

Copyright 2016, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2016, em Búzios/RJ no mês de maio de 2016.

As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

LEGENDA:

Desenvolvimento de metodologia para realização de ensaio de corrosão cíclico de embalagens impregnadas com VCI Taís S. Pertile^a, Mateus Faccio^b, Eliena J. Birriel^c

Abstract

The volatile corrosion inhibitors (VCI) are used in polymeric containers, especially for transporting metal parts. The adsorption of the vapors on the metal surface forming a protective film which minimizes corrosion. The aim of this study was to develop a cyclic test methodology corrosion to be applied to valve components and metal components generally made of carbon steel, with different conditions of polymer packaging impregnated with VCI. The test aims to simulate periods of transport and storage prior to use of these metal components. For this, they were included in the test cyclic corrosion periods of exposure to salt spray, exposure to wet and subsequent cooling chamber. The test procedure was developed based on ASTM B117: 2011 - Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus and CEI / IEC 68-2-30: 1980 - Basic environmental testing procedures - Part 2: Tests, and procedure EXCOR VCI-KORROSIONSSCHUTZ: 2000 - Testing the anti-corrosion effect of VCI films. The result of this development test was the implementation of the test procedure of the Corrosion Laboratory and Surface Protection called LCOR PE-022 Rev 00 - CYCLIC CORROSION TEST.

Keywords: corrosion test, cyclic test, volatile corrosion inhibitors.

Resumo

Os inibidores de corrosão voláteis (VCI) são utilizados em embalagens poliméricas, principalmente para o transporte de peças metálicas. A adsorção dos vapores na superfície metálica forma um filme protetor que minimiza o processo de corrosão. O objetivo deste trabalho foi desenvolver uma metodologia de ensaio cíclico de corrosão para ser aplicado a componentes de válvulas e componentes metálicos em geral, fabricados em aço carbono, com diferentes condições de embalagens poliméricas impregnadas com VCI. O ensaio tem como objetivo simular os períodos de transporte e armazenamento anterior à utilização desses componentes metálicos. Para isso, foram incluídos no ensaio de corrosão cíclico períodos de exposição à névoa salina, exposição à câmara úmida e posterior resfriamento. O procedimento de ensaio foi desenvolvido com base nas normas ASTM B117:2011 – *Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus* e CEI/IEC 68-2-30:1980 – *Basic environmental testing*

^a Mestra, Engenheira Química, Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial - Universidade de Caxias do Sul

^b Engenheiro de Produção, Micromazza PMP Ltda, Universidade Federal do Rio Grande do Sul

^c Doutora, Professora, Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial - Universidade de Caxias do Sul

procedures – Part 2: Tests, e no procedimento EXCOR VCI-KORROSIONSSCHUTZ:2000 - *Testing the anti-corrosion effect of VCI films*. O resultado deste desenvolvimento de ensaio foi a implementação do Procedimento de Ensaio do Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial denominado LCOR-PE 022 Rev 00 – ENSAIO DE CORROSÃO CÍCLICO.

Palavras-chave: ensaio de corrosão, ensaio cíclico, inibidores de corrosão voláteis.

Introdução

A corrosão atmosférica é um processo natural que provoca a deterioração das superfícies metálicas e de suas propriedades químicas e mecânicas. É o resultado da ação individual ou combinada de oxigênio, umidade, temperatura e contaminantes atmosféricos, como por exemplo, dióxido de enxofre, cloretos etc. A abordagem convencional para proteger as superfícies metálicas contra a corrosão, especialmente durante o transporte e armazenamento envolve a seleção de ligas resistentes à corrosão, a utilização de revestimentos protetores temporários ou tintas de fundo. Estas medidas de prevenção são muitas vezes caras e de pouca praticidade. Um meio eficaz e relativamente de baixo custo para controlar a corrosão em ambientes fechados é a utilização de inibidores de corrosão voláteis, denominados VCI (*Volatile Corrosion Inhibitor*) (1-3).

Os VCI's compõem uma classe de compostos químicos, tais como, nitratos, carbonatos, sais de ácidos orgânicos e sais de aminas, que têm uma pressão de vapor adequada com a qual se difundem ao longo de um volume fechado, se adsorvem em qualquer superfície metálica exposta no interior do volume, e assim, minimizam a corrosão, formando de uma camada de proteção passiva (1,4). Mesmo quando adicionados a ambientes corrosivos em pequenas quantidades, os VCI's reduzem drasticamente a taxa de corrosão (5). Os VCI's são utilizadas como método de proteção temporário, para proteger substratos de metal contra a corrosão atmosférica, principalmente durante a armazenagem e transporte destes. VCI's fornecem uma forma eficaz e simples de controle da corrosão em sistemas fechados. O uso adequado de VCI's aumenta consideravelmente a vida de serviço de equipamentos e componentes metálicos (2,6).

Desta forma, o objetivo deste trabalho foi desenvolver uma metodologia de ensaio cíclico de corrosão para ser aplicado em embalagens poliméricas impregnadas com VCI utilizadas em componentes de válvulas e componentes metálicos em geral produzidos em aço carbono por uma empresa metalúrgica. O intuito é desenvolver um método que simule os períodos de transporte e armazenamento destes componentes, até a sua utilização efetiva, avaliando, desta forma, a eficiência deste método de proteção.

Metodologia

As embalagens com VCI nas quais as peças metálicas estavam inseridas foram ensaiadas em duplicata, em onze diferentes condições, como: fechamento com lacre polimérico (abraçadeira de nylon), fechamento com fita adesiva, diferentes VCI's, embalagem com VCI inserida em outra embalagem polimérica e sílica gel no interior da embalagem com VCI.

Para simular os períodos de transporte e armazenamento anterior à utilização dos componentes metálicos, foram incluídos no ensaio de corrosão cíclico aplicado às embalagens com VCI, períodos de exposição à névoa salina, exposição à câmara úmida e posterior resfriamento.

Os parâmetros de ensaio como temperatura, umidade relativa (UR) e tempo de ensaio de cada período foram definidos juntamente com o cliente, interessado no desenvolvimento deste método. Como suporte para este desenvolvimento de metodologia de ensaio, foram utilizadas as normas ASTM B117:2011 (7) e CEI/IEC 68-2-30:1980 (8), bem como o procedimento EXCOR VCI-KORROSIONSSCHUTZ:2000 (9).

Os ensaios de corrosão cíclicos foram executados na câmara cíclica, marca BASS, modelo USX-6000 - Cíclico, apresentada na Figura 1.



Figura 1 – Câmara cíclica utilizada para execução do ensaio cíclico.

Esta câmara cíclica possui um controlador lógico programável (CLP) que permite a programação de diferentes estágios durante o ensaio, como estágios de névoa salina seguidos de câmara úmida, resfriamento ou aquecimento. A câmara cíclica faz a troca automática destes estágios e abastece ou elimina seu reservatório de água localizado no fundo da câmara para obter os parâmetros desejados.

A temperatura dentro da câmara cíclica é controlada através de controladores de temperatura e a UR através de termohigrômetros. Todos os equipamentos de controle são devidamente calibrados.

Resultados e discussão

Como resultados deste desenvolvimento de método, implementou-se o Procedimento de Ensaio LCOR – PE 022 – ENSAIO DE CORROSÃO CÍCLICO (10). Um ciclo do ensaio cíclico de corrosão aplicado a amostras metálicas com embalagens poliméricas com VCI tem tempo total de 96 horas, sendo: 04 horas de exposição à névoa salina e posteriormente 55 minutos para avaliação das amostras; ciclo térmico composto por 05 minutos de exposição à névoa salina seguidos de 15 ciclos térmicos de 06 horas cada um. Ao final de cada ciclo térmico, com 90 horas de duração, as amostras são novamente avaliadas pelo período aproximado de 01 hora. Assim, totalizando as 96 horas de ensaio por ciclo. O número de ciclos a serem executados é conforme acordado e/ou solicitado pelo cliente.

Dentro deste ciclo, os parâmetros de cada estágio são apresentados a seguir. Para os estágios de exposição à névoa salina, os parâmetros são definidos conforme a norma ASTM B117:2011 (7), apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Parâmetros dos estágios de exposição à névoa salina

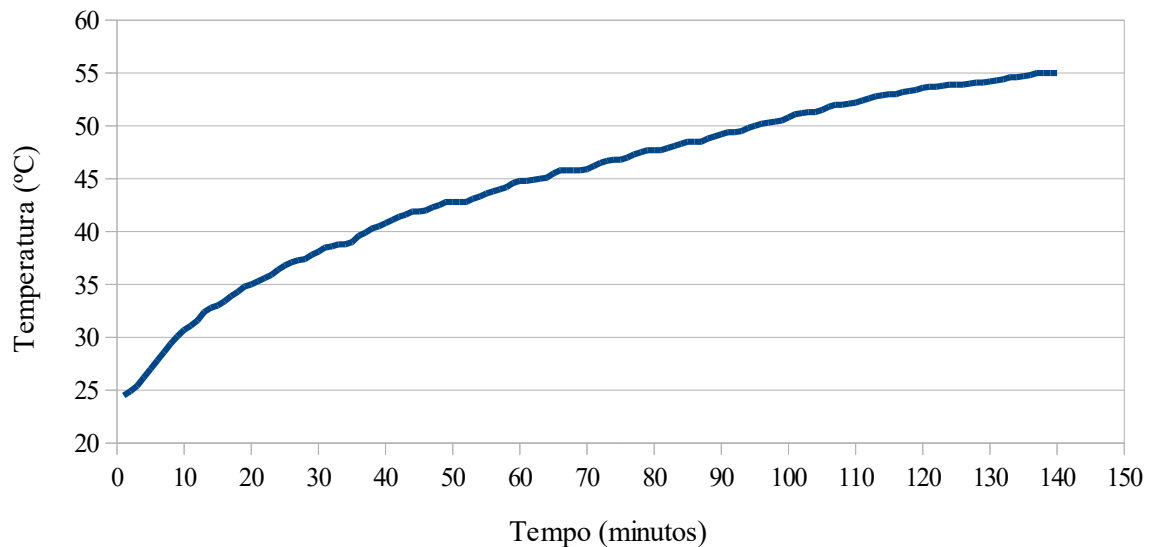
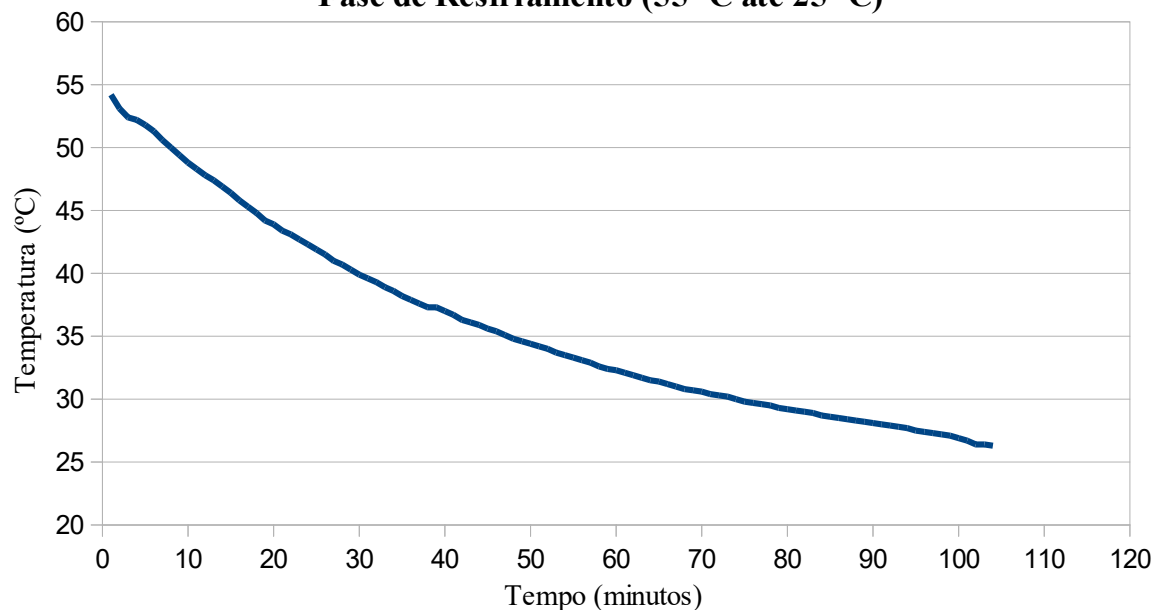
Descrição do parâmetro	Valor do parâmetro
Pressão constante do ejetor	0,7 kgf/cm ² a 1,7 kgf/cm ²
Temperatura da câmara	35 °C ± 2 °C
Solução de cloreto de sódio	5 % ± 1 %
Faixa de pH	6,5 a 7,2
Massa específica névoa coletada	1,0243 g/cm ³ a 1,0373 g/cm ³
Volume névoa coletada	1 mL/h a 2 mL/h

As fases do chamado ciclo térmico são apresentados na Tabela 2. A duração das fases de aquecimento até estabilização após o resfriamento é de 06 horas.

Tabela 2 – Fases do ciclo térmico

Descrição das fases do ciclo térmico	Valores de temperatura, UR e tempo de cada fase
Câmara úmida: fase de aquecimento	25° até 55°C pelo período de 2 h 20 min.: ao final desta fase obteve-se a temperatura de 55 °C ± 2 °C e UR de 95 % ± 5 %
Câmara úmida: fase de estabilização	55 °C ± 2 °C e UR de 95 % ± 5 % durante 1 h
Modo repouso: fase de resfriamento	55°C até 25°C durante 1 h 40 min.: ao final desta fase obteve-se a temperatura de 25 °C ± 3 °C sem necessidade de controle de UR;
Câmara úmida: fase de estabilização	25 °C ± 3 °C e UR de 75% ± 5% durante 1 h.

As Figuras 2 e 3 apresentam o monitoramento das fases de aquecimento e resfriamento do ciclo térmico, respectivamente. Esse monitoramento foi necessário para verificar a capacidade de aquecimento e resfriamento da câmara cíclica. Os tempos necessários para estas fases atingirem ao final as temperaturas requeridas, foram adotados no método de ensaio.

Fase de Aquecimento (25 °C até 55 °C)**Figura 2 – Monitoramento da fase de aquecimento do ensaio cíclico.****Fase de Resfriamento (55 °C até 25 °C)****Figura 3 – Monitoramento da fase de resfriamento do ensaio cíclico.**

Como para todas as outras amostras ensaiadas no LCOR, a preparação das amostras é de responsabilidade dos clientes. O formato e o tipo das amostras, assim como o critério de avaliação, são definidos pelo cliente ou seguem a especificação do material ou produto. Anteriormente à execução dos ensaios, as amostras podem ser limpas. Deve-se ter cuidado quanto ao material utilizado na limpeza, para que não prejudique ou danifique o material do

revestimento ou acabamento superficial das amostras. O método de limpeza é opcional e depende da natureza da superfície e dos contaminantes.

Se não houver outra especificação, as amostras devem ser suspensas ou suportadas em ângulos entre 15° e 30° em relação à vertical, preferencialmente paralelas à principal direção do fluxo de névoa. No caso de amostras com formas complexas, esse posicionamento depende da região a ser avaliada. As amostras não devem entrar em contato umas com as outras ou com qualquer material metálico, assim como a solução de uma amostra não deve gotejar sobre outra amostra.

Ao final dos ensaios verificou-se que quatro das onze configurações de embalagens ensaiadas atenderam aos critérios exigidos pela empresa solicitante do ensaio. A amostra denominada como CP11, obteve o melhor comportamento entre as onze testadas, já que ambos os corpos de prova não apresentaram alterações em relação à condição inicial do ensaio, conforme Figura 4. Esta configuração foi adotada como procedimento de embalagem da empresa.



Figura 4 – Imagem dos corpos de prova da amostra CP11 após a realização do ensaio de corrosão cíclico.

O CP11 foi preparado da seguinte maneira: corpos de prova de cantoneira jateada; proteção da superfície: água com 10% de Axxatec 80 + Cera Z-Maxx 6025 (nomes comerciais); proteção plástica corrugada e madeira; embalagem primária: saco filme com VCI e sachê inibidor de corrosão; embalagem secundária: saco barreira com sílica gel. O fechamento das embalagens foi realizado no formato pescoço com abraçadeira de nylon.

Conclusões

O método de ensaio cíclico de corrosão foi implementado e aplicado em diversas amostras metálicas de componentes de válvulas em aço carbono, sendo estas embaladas com materiais poliméricos impregnados com VCI. Como a preparação e as amostras são responsabilidade e interesse do cliente, sendo confidenciais, não temos informações sobre os produtos das embalagens poliméricas, bem como dos VCI's utilizados nestas amostras.

Esta metodologia passou a ser utilizada para a homologação de embalagens com VCI's para fornecimento de componentes de válvulas da empresa Micromazza para uma grande empresa brasileira da área de petróleo e gás. A configuração aprovada foi implementada ao procedimento de embalagens P-SGQ/009 da empresa Micromazza.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório de Corrosão e Proteção Superficial (LCOR-UCS) e a empresa Micromazza PMP Ltda.

Referências bibliográficas

- (1) PEREIRA, E. A., TAVARES, M. F. M. Determination of volatile corrosion inhibitors by capillary electrophoresis. **Journal of Chromatography A**, 1051, p. 303-308, 2004.
- (2) FOCKE W. W., NHLAPO, N. S., VUORINEN, E. Thermal analysis and FTIR studies of volatile corrosion inhibitor model systems. **Corrosion Science**, 77, p. 88-96, 2013.
- (3) RAMMELT, U., KOEHLER, S., REINHARD, G. Use of vapour phase corrosion inhibitors in packages for protecting mild steel against corrosion. **Corrosion Science**, 51, p. 921-925, 2009.
- (4) TORMOEN, G., DANTE, J., SRIDHAR, N. Correlation of In-Situ VCI Adsorption Monitoring with Real-Time Corrosion Rate Measurements, **Corrosion/2007: Annual Conference & Exposition (NACEExpo 2007)**, Nashville, TN; USA; 11-15 Mar. 2007.
- (5) ZHANG, D., AN, Z., PAN, Q., GAO, L., ZHOU, G. Volatile corrosion inhibitor film formation on carbon steel surface and its inhibition effect on the atmospheric corrosion of carbon steel. **Applied Surface Science**, 253, p. 1343-1348, 2006.
- (6) SKINNER, W. A new method for quantitative evaluation of volatile corrosion inhibitors. **Corrosion Science**, vol. 35, n. 5-8, p. 1491-1494, 1993.
- (7) ASTM B117:2011 – *Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus*.
- (8) CEI/IEC 68-2-30:1980 – *Basic environmental testing procedures – Part 2: Tests*.
- (9) EXCOR VCI-KORROSIONSSCHUTZ:2000 - *Testing the anti-corrosion effect of VCI films*.
- (10) LCOR – PE 022 Rev 00 – ENSAIO DE CORROSÃO CÍCLICO, Fev. 2014.