

AVALIAÇÃO ELETROQUÍMICA DA RESISTÊNCIA A CORROSÃO DE FILMES METÁLICOS DEPOSITADOS POR MAGNETRON SPUTTERING EM AÇOS ABNT 4340 E 1020

S. A. Bilac

Depto de Estado Sólido e Ciência dos Materiais/Instituto de Física - UNICAMP, Campinas, SP

D. S. Figueira, L.C. Fontana

Depto. De Física / LABMAT - UFSC, Florianópolis, SC

F. G. Mittelstadt e C. V. Franco

Depto de Química/ LEC - UFSC, Florianópolis, SC

1. RESUMO:

Este trabalho discute a possibilidade de se depositar, via Magnetron Sputtering, filmes de titânio, aço inox, inonel e alumínio, com o intuito de obter camadas resistentes à corrosão. Foram realizadas várias deposições sobre aços ABNT 4340 e 1020. Todos os filmes foram submetidos a ensaios eletroquímicos de corrosão em soluções de NaCl a 3% e KNO₃ a 1,25 mol. dm⁻³. Foram feitas curvas potenciodinâmicas dos filmes depositados (nas soluções acima descritas) e comparadas com as respectivas curvas do material puro, "bulk". Estes ensaios indicam que há uma acentuada melhora no comportamento das amostras recobertas face ao ataque das soluções corrosivas.

2. INTRODUÇÃO AO MAGNETRON

A técnica de deposição de filmes por magnetron sputtering apresenta vantagens em relação aos demais métodos, tais como: simplicidade de equipamento, altas taxas de deposição, maior densidade do material depositado, aderência e baixo custo de manutenção [1-3].

O sputtering realizado por eletrodos do tipo magnetron utiliza campos magnéticos gerados por ímãs permanentes ou eletroímãs, para atuarem como armadilha de elétrons. Estes são colocados estrategicamente, nas proximidades do alvo, e aumentam o efeito ionizante dos elétrons. Este fato possibilita-se trabalhar com pressões mais baixas, ocasionando, uma maior taxa de deposição e maior densidade do filme [3,4]. A maior taxa de deposição e a maior densidade acontece por que numa pressão

mais baixa, da ordem de 10⁻³ Torr, o livre caminho médio das partículas ejetadas é maior, e com isso, o número de colisões das partículas ejetadas do alvo é menor [5].

Foram realizadas deposições de titânio, inonel, inox e alumínio. O titânio foi um dos materiais escolhidos, por ter uma estrutura leve e extremamente resistente a corrosão. O titânio tem grande facilidade de se passivar, exibindo um alto grau de imunidade ao ataque da maioria de ácidos minerais e cloretos. O aço inoxidável, o inonel e o alumínio são materiais que reconhecidamente apresentam também boas propriedades anti-corrosivas. Com a técnica de deposição por magnetron sputtering, conseguimos filmes destes materiais com densidade praticamente iguais a do "bulk" e baixa porosidade.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Construiu-se em nosso laboratório um magnetron tipo planar com uma área de erosão de 35 cm². As deposições são realizadas em uma câmara de aço inox que pode atingir uma pressão mínima de 1x10⁻⁵ Torr com o sistema de bombeamento usado. Um esquema simplificado do equipamento montado em nosso laboratório pode ser visto na Fig. 1.

Os corpos de prova foram polidos mecanicamente e, em seguida, submetidos a uma limpeza em ultrassom. Imediatamente antes da deposição foram alvos de um bombardeamento iônico com o objetivo de se efetuar a limpeza da superfície das amostras e elevar a sua temperatura a aproximadamente 350° C. O processo de deposição foi efetuado em uma pressão de 5,0 X 10⁻³ Torr de argônio ultra-puro. Através da medida do tempo de deposição e mais tarde da

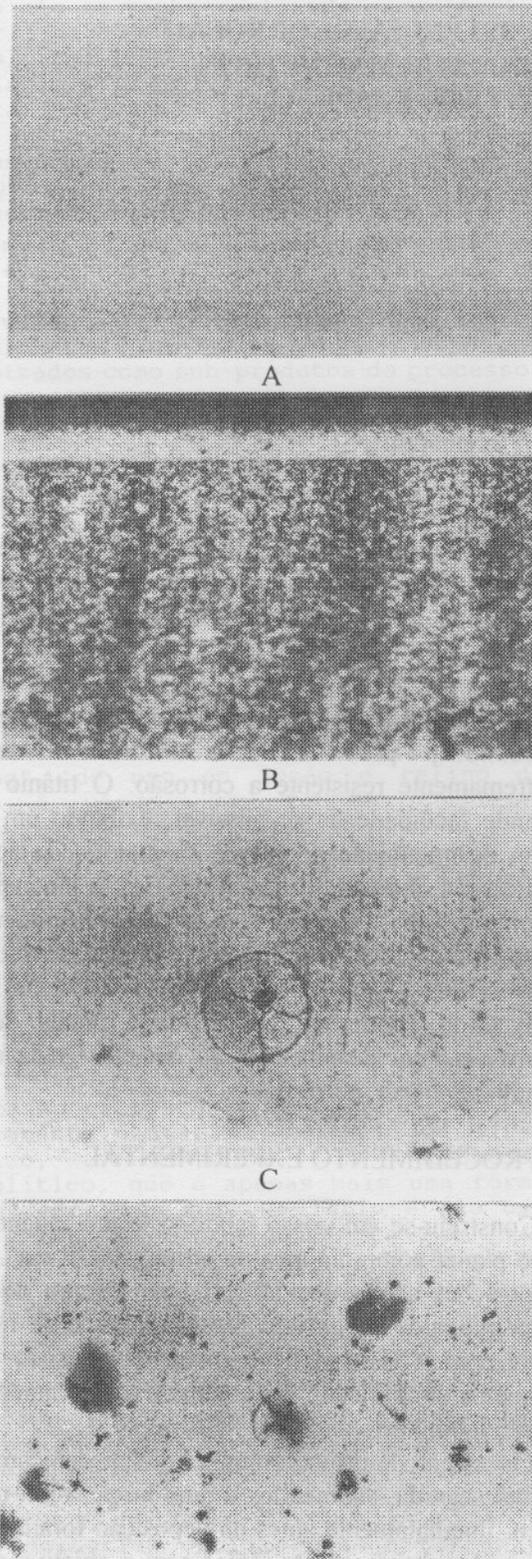


Figura 2. Metalografia de amostras recobertas com filme de Ti. Morfologia da superfície do filme (A) 50X ; vista da seção transversal do filme (B) 100 X ; ponto de ataque após o ensaio eletroquímico (C) 50X ; amostra com vários pontos de ataque, verificados após o ensaio potenciodinâmico, provavelmente devido à falhas no filme (D) 50X.

em função do tipo de substrato (aços ABNT 4340 e 1020). Os ensaios indicaram que o filme de Ti protege consideravelmente o substrato dos ataques de corrosão. Observa-se, também, que a polarização da amostra durante a deposição (Bias Sputtering) é extremamente importante para se conseguir boas qualidades anti-corrosivas. Além disso mostram-se também, muito sensíveis às falhas nos filmes depositados e podem ser utilizados como método analítico para o controle de qualidade nas deposições de filme. A Fig. 4 mostra o resultado de um ensaio potenciodinâmico em KNO_3 $1,25 \text{ mol.dm}^{-3}$.

A Fig. 5 mostra o comportamento dos filmes de aço inox face à varredura potenciodinâmica. A curva (1) se refere a uma amostra de aço inox (304) enquanto que as curvas (2) e (3) mostram o comportamento dos filmes deste material depositados sobre um corpo de prova de aço ABNT

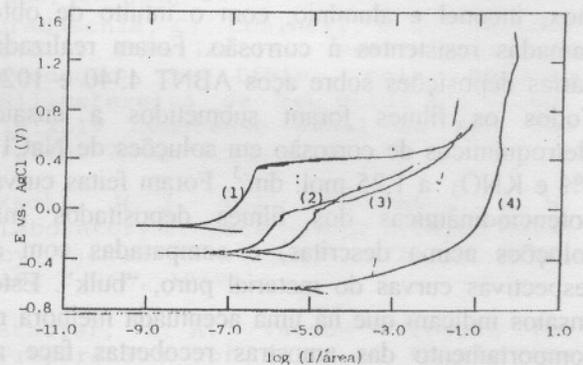


Figura 5: Ensaio potenciodinâmico em NaCl 3%. Aço inox (304) (1), Filme de aço inox (304) de $15 \mu\text{m}$ de espessura (2) e (3), aço 1020 (4).

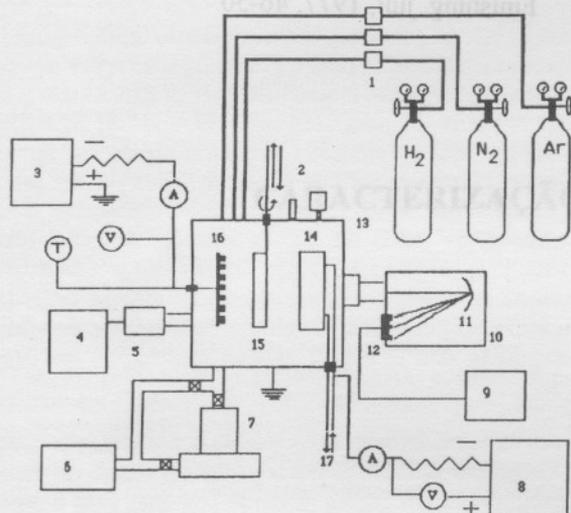
1020 representados na curva (4). Apesar destes filmes terem quase 15 microns de espessura, o ensaio eletroquímico mostrou que a proteção a corrosão não foi tão efetiva quanto o esperado. Os filmes não resistiram a potenciais superiores a 0.4 V. Mesmo assim, estes filmes mostram um comportamento razoável frente a corrosão visto terem densidades de corrente muito menores do que o aço 1020.

A Fig. 6 mostra o comportamento dos filmes de inconel face a varredura potenciodinâmica em um eletrólito de NaCl a 3%. Obtivemos um resultado inesperado, onde as densidades de corrente de corrosão são menores nas amostras recobertas pelo filme do que no material original. No presente,

espessura da camada depositada foi possível obter as razões de deposição para os diferentes materiais acima. Com uma potência de 1500 W no cátodo conseguiu-se razões de deposição de $0,5 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ para filmes de titânio, $1 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ para filmes de inconel e $1,5 \mu\text{m}\cdot\text{min}^{-1}$ para filmes de aço inox, com o substrato posicionado a uma distância de 3,0 cm do alvo.

4. RESULTADOS

A Fig. 2 mostra a metalografia, com aumento de 50 X (A, C e D) e 100 X (B), de amostras recobertas com um filme de Ti: 2-A mostra a morfologia da superfície do filme; 2-B mostra uma foto da seção transversal do filme; 2-C mostra um



- | | |
|---------------------------|------------------------------|
| T - Termopar | 9 - Microcomputador |
| 1 - Fluxímetros | 10 - Espectrofotômetro ótico |
| 2 - Medidores de Pressão | 11 - Rede de difração |
| 3 - Fonte dc (0 - 200V) | 12 - Fotodiodos |
| 4 - Analisador de pressão | 13 - Câmara de descargas |
| 5 - Quadrupolo | 14 - Magnetron |
| 6 - Bomba mecânica | 15 - Anteparo |
| 7 - Bomba difusora | 16 - Porta amostras |
| 8 - Fonte dc (0 - 1000V) | 17 - Refrigeração |

Figura 1: Representação esquemática do sistema magnetron sputtering LABMAT-UFSC.

ponto de ataque, após o ensaio eletroquímico; 2-D mostra vários pontos de ataque, após o ensaio potenciodinâmico, originados provavelmente devido à falhas no filme.

A Figura 3 mostra os resultados obtidos em solução de NaCl 3%. A curva 1 descreve o comportamento de uma amostra de Ti puro. A curva 4 representa o comportamento de uma amostra de aço 1020. As curvas 2 e 3 mostram o comportamento das amostras de aço 1020 recobertas com um filme de Ti de 7 e 2 μm respectivamente. Podemos notar que o potencial de E_{corr} das peças revestidas deslocam-se significativamente para regiões de valores mais nobres, aproximando-se do valor de E_{corr} das peças de Ti puro.

Esse deslocamento depende da espessura da camada. Os valores da densidade de corrente de dissolução anódica do Ti são de cinco ordens de grandeza inferiores aos obtidos para o aço não depositado. As melhores camadas por nós conseguidas (curva 2) possui valores de corrente de dissolução anódica da mesma ordem de grandeza do Ti puro. Não foram observadas diferenças significativas no comportamento frente a corrosão

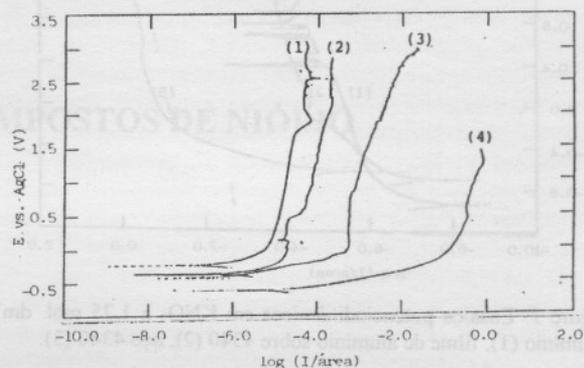


Figura 3: Ensaio potenciodinâmico em NaCl 3%. Titânio puro (1); aço 4340 recoberto com um filme de Ti de espessura 7 μm (2); aço 1020 com filme de Ti de espessura 2 μm (3); aço 1020 puro (4).

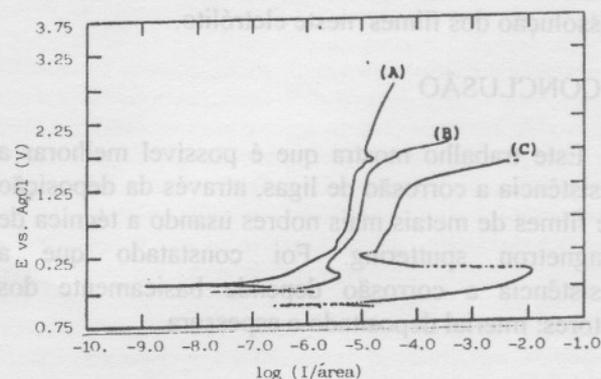


Figura 4: Ensaio potenciodinâmico em KNO_3 1,25 mol. dm^{-3} . Aços 4340 (A) e 1020 (B) recobertos com filmes de Ti de espessura 5 μm .

depende-se esforços em esclarecer este comportamento anômalo com um estudo mais aprofundado deste tipo de filme.

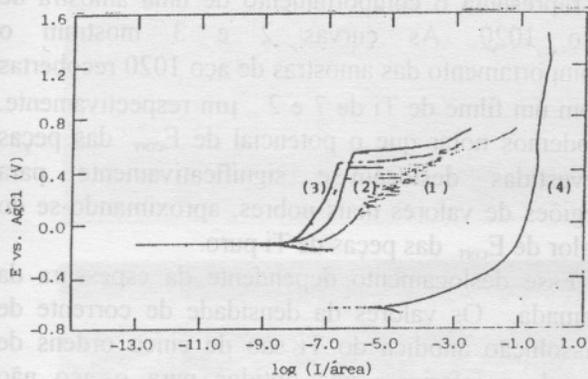


Figura 6: Ensaio potenciodinâmicos em NaCl 3%. Inconel (1), filme de inconel sobre o aço 4340 (2) e (3) com 10 μ m. de espessura, aço 4340 (4).

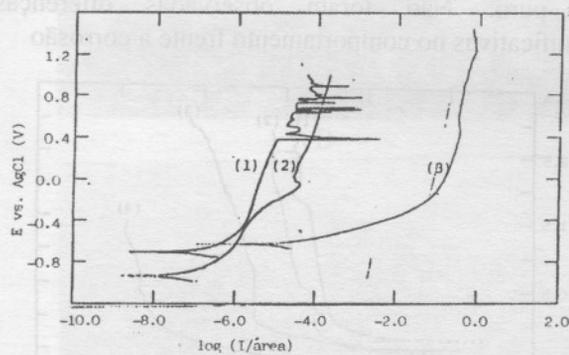


Figure 7: Ensaio potenciodinâmicos em KNO₃ a 1,25 mol. dm⁻³. Alumínio (1), filme de alumínio sobre 4340 (2), aço 4340 (3).

A Fig. 7 mostra o comportamento dos filmes de alumínio face a uma varredura potenciodinâmica em um eletrólito de KNO₃ a 1,25 mol.dm⁻³. Não foi possível realizar ensaios em NaCl em face a dissolução dos filmes neste eletrólito.

5. CONCLUSÃO

Este trabalho mostra que é possível melhorar a resistência a corrosão de ligas, através da deposição de filmes de metais mais nobres usando a técnica de magnetron sputtering. Foi constatado que a resistência a corrosão depende basicamente dos fatores: material depositado e espessura.

BIBLIOGRAFIA

1. Vossen J. L. And Kern W. - Thin Film Processes, copyright 1978; Academic Press
2. Bilac S. B. e Farah E. A. - Planar Magnetron Sputtering, Construção e Aplicação. Trabalho apresentado à EBRATS 89, Instituto de Física Gleb Wataguin, UNICAMP, Campinas, SP, BRASIL
3. Rosnagel S. M. - Thin Solid Films, 171 (1989), 125-142
4. Penfold A. S. and Thorton J. A. - Metal Finishing, juli, 1977, 33-37
5. Penfold A. S. And Thorton J. A. - Metal Finishing, juli, 1977, 46-50