochemical polishing.

**Key words:** Electrochemical polishing; Colored stainless steel; Anodic polarization.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Doutor, Pesquisador em Tecnologia do Instituto Senai de Inovação Cetec Senai/MG

<sup>3</sup> Aluno de Doutorado do Departamento de Engenharia Metalúrgica da UFMG

<sup>4</sup> Mestre, bolsista da Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais CETEC/MG

## 1 INTRODUÇÃO

A coloração por interferência de aços inoxidáveis para fins arquitetônicos pode ser conduzida por processo eletroquímico em soluções sulfocrômicas utilizando chapas com diferentes texturas e acabamentos mecânicos.<sup>(1)</sup> Nos acabamentos padronizados para obtenção de superfícies brilhantes em chapas de aço inoxidável podem ser induzidas deformações mecânicas superficiais, que comprometem a qualidade da superfície colorida por interferência, dificultando a comercialização destas chapas.

Na coloração industrial das chapas de aço inoxidável, vem sendo observado que, algumas chapas apresentam variações de cor, reveladas após a coloração, o que compromete a homogeneidade superficial do aço inoxidável colorido. Para os acabamentos mais brilhantes este efeito torna-se mais evidenciado. Acredita-se que tais variações são provenientes de deformações e tensões superficiais geradas nas etapas do polimento mecânico industrial.<sup>(2)</sup>

A deformação dos aços inoxidáveis austeníticos, tais como ABNT 304, pode induzir a transformação da austenita em martensita causando alterações localizadas na superfície da chapa, afetando a qualidade do produto final. A eliminação da martensita pode ser realizada com uma operação de polimento eletroquímico, antes da etapa de coloração das chapas, que promoverá um nivelamento da superfície do metal resultando, ainda, em uma elevada refletividade. Salienta-se que esse nivelamento da superfície melhora sua aparência, reduz o coeficiente de atrito e aumenta a resistência à corrosão por um fator de quatro a cinco vezes.<sup>(3)</sup>

Andrade et al.,<sup>(4)</sup> afirmam que os aços inoxidáveis ABNT 304 podem ser polidos em uma solução concentrada de ácido sulfúrico e óxido crômico, a qual pode, subsequente, ser utilizada para a coloração eletroquímica do aço inoxidável. Dentro desse contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar os efeitos do polimento eletroquímico, de um aço ABNT 304 com acabamento mecânico industrial tipo *bright buffing* (BB), com o propósito de se obter superfícies com alta refletividade e nivelada superficialmente, para posterior coloração, o que poderia resultar em uma alternativa de acabamento superficial para a coloração de aços inoxidáveis. Amostras de aços inoxidáveis foram polidas na solução utilizada industrialmente no processo de coloração e comparadas com o mesmo aço na condição de “como recebido”.

Para a caracterização morfológica e mecânica dos aços polidos eletroquimicamente, foram utilizadas técnicas de alta resolução. Assim a caracterização foi realizada utilizando as técnicas de refletância espectral, microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia de força atômica (MFA), microscopia de força magnética (MFM) e ensaios de penetração instrumentada. Foi também estudado comparativamente a resistência à corrosão do aço inoxidável polido.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Amostras de aço inoxidável austenítico ABNT 304 com acabamento mecânico industrial tipo *bright buffing* (BB) foram cortadas nas dimensões de 2x2cm lavadas e submetidas a procedimentos de polimento eletroquímico. O polimento foi conduzido em solução 250g/L de CrO<sub>3</sub> + 500 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, com uma densidade de corrente de 0,05A/dm<sup>2</sup>, na temperatura de 85°C, utilizando um potenciostato/galvanostato

PGSTAT 20 da AutoLab. A solução de polimento foi a mesma solução utilizada para a coloração das amostras.

Amostras com e sem polimento foram coloridas, na cor dourada, a partir de processo eletroquímico de corrente pulsada conforme já descrito anteriormente.<sup>(1)</sup> A qualidade do polimento foi avaliada a partir de medições da refletância espectral máxima na região do visível, sendo realizadas em um espectrofotômetro da HunterLab modelo ColorQuest II. As medidas foram obtidas adotando-se o iluminante D<sub>65</sub>, que corresponde à luz natural do dia e, ângulo de observação de 10°. A caracterização morfológica das amostras foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (JEOL JSM 6360LV) e por microscopia de varredura por sonda (SPM Dimension 3100 da Digital Instruments). No SPM foram empregados os modos de Força Atômica (MFA) e Força Magnética (MFM). As imagens MFA e de MFM foram obtidas em duas etapas. Na primeira etapa, a ponta, operando no modo de contato intermitente (*Tapping Mode*) varre uma linha da superfície. Na segunda, ela percorre a mesma linha, mas afastada de uma altura da superfície de modo a sentir forças de longo alcance. Nesta segunda varredura detectam-se as variações de fase ou frequência de oscilação da alavanca, registrando a influência da força magnética. Nas análises foram utilizadas sondas de silício recobertas com um filme de Co/Cr (sonda MESP da Nanosensors). A distância de separação entre a ponta e a amostra foi 100 nm. A partir do processamento das imagens (400 μm<sup>2</sup>) da superfície foi calculada a rugosidade média (R<sub>a</sub>) utilizando o programa aplicativo específico para processamento das imagens do Digital.

Os ensaios de nanodureza foram realizados em um sistema de penetração instrumentada Triboscope/Hysitron, acoplado a um microscópio de força atômica da Digital, modelo Dimension 3100. Foram utilizadas cargas de 10 mN, sendo os ciclos de carga e descarga conduzidos em forma de trapézio com 15 segundos para o carregamento, 5 segundos de permanência da carga e 5 segundos para descarga completa. Para a realização dos ensaios foi utilizado um penetrador de diamante Berkovich. A partir das curvas força-deslocamento, foram obtidos os parâmetros como dureza e módulo de elasticidade, utilizando o programa aplicativo do sistema Triboscope que emprega a abordagem de Oliver-Pharr<sup>(5)</sup> nos cálculos dos parâmetros. O trabalho total realizado para a deformação elastoplástica (W<sub>total</sub>) foi calculado pela integração da curva força-deslocamento até a profundidade máxima de penetração. Os ensaios foram realizados em amostras polidas por processo de polimento eletroquímico utilizando solução de coloração em diferentes temperaturas. O teste de Anova a 5% de probabilidade foi adotado para comparação das médias dos valores medidos para a dureza das amostras.

Para determinar a presença de fases martensíticas nas amostras polidas eletroquimicamente foram realizados, além das imagens de força magnética, ensaios em um difratômetro de raios-X modelo Shimadzu XRD-6000, utilizando radiação de Cu-Kα, equipado com tubo de cobre. O ângulo de varredura utilizado variou de 40° a 90°; com passo de 0,020°/s. Para identificação das fases presentes foi utilizada a técnica das intensidades integradas, a qual indexa os picos do difratograma obtido pela posição no espectro.<sup>(6)</sup>

A avaliação da resistência à corrosão foi conduzida a partir do levantamento de curvas de polarização potenciodinâmica em solução des aerada de NaCl 3% a 25°C, utilizando um sistema potenciostato/galvanostato Autolab, PGSTAT 20. A faixa de potencial aplicado foi de 0,8 V a 1,2 V com velocidade de varredura 1mV/s. Foi utilizada uma célula eletroquímica de três eletrodos, onde o eletrodo de trabalho era representado pelas amostras de aço com área de 1 cm<sup>2</sup>, o eletrodo de referência

Ag/AgCl 3M e o contra-eletrodo por um fio de platina. A partir dessas curvas, foram calculados os parâmetros eletroquímicos de potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ), corrente de corrosão ( $I_{corr}$ ), potencial de pite ( $E_{pite}$ ) e a resistência à nucleação de pites representada pela diferença  $E_{pite} - E_{corr}$ .<sup>(7)</sup>

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 1 está apresentada a composição química do aço ABNT 304 determinada no Centro de Pesquisa da Aperam South America.

**Tabela 1.** Composição do aço ABNT 304

Elemento	C	N <sub>2</sub>	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	Mo
% massa	0,034	0,039	0,360	0,910	18,100	8,090	0,001	0,035	0,030

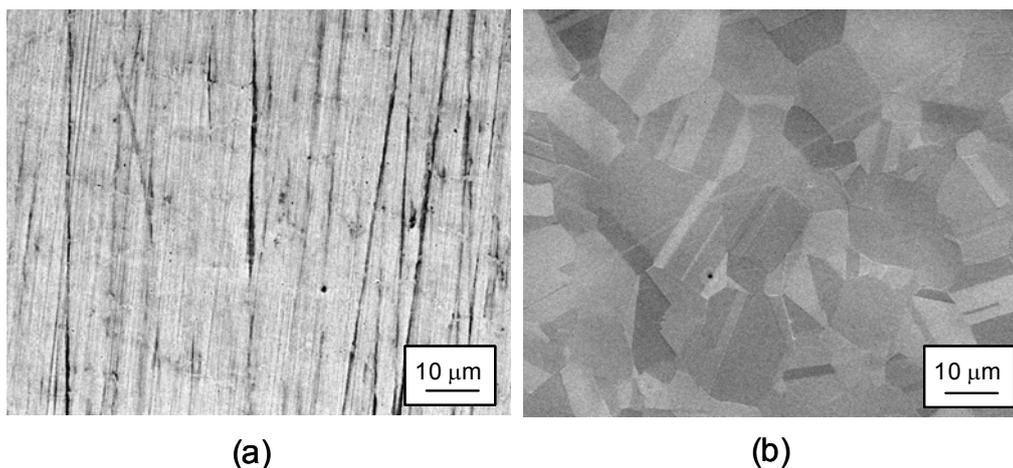
Na Tabela 2 estão apresentados os valores das refletâncias médias (seis repetições) e os desvios padrão da amostra polida e na condição como recebida.

**Tabela 2.** Refletância máxima dos aços como recebido e após o processo de polimento

Amostra	Condições de polimento			Refletância máxima (%)	
	Temperatura (°C)	Corrente (A/dm <sup>2</sup> )	Tempo (s)	Média	Desvio Padrão
Como recebido		---		43,0	0,80
Polido	85	4,5	60	64,8	0,75

Observam-se pelos resultados da Tabela 2 que a refletividade da amostra polida aumentou quando comparada a amostra na condição como recebida, o que também foi observado por inspeção visual.

Os resultados da avaliação morfológica das superfícies das amostras, realizadas por microscopia eletrônica de varredura e microscopia de varredura por sonda estão apresentadas nas imagens da Figura 2 e Figura 3 respectivamente.



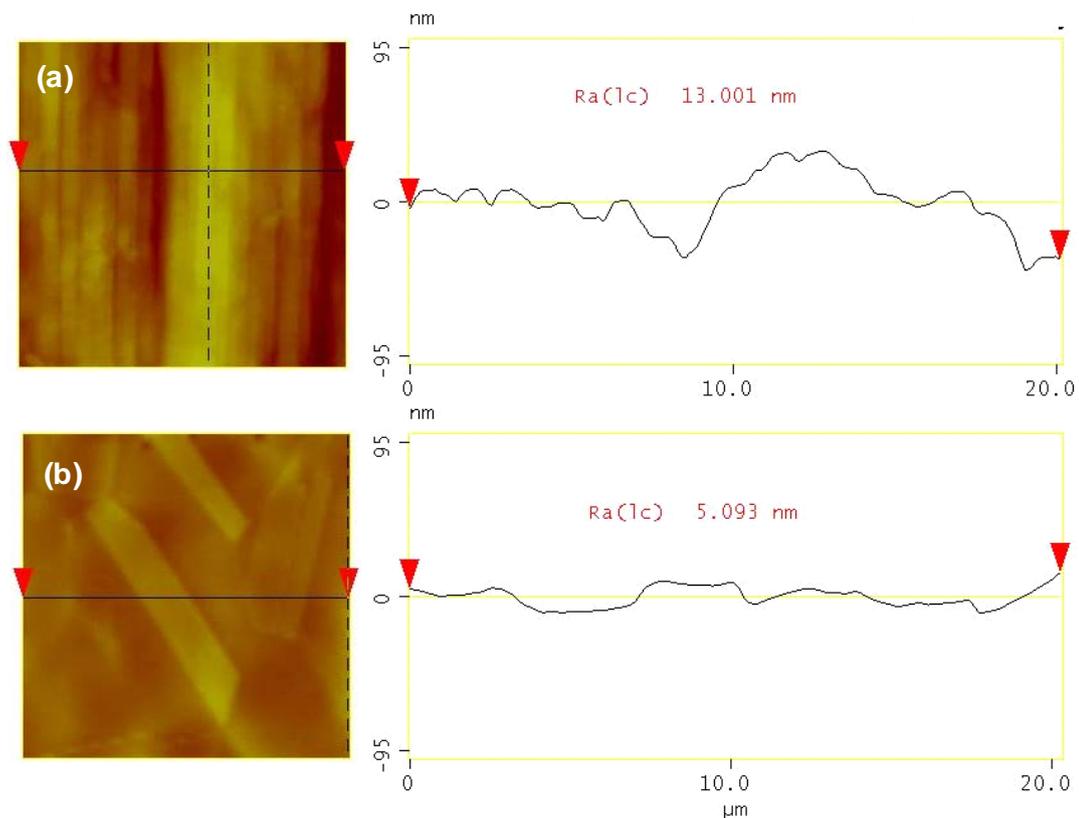
**Figura 2.** Micrografia eletrônica de varredura da superfície da amostra “como recebida” (a) e amostra polida (b).

A análise da superfície das amostras polida e “como recebida” por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) permitiu observar as diferenças das morfologias. Nota-se que, após o polimento eletroquímico, ocorre o desaparecimento de estrias

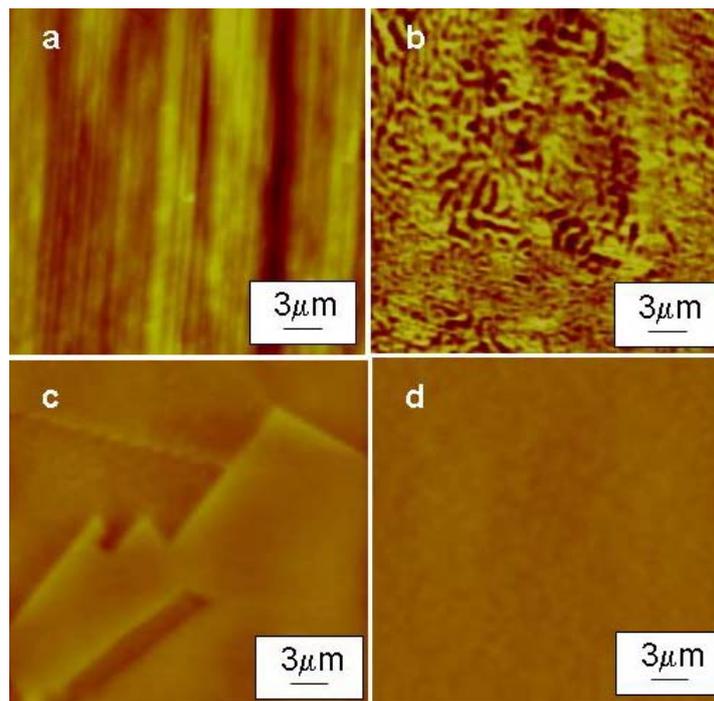
resultante do acabamento mecânico BB e revelação dos grãos austeníticos conforme já observado anteriormente por Santos et al.<sup>(8)</sup>

Os resultados observados no MEV estão de acordo com que foi apresentado por Abbott et al.<sup>(9)</sup> que relataram em estudos de polimento eletroquímico de aço inoxidável que a melhor condição para o alcance de uma superfície mais brilhante e mais homogênea ocorre quando após o polimento a microestrutura fica bem revelada.

As imagens adquiridas no MFA para análise topográfica estão apresentadas na Figura 3 (a e b). Observa-se que o processo de polimento eletroquímico aumentou a planicidade da superfície da amostra na “condição como recebida”. O perfil topográfico apresentado na Figura 3 e o decréscimo do valor de rugosidade ( $R_a$ ) de 13,0 nm para 5,1 confirmam o aumento da planicidade com o polimento.



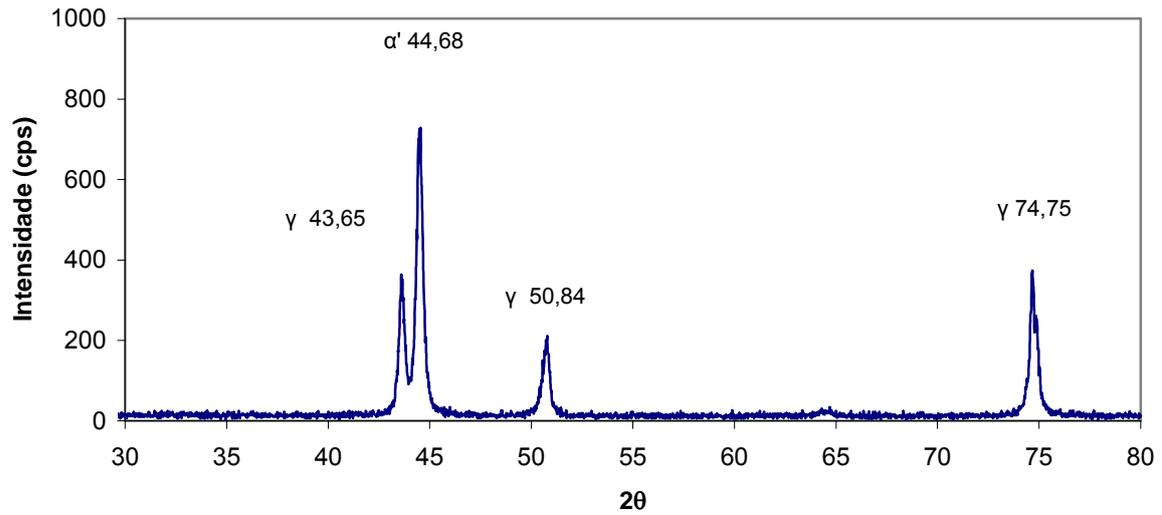
**Figura 3.** Análise topográfica obtida por MFA: imagem e perfil topográfico das amostras (a) na condição como recebida e (b) polida.



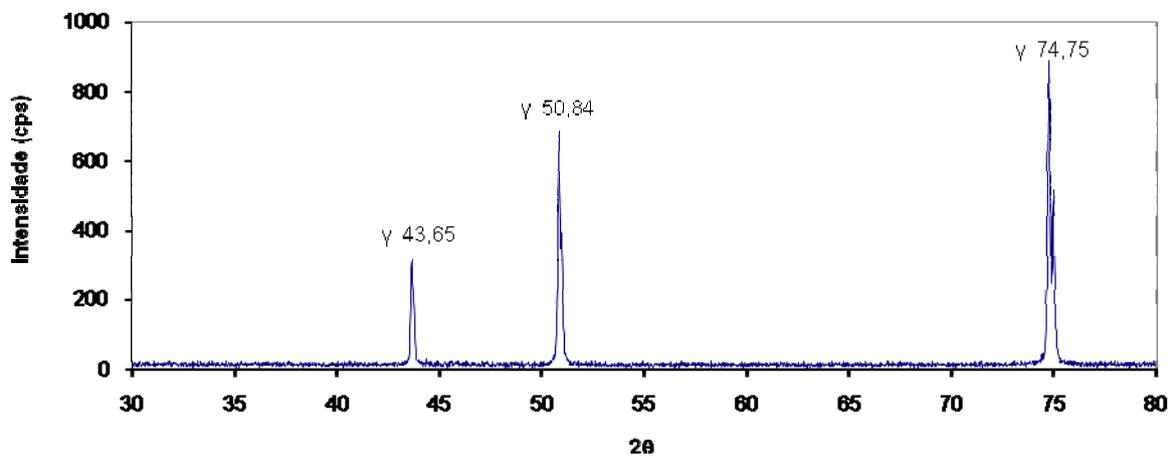
**Figura 4.** Imagens de microscopia de varredura por sonda da amostra “como recebida” (a) topográfica por MFA, (b) magnética por MFM e amostra polida eletroquimicamente (c) topográfica por MFA, e (d) magnética por MFM.

Paralelamente, as imagens de fase magnética (Figura 4b e d) indicaram a presença da fase martensítica na condição “como recebida” (4b) que foi eliminada com o processo de polimento (4c). Os resultados de MFM foram confirmados pela análise de difratometria de raios-X (Figura 5).

O difratograma do aço na condição como recebido (Figura 5 a), apresentou picos característicos da presença da austenita ( $\gamma$ ) e da martensita ( $\alpha'$ ). Na amostra polida (Figuras 5 b) não foi constatada a presença do pico da martensita, somente os picos da austenita foram identificados. Dessa maneira, a martensita presente no aço inoxidável 304 foi eliminada no polimento eletroquímico.



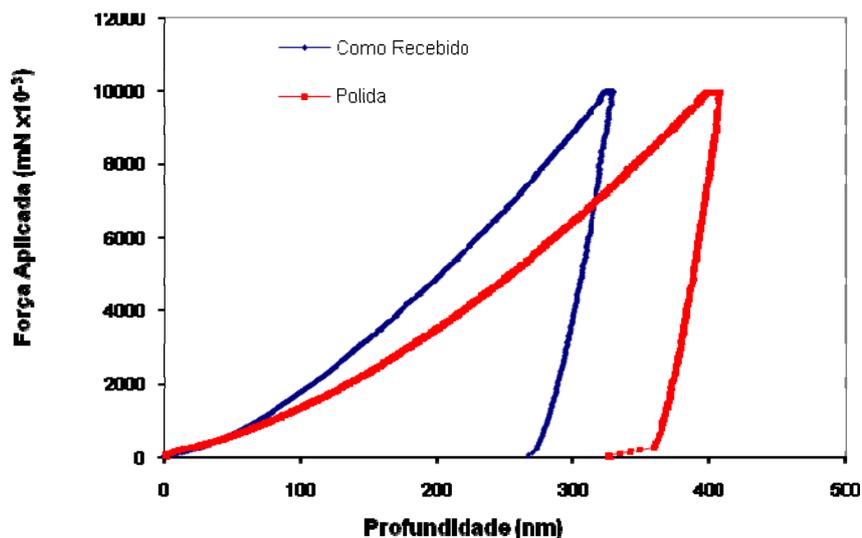
(a)



(b)

**Figura 5.** Difratoqramas das amostras de aço 304BB nas condições: (a) como recebida e polida.

O comportamento mecânico das amostras estudadas pode ser avaliado pelas curvas força-deslocamento (FD) da Figura 5. A partir do processamento das curvas FD foram calculados os valores de dureza (H) e do módulo de elasticidade (E) apresentados na Tabela 3.



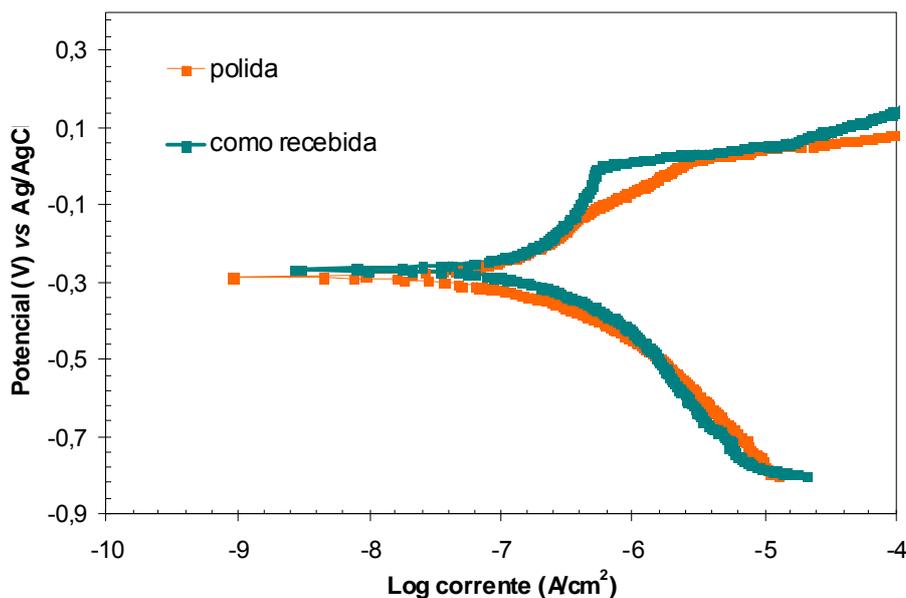
**Figura 5.** Curvas de Força-Deslocamento, obtidas por EPI, em amostras de aço inoxidáveis ABNT 304 “como recebido” e polida. Penetrador Berkovich.

**Tabela 3.** Dureza (H) e do módulo de elasticidade relativo ( $E_r$ ) das amostras na condição como recebida e polida. Ensaios de penetração instrumentada realizados com carga de 10mN, penetrador Berkovich

Amostra	Dureza (GPa)	$E_r$ (GPa)
“como recebido”	$4,0 \pm 0,2$	134,6
polido	$2,8 \pm 0,3$	135,5

\*As médias (três repetições) diferem entre si pelo teste de ANOVA a 5% de probabilidade

A análise comparativa das curvas força versus deslocamento (FD) da Figura 5 mostra que a curva da amostra polida está mais deslocada para a direita indicando uma maior profundidade de penetração e conseqüentemente menor dureza superficial conforme Tabela 3. Estas evidências indicam que o polimento eletroquímico altera o comportamento mecânico superficial do aço inoxidável ABNT 304, o que deve estar associado a remoção da martensita com o polimento. A avaliação da resistência à corrosão das amostras na condição como recebida e polida pode ser analisada nas curvas de polarização anódica ilustradas na Figura 6. Nota-se na Figura 6 que as curvas de polarização das amostras na condição como recebida e polida são muito semelhantes indicando valores próximos para o  $E_{\text{pite}}$  e para o  $E_{\text{corr}}$ , apesar, de ser possível notar que o  $E_{\text{corr}}$ , da amostra polida está ligeiramente deslocado para potenciais mais negativos. Considera-se que, as diferenças observadas são muito pouco expressivas, sugerindo um comportamento similar frente à corrosão para estas amostras.



**Figura 6.** Curvas de polarização típicas do aço ABNT 304 com acabamento industrial BB obtido em solução de NaCl 3% antes e após polimento eletroquímico. Velocidade de varredura: 1mV/s.

#### 4 CONCLUSÕES

É possível realizar o polimento eletroquímico de aços inoxidáveis ABNT 304 de acabamento bright buffing (BB) utilizando uma solução de 250g/L de CrO<sub>3</sub> + 500g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

A refletividade das amostras polidas aumenta quando comparadas com as amostras na condição como recebida.

A rugosidade superficial das amostras na condição como recebida diminui com o polimento eletroquímico.

O polimento eletroquímico foi eficiente para remover a martensita dos aços inoxidáveis austeníticos. O desaparecimento desta fase influenciou o comportamento mecânico superficial das chapas de aço inoxidável, diminuindo a dureza.

A resistência à corrosão do aço inoxidável ABNT 304 não foi afetada pelo processo de polimento eletroquímico.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem à Fapemig e ao CNPq pelo apoio financeiro e bolsas concedidas.

#### REFERÊNCIAS

- 1 JUNQUEIRA, R. M.R., ANDRADE, S. M., LOUREIRO, C. R. O., BUONO, V. T. L. Mechanical properties of interference thin films on colored stainless steel evaluated by depth- sensing nanoindentation. *Surface & Coatings Technology*, v. 201, p. 2431-2437, 2006.
- 2 DUARTE, M.C.S. Efeito do Acabamento Superficial na Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Engenharia de Materiais- REDEMAT) – UFOP, UEMG, CETEC, 2010.
- 3 MARELLATO, F. Polimento Eletroquímico. *Inox*, Ano IV, Número 6, 1996. *Metals*

- Handbook, v. 08 – Metallography Structures and Phase Diagrams, Electrolytic Polishing, pg 26 eighth edition: - ASM International, USA, 1973.
- 4 ANDRADE, L.S., XAVIER, S. C., ROCHA-FILHO, R. C., BOCCHI, N., BIAGGIO, S.R. Electropolishing of AISI-304 Stainless Steel Using an Oxidizing Solution Originally Used for Electrochemical Coloration. *Electrochimica Acta*, v.50, p. 2623-2627, 2005.
  - 5 OLIVER, W. C., PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal Materials Research*, v.7, p.1564-1583, 1992.
  - 6 CASTRO, C. S. B. Efeito da Adição de Cobre nas Propriedades Mecânicas de Aços Inoxidáveis Austeníticos. Tese de doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, EEUFMG, março, 2003.
  - 7 VASCONCELOS, K.O., BOCCHI, N., SIMÕES, A.M. Pitting Corrosion Resistance of Colored Oxide Films Grown on Stainless steel in Sulfuric Acid in the Presence and Absence of Chromic Acid. *J. Braz. Chem. Soc.*, V. 21 (3), p.469-475, 2010
  - 8 SANTOS. M. R., JUNQUEIRA. R. M., DUARTE. M. C. S. Polimento eletroquímico de aços inoxidáveis ABNT 304 em solução concentrada de ácidos sulfúrico e crômico. *Anais do 46º Seminário de Laminação: Processos e Produtos Laminados e Revestidos*, Santos, Brasil, 2009.
  - 9 ABBOTT, A. CAPPER, MCKENZIE, K.J., RYDER, K.S. Voltammetric and Impedance Studies of the Electropolishing of Type 316 Stainless Steel in a Choline Chloride Based Ionic Liquid. *Electrochimica Acta*, n. 51, p. 4420-4425, 2006.