Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba

AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL NA PROPRIEDADE MECÂNICA E MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO AISI 630

Lunior de Oliveira da Silva
Yasmin Fonseca de Oliveira

Pindamonhangaba - SP
2024

Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba

AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL NA PROPRIEDADE MECÂNICA E MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO AISI 630

Lunior de Oliveira da Silva
Yasmin Fonseca de Oliveira

Monografia apresentada à Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba para graduação no Curso Superior de Tecnologia em Processos Metalúrgicos

Orientador(a): Cesar Alves Da Silva Leandro

Pindamonhangaba - SP
2024

S586a Silva, Lunior de Oliveira da.
Avaliação do efeito do tratamento térmico de envelhecimento artificial na propriedade mecânica e microestrutura do aço inoxidável martensítico AISI 630 / Lunior de Oliveira da Silva; Yasmin Fonseca de Oliveira / FATEC Pindamonhangaba, 2024.
48f.; il.

Orientador: Professor Dr. César Alves da Silva Leandro
Monografia (Graduação) – FATEC – Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba. 2024

1. Tratamento térmico. 2. Solubilização. 3. Aço inoxidável. 4. Dureza. 5. Microestrutura. I. Silva, Lunior de Oliveira da. II. Oliveira, Yasmin Fonseca de. III. Leandro, César Alves da Silva. IV. Título.

CDD 669

Sueli Camargo de Souza – Bibliotecária FATEC Pindamonhangaba – CRB/8 7788

Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba

"AVALIAÇÃO DO EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL NA PROPRIEDADE MECÂNICA E MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO AISI 630".

Lunior de Oliveira da Silva
Yasmin Fonseca de Oliveira

Monografia apresentada à Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba, para graduação no Curso Superior de Tecnologia em Processos Metalúrgicos.

Comissão Examinadora

Orientador – Prof. Dr. César Alves da Silva Leandro

Membro – Prof. Me. Marcelo Bergamini de Carvalho

Membro – Sr. Renato Dos Santos Amorim

Pindamonhangaba, 01 de julho de 2024.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho, primeiramente, a Deus e aos nossos familiares e amigos que nos apoiaram durante esta jornada de estudo, em especial, à memória de Avelino Alves Fonseca e Cleber de Oliveira da Silva.

AGRADECIMENTO

Agradecemos ao nosso professor Cesar Alves Da Silva Leandro pelo apoio na orientação e dedicação deste trabalho;

Ao nosso amigo Leandro Pedro da Silva, ao Renato Dos Santos Amorim e ao nosso professor Alexandre Sartori no apoio ao longo do desenvolvimento deste trabalho;

Aos professores e integrantes da Faculdade de Tecnologia – FATEC Pindamonhangaba e a todos que apoiaram a execução deste trabalho.

EPÍGRAFE

“Cada um de nós tem que começar a desenvolver sua própria definição de sucesso. E quando temos essas expectativas específicas de nós mesmos, é mais fácil fazermos jus a elas. Por fim, não é sobre o que você recebe ou dá. É o que você se torna”

Mary Gates

SILVA, L. O.; OLIVEIRA, Y. F. **Avaliação de Efeito Do Tratamento Térmico De Envelhecimento Artificial Na Propriedade Mecânica e Microestrutura Do Aço Inoxidável AISI 630**. 2024. 49p. Trabalho de Graduação (Curso de Processos Metalúrgicos). Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba. Pindamonhangaba. 2024.

RESUMO

O tratamento térmico de envelhecimento artificial tem por finalidade aumentar as propriedades mecânicas do material, em especial sua dureza, favorecida por meio da precipitação de compostos intermetálicos ricos em cobre, embora, outros elementos de liga como o nióbio também precipitam durante este processo. O presente trabalho objetivou analisar o tratamento de solubilização seguido por envelhecimento e superenvelhecimento artificial no aço inoxidável martensítico endurecido por precipitação AISI 630 / 17-4 PH.

Esse aço oferece uma combinação notável quanto à resistência à corrosão e ao aumento de dureza. O tratamento térmico consistiu na solubilização a 1050°C durante 22 minutos de acordo com a dimensão da peça, seguido por resfriamento em água. Após solubilização e resfriamento, realizou-se o envelhecimento artificial a 480°C durante 1 hora, seguido por resfriamento ao ar.

Ao final dos tratamentos térmicos e análise da microestrutura, notou-se que não houve a visualização aparente dos compostos intermetálicos de cobre, visto que, são de dimensões demasiadamente pequenas. Contudo, ocorreu o aumento significativo na dureza devido à precipitação de uma segunda fase no caso do envelhecimento, enquanto houve uma queda na dureza após o superenvelhecimento devido à presença de precipitados incoerentes com a matriz.

Palavras-chave: Solubilização, Envelhecimento, Superenvelhecimento, Tratamento Térmico, Dureza, Aço inoxidável, Microestrutura.

SILVA, L. O.; OLIVEIRA, Y. F. **Evaluation of the Effect of Artificial Aging Heat Treatment on the Mechanical Properties and Microstructure of AISI 630 Stainless Steel**. 2024. 49p. Graduation Project (Metallurgical Processes course). College of Technology of Pindamonhangaba. Pindamonhangaba. 2024.

ABSTRACT

The purpose of the artificial ageing heat treatment is to increase the mechanical properties of the material, especially its hardness, which is favored by the precipitation of copper-rich intermetallic compounds, although other alloying elements such as niobium also precipitate during this process. The aim of this study was to analyse the treatment of solubilization followed by ageing and artificial super-ageing of the precipitation-hardened martensitic stainless steel AISI 630 / 17-4 PH.

This steel offers a remarkable combination of corrosion resistance and increased hardness. The heat treatment consisted of solubilization at 1050°C for 22 minutes according to the size of the part, followed by cooling in water. After solubilization and cooling, artificial ageing was carried out at 480°C for 1 hour, followed by cooling in air.

At the end of the heat treatments and microstructure analysis, it was noted that there was no apparent visualization of the copper intermetallic compounds, since they are too small, however, there was a significant increase in hardness due to the precipitation of a second phase in the case of aging, as well as a drop in hardness after super-aging due to the presence of precipitates incoherent with the matrix.

Keywords: Solubilization, Aging, Superaging, Heat treatment, Hardness, Stainless steel, Microstructure.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do aço inoxidável AISI 630. 31
Tabela 2- Tratamento térmico das amostras 32
Tabela 3 - Resultados dos ensaios de dureza após tratamento térmico. 34
Tabela 4 - Resultado de ensaios conforme literatura 35

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Processo de passivação do aço inoxidável.....21
Figura 2 - Diagrama de fases alumínio-cobre e as microestruturas após o resfriamento da liga Al-4% Cu.....23
Figura 3 - Parte rica em alumínio do diagrama Al - Cu, que mostra as três etapas no tratamento térmico de envelhecimento e as microestruturas produzidas. 24
Figura 4 - Precipitado incoerente não tem nenhuma relação com a estrutura cristalina da matriz circundante. Precipitado coerente se forma de modo que existe uma relação definida entre as estruturas cristalinas do precipitado e da matriz.....26
Figura 5 - Partícula coerente cisalhada pela discordância, produzindo nova interface e APB - Ant-Phase-Boundary. 27
Figura 6 - Mecanismo de Orowan para a movimentação de discordâncias em um cristal que contenha precipitados. 27
Figura 7 - Representação esquemática de vários estágios na formação da fase precipitada de equilíbrio, solução sólida supersaturada e fase precipitada de transição, fase de equilíbrio na fase matriz.....28
Figura 8 - Efeito da temperatura e do tempo de envelhecimento no limite de escoamento da liga Al - Cu. 29
Figura 9 - Gráfico dos resultados dos ensaios de dureza de cada tratamento térmico 35
Figura 10 - Micrografia MEV da liga no estado após solubilizada.....36
Figura 11 - Micrografia MEV da liga no estado envelhecido. 37
Figura 12 - Micrografia MEV da liga no estado superenvelhecido. 37
Figura 13 - Micrografia MEV da liga envelhecida com as regiões sinalizadas nas quais foram realizadas as microanálises.....38
Figura 14 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 1.....39
Figura 15 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 2.....39
Figura 16 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 3.....40
Figura 17 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 4.....40
Figura 18 - Espectro correspondente à microanálise realizada na matriz após solubilização. .41
Figura 19 - Espectro correspondente à microanálise realizada na matriz envelhecida. 41
Figura 20 - Espectro correspondente à microanálise realizada na matriz superenvelhecida....42

Figura 21 - Micrografia MEV da liga superenvelhecida com a região sinalizada na qual foi realizada a microanálise.....43
Figura 22 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 1 superenvelhecida. 43

Sumário

1. INTRODUÇÃO 14

1.1 PROBLEMA 15

1.2 OBJETIVOS 15

1.2.1 Objetivo Geral 15

1.2.2 Objetivos Específicos 15

1.3 JUSTIFICATIVA 15

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 17

2.1 SELEÇÃO DOS MATERIAIS 17

2.2 LIGAS COMERCIAIS E SUAS PROPRIEDADES DE MANEIRA GERAL 17

2.3 CLASSIFICAÇÃO DO AÇO 17

2.4 AÇOS INOXIDÁVEIS E SUAS CLASSIFICAÇÕES 18

2.4.1 Aço Inoxidável Martensítico 18

2.4.2 Aço Inoxidável Ferrítico 18

2.4.3 Aço Inoxidável Austenítico 19

2.4.4 Aço Inoxidável Duplex 19

2.4.5 Aços endurecidos por precipitação 20

2.5 RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS 20

2.6 INFLUÊNCIA DE ELEMENTOS DE LIGA 21

2.7 ÁREAS DE APLICAÇÃO 22

2.8 TRATAMENTO TÉRMICO DE AÇOS INOXIDÁVEIS 22

2.8.1 Ligas endurecidas por supersaturação 23

2.8.2 Endurecimento por precipitação ou envelhecimento 24

2.8.3 Desenvolvimento dos precipitados 25

2.8.4 Precipitado coerente e incoerente 26

2.9 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO 26

2.9.1 Endurecimento por deformação de coerência 26

2.9.2 Endurecimento químico 27

2.9.3 Endurecimento por dispersão 27

2.10 SUPERENVELHECIMENTO 28

2.10.1 Influência da temperatura e tempo de envelhecimento nas propriedades mecânicas 29

2.10.2 As exigências no processo de envelhecimento 29

2.11 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO 17-4 PH 30

3. MATERIAIS E MÉTODOS 31

3.1 TRATAMENTO TÉRMICO 31

3.2 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA 32
3.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL 33
3.4 ENSAIO DE DUREZA 33
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES 34
4.1 ENSAIO DE DUREZA ROCKWELL C 34
4.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL 36
5. CONCLUSÃO 45
6. REFERÊNCIAS 46

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis possuem em sua principal característica a resistência à corrosão devido à adição de cromo em sua composição química, contudo, com a adição de outros elementos de liga como o níquel, por exemplo, pode-se proporcionar outras propriedades que, quando combinados com a resistência à corrosão, torna os aços inoxidáveis para aplicações multifuncionais. (CALLISTER, 2016)

Além disso, determinados tratamentos térmicos podem também conferir ao aço maior resistência e dureza, já que algumas ligas podem ser alteradas através de precipitação de segunda fase de elementos uniformemente dispersos na matriz. (ASKELAND, 2015)

Para atingir esse objetivo é feito tratamento térmico apropriado, o qual é chamado de endurecimento por envelhecimento ou endurecimento por precipitação, pois atinge a resistência e a dureza conforme o tempo, ou seja, conforme a liga sofre envelhecimento.

É necessário notar que o endurecimento por precipitação e tratamento de aços para formação de martensita revenida são processos distintos, embora apresentem certas semelhanças. Essa distinção é notada pela forma como o endurecimento e aumento da resistência são atingidos. (CALLISTER, 2016)

Os mecanismos para endurecimento de ligas são diversos, logo, não há um predomínio de como atingir tal dureza, ou seja, a forma como se obtém em uma liga pode não se alcançar em outra. Porém, em comum, aumentar a dureza é dificultar a movimentação das discordâncias. Os precipitados de segunda fase ocasionam isso e, para haver a movimentação das discordâncias, é necessário aumento da força cisalhante, ou seja, da tensão. (REED HILL, 1982)

1.1 PROBLEMA

Nas operações industriais, para que seja possível atender determinados projetos, é essencial compreender as propriedades dos materiais, selecioná-los corretamente, e assim, assegurar um desempenho satisfatório.

Os aços inoxidáveis são metais que possuem alta resistência à corrosão comparada a outros aços, contudo, sem o controle do tratamento térmico para que o aço obtenha uma dureza mais elevada, pode-se resultar em um superenvelhecimento, ocasionando uma alta queda na dureza, tornando esses materiais suscetíveis à corrosão intergranular, quando aquecidos durante longos períodos dentro de faixas específicas de temperatura.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo Geral

Avaliar o efeito do tratamento térmico de Solubilização, Envelhecimento artificial e Superenvelhecimento na propriedade mecânica e microestrutura do Aço Inoxidável Martensítico AISI 630.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Aplicar o tratamento térmico de solubilização seguido de têmpera em água para supersaturar a solução sólida;
- Analisar a temperatura e tempo dos processos de solubilização, envelhecimento e superenvelhecimento;
- Realizar ensaios de dureza no material tratado termicamente para mostrar as durezas alcançadas;
- Apresentar o efeito dos precipitados de segunda fase na microestrutura do material.

1.3 JUSTIFICATIVA

O aço inoxidável é amplamente reconhecido por sua característica principal, a resistência à corrosão, devido a essa propriedade o torna ideal para aplicação em industrias que estão mais expostas a ambientes corrosivos, sendo assim, pode-se prevenir perdas precoces de equipamentos. Além disso, é possível combinar outras propriedades, como dureza e resistência mecânica, para que esse material possa ser utilizado em diversos setores.

Assim, o aço inoxidável em certas situações pode ser utilizado em vez do aço carbono, que normalmente utiliza diversos outros tipos de tratamentos térmicos, não só para que sua resistência mecânica e dureza sejam elevadas, como também a aplicação de tratamento superficial de peças, para que seja aumentada a resistência à corrosão.

Portanto, o presente trabalho mostra os efeitos do tratamento térmico de envelhecimento artificial em um aço inoxidável martensítico AISI 630, onde ocorre a precipitação de segunda fase na microestrutura, resultando no endurecimento do material.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 SELEÇÃO DOS MATERIAIS

A escolha de um material deve possuir uma combinação das propriedades certas para uma aplicação em particular. Além disso, a escolha do material é influenciada pela facilidade em se conformar ou fabricar.

Portanto, o profissional envolvido no processo deve possuir conhecimentos, para tomar as melhores decisões e deve oferecer solução econômica aos problemas do projeto, sendo viável tecnicamente e comercializável. É de suma importância também proteger o meio ambiente e estimular a reciclagem dos materiais. (CALLISTER, 2016)

2.2 LIGAS COMERCIAIS E SUAS PROPRIEDADES DE MANEIRA GERAL

Segundo Silva (1988), as ligas são classificadas de acordo com a composição, sendo divididas em ferrosas e não ferrosas. As ligas ferrosas possuem o ferro como elemento principal, as quais incluem os aços e ferros fundidos. Enquanto as ligas não ferrosas, não possuem o ferro como elemento principal.

As ligas ferrosas são as mais produzidas que qualquer outro metal. Elas são muito utilizadas nas áreas de engenharia, os motivos para tais usos, deve-se: a abundância de ferro na crosta terrestre; metalurgia extrativa, física e transformação econômica; variedade de propriedades físicas e mecânicas.

A corrosão pode ser um fator de desvantagem dessas ligas ferrosas, porém, pode-se evitar ou diminuir a susceptibilidade a esse fenômeno com adição de elementos de liga, por exemplo.

2.3 CLASSIFICAÇÃO DO AÇO

Os aços são ligas que contêm principalmente Ferro e Carbono, além desses possuem outros elementos de liga. A classificação mais comum dos aços é de acordo com o teor de carbono, sendo baixo, médio ou alto. Ademais, há subclasses dentro desse grupo em função do teor dos elementos de liga. (CALLISTER, 2016)

2.4 AÇOS INOXIDÁVEIS E SUAS CLASSIFICAÇÕES

Os aços inoxidáveis são aqueles os quais contém teor mínimo de 11% de cromo como elemento de liga principal e sua estrutura é determinada pela composição química, principalmente, pelos teores de carbono, cromo, níquel, manganês, molibdênio etc., bem como pelos tratamentos térmicos e mecânicos realizados. (ASKELAND, 2015)

Essas ligas apresentam como características principais resistência à corrosão, em especial à atmosfera ambiente; propriedades mecânicas a temperaturas elevadas e tenacidade.

Segundo Colpaert (2008), os aços inoxidáveis são classificados em cinco categorias de acordo com a microestrutura predominante à temperatura ambiente.

2.4.1 Aço Inoxidável Martensítico

Aços inoxidáveis martensíticos têm sua classificação “básica” AISI 410 (0,1 C e 12% Cr), suas outras classificações possuem variações no teor de carbono e adição de outros elementos de liga como no AISI 420 (0,2% C e 2% Ni), e AISI 440 (17% Cr). Os aços inoxidáveis martensíticos são considerados equivalentes aos aços para têmpera e revenimento, sua diferença está no teor de cromo, o qual promove elevada temperabilidade. Esses aços podem ser austenitizados a temperaturas consideravelmente altas (925 e 1070°C), dissolvendo os carbonetos e obtendo austenita uniforme, visto que, o controle dos grãos austeníticos garante a tenacidade.

Além do controle de grão, alguns elementos de liga, quando adicionados, podem promover alteração nas propriedades. (COLPAERT, 2008)

2.4.2 Aço Inoxidável Ferrítico

Em aços inoxidáveis ferríticos, o cromo é o principal elemento de liga e pode alcançar valores altos, superiores a 25% como por exemplo o AISI 446 (27% Cr).

No entanto, os aços chamados “ferríticos” podem apresentar entre 30% a 50% de austenita, quando passa por um aquecimento acima de 800°C. Para entender essa porcentagem de austenita, a análise desse aço pode ser feita no diagrama ternário Fe-Cr-C, em que o carbono faz formar austenita em altas temperaturas e ainda pode transformar-se em martensita se temperado. Para o uso desses aços, normalmente passam por recozimento, para evitar a martensita e distribuir uniformemente o cromo, após os carbonetos se formarem de maneira estável.

Suas propriedades mecânicas se assemelham aos austeníticos em relação à resistência, mas não possuem a mesma ductilidade, também são aços limitados a baixas temperaturas devido à fragilidade. (COLPAERT, 2008)

2.4.3 Aço Inoxidável Austenítico

Da família dos aços inoxidáveis, o austenítico é o mais comum entre eles, sua principal característica é a alta resistência à corrosão em razão dos seus elementos de liga. Além disso, possui alta tenacidade, soldabilidade e pode ter aplicações criogênicas em virtude de não sofrer transição dúctil-frágil, como também aplicações à altas temperaturas devido à resistência ao amolecimento e à deformação a quente.

A estrutura austenítica é estabilizada em temperatura ambiente, esse aço possui níquel e, em algumas de suas classificações, manganês cujos elementos são estabilizadores desta estrutura (CFC).

O tratamento térmico mais comum do aço inoxidável austenítico é a solubilização a qual visa garantir a estrutura à temperatura ambiente e dissolver os carbonetos. Outro tipo de tratamento térmico aplicado é o alívio de tensões com a finalidade de eliminar, de forma total ou parcial, as tensões internas originadas da deformação plástica ou após a soldagem. (COLPAERT, 2008)

2.4.4 Aço Inoxidável Duplex

Os aços inoxidáveis duplex possuem em sua microestrutura aproximadamente duas fases iguais: ferrítico-austenítico. A estrutura duplex apresenta grãos mais finos comparados aos outros aços inoxidáveis de fase única, isso promove uma resistência mecânica maior em relação ao aço inoxidável austenítico, por exemplo.

A composição química desse aço possui cromo e níquel aos quais promovem resistência à corrosão; molibdênio, melhora a resistência a corrosão localizada e generalizada; cobre, favorece o endurecimento por precipitação e o carbono, com variações entre, 0,01% e 0,5% proporciona aumento na resistência mecânica e resistência ao desgaste. No entanto, essa variedade em sua composição química eleva a estabilidade da fase sigma, podendo fragilizar o material. Portanto, o tratamento térmico desse aço exige cuidados específicos para evitar a precipitação de outras fases. (COLPAERT, 2008)

2.4.5 Aços endurecidos por precipitação

Os aços inoxidáveis endurecidos por precipitação (PH - Precipitation Hardening) são uma opção quando se deseja uma alta resistência à corrosão e ainda aumento na dureza. O mecanismo de endurecimento por precipitação também é aplicado em ligas de alumínio, no qual a precipitação de uma segunda fase coerente por meio de uma solução sólida supersaturada, é produzido por um tratamento térmico chamado de envelhecimento.

Os aços endurecidos por precipitação possuem três classificações: martensíticos, austeníticos e semi-austeníticos. O aço mais aplicado dessa classificação é o 17-4 PH, que em alguns casos são fornecidos solubilizados. Sua composição típica inclui aproximadamente 17% de Cromo, 4% de Níquel, 4% de Cobre e 0,3% de Nióbio. (SANDMEYER, 2024)

Para os aços martensíticos, as alterações foram na adição de outros elementos de liga a fim de promoverem os precipitados e também a redução de níquel. A resistência à corrosão desse aço é similar ao austenítico AISI 304, além das propriedades mecânicas mais elevadas.

O tratamento térmico realizado é de solubilização, para que os compostos intermetálicos como o cobre, nióbio e alumínio sejam dissolvidos na matriz. Em aços martensíticos, que possuem uma matriz martensítica e baixo teor de carbono, a dureza inicial é baixa. Após o tratamento de solubilização, o material é resfriado rapidamente, para evitar tais compostos intermetálicos.

Além da solubilização, para que haja o endurecimento, é necessário o tratamento de envelhecimento, o qual é realizado em temperaturas relativamente baixas, mas se não controladas junto ao tempo, podem causar diferentes efeitos nas propriedades finais do material. (COLPAERT, 2008)

2.5 RESISTÊNCIA À CORROSÃO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS

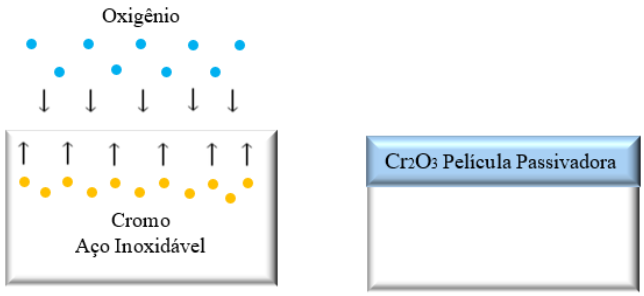
A corrosão é considerada um processo espontâneo, podendo ser de reações químicas e eletroquímicas na superfície do metal, e todos estão sujeitos ao ataque corrosivo dependendo do meio em que se encontra.

Segundo Gentil (2017), alguns materiais metálicos podem apresentar um comportamento que os tornam passivos em alguns meios, ou seja, detém resistência considerável à corrosão. A passivação depende do material e meio, esse processo em aços inoxidáveis é adquirido de forma mais estável.

A proteção à corrosão se forma através de uma fina película de óxido ou por um estado oxidado aderente à superfície metálica, a qual dispõe de alta proteção e resiste ao ataque em diversos meios corrosivos e até mesmo quando fraturados, podem gerar novamente a película protetora.

O mecanismo de resistência à corrosão do aço inoxidável se dá devido à sua composição química a qual contém no mínimo 12% de cromo e, quando em contato com o oxigênio, forma-se uma película passivadora de óxido (Cr2O3), como apresentado na figura abaixo

Figura 1 - Processo de passivação do aço inoxidável



Fonte: Adaptado de Walter Surface Technologies.

Embora o aço inoxidável seja conhecido por ser um material resistente à corrosão, se submetido a determinados ambientes, esse metal sofre específicos tipos de corrosão, como, por exemplo, no aço inoxidável austenítico AISI 304, quando na presença do íon de cloreto, sofre corrosão localizada embora sua alta resistência. Portanto, é importante entender a classificação desse material para selecionar o adequado para a aplicação. (GENTIL, 2017)

2.6 INFLUÊNCIA DE ELEMENTOS DE LIGA

Alguns elementos de liga são adicionados intencionalmente para conferir certas propriedades ao aço inoxidável, um dos principais é o cromo no qual cria uma camada que confere ao material resistência à corrosão. Outro elemento importante é o níquel, esse contribui não somente para a resistência à corrosão, mas também estabiliza a austenita e em aços inoxidáveis endurecidos por precipitação, aumenta o potencial termodinâmico na nucleação de fases.

Além disso, o nióbio em aços austeníticos é adicionado para promover a resistência à corrosão intergranular e, assim como o tântalo, forma carbonetos estáveis para a estabilidade da estrutura. (SILVA, 1988)

2.7 ÁREAS DE APLICAÇÃO

Segundo Silva (1988), os aços inoxidáveis possuem uma vasta área de aplicação devido às suas propriedades mecânicas e à sua resistência à corrosão, contudo, não somente suas propriedades são visadas, mas também sua aparência, a estética do acabamento superficial, como é no caso de esculturas e em eletrodomésticos.

Além disso, pode-se citar a aplicação desse material em componentes de aeronaves, equipamentos na área petrolífera e indústrias. Devido ao uso de agentes agressivos em sistemas hidráulicos de condução de líquidos e parafusos de esferas de rolamento, usa-se o aço inoxidável em razão da resistência mecânica e dureza obtidos por meio de endurecimento por precipitação, aumentando a vida útil dessas peças e equipamentos.

Outras aplicações as quais podem ser citadas do aço inoxidável, são na indústria automobilística em sistemas de válvulas, componentes de cinto de segurança, bem como em transporte marítimo, utilizando o aço duplex devido a melhor resistência à corrosão e aço austenítico no caso de transporte em condições criogênicas. (SILVA, 1988)

2.8 TRATAMENTO TÉRMICO DE AÇOS INOXIDÁVEIS

Um dos processos mais importantes de endurecimento dos metais ocorre através do endurecimento por precipitação ou envelhecimento. Esse processo é mais frequente em ligas não ferrosas, principalmente, ligas de alumínio e magnésio. Neste estudo, será mostrado o processo de envelhecimento de ligas de Al - Cu devido a questões didáticas e ao embasamento teórico encontrado na literatura, todavia, os princípios básicos são aplicados a outros sistemas de ligas, especialmente, o aço inoxidável martensítico AISI 630 (17-4 PH), o qual é utilizado no presente trabalho. (ASKELAND, 2015).

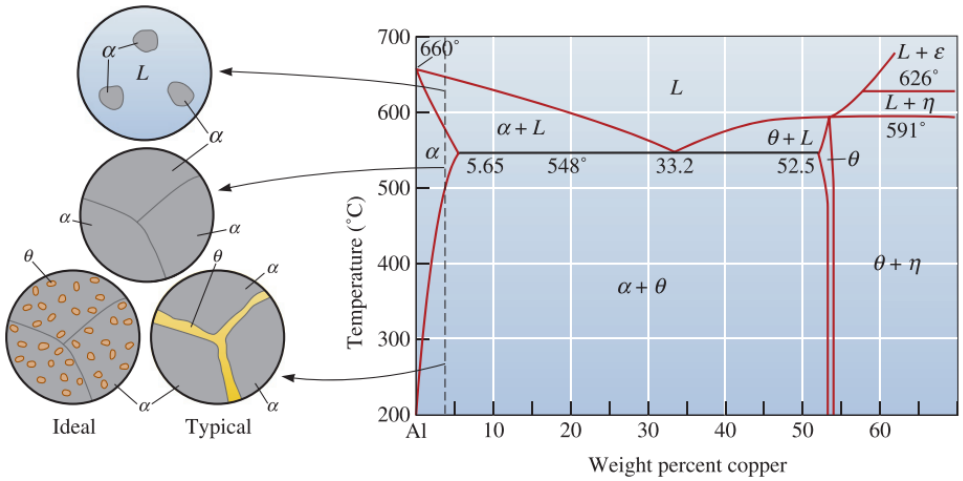
Para ocorrer a formação de um precipitado β a partir de uma matriz solida α, deve haver nucleação e crescimento. Essa partícula de segunda fase não preenche o mesmo volume que a matriz já existente em tal local, ocasionando deformações elásticas para acomodar o precipitado. Abaixo é apresentado alguns conceitos básicos com a finalidade de maior compreensão:

- **Nucleação**: ocorre mais facilmente nas interfaces já existentes na microestrutura, logo, as fases precipitadas formam núcleos heterogêneos de maneira mais fácil, havendo nucleação nos contornos de grãos e em outros defeitos.

- **Crescimento**: geralmente o crescimento dos precipitados ocorre por difusão e redistribuição de átomos solutos. Os átomos difundem de sua origem e se incorporam à estrutura cristalina do precipitado. Comumente, a etapa controladora do crescimento é a difusão no estado sólido, porém, em outros casos os átomos podem ter uma forte energia de ligação com a matriz ou o crescimento do precipitado deformar muito a matriz.
- **Cinética**: a cinética do processo de transformação depende da nucleação e do crescimento. Muitos núcleos presentes em certa temperatura, o crescimento se acelera, pois, há muitos locais para ocorrer a transformação e termina em menos tempo. Para certa quantidade de núcleos a temperaturas maiores, o coeficiente de difusão é maior, portanto, as taxas de crescimento são mais acentuadas, e a nova fase se transforma aceleradamente.
- **Efeito da temperatura:** com a diminuição da temperatura, há limitação da difusão, à vista disso, a nucleação e crescimento dependem da temperatura e a taxa de transformação de fases depende do super-resfriamento.

2.8.1 Ligas endurecidas por supersaturação

Figura 2 - Diagrama de fases alumínio-cobre e as microestruturas após o resfriamento da liga Al-4% Cu.



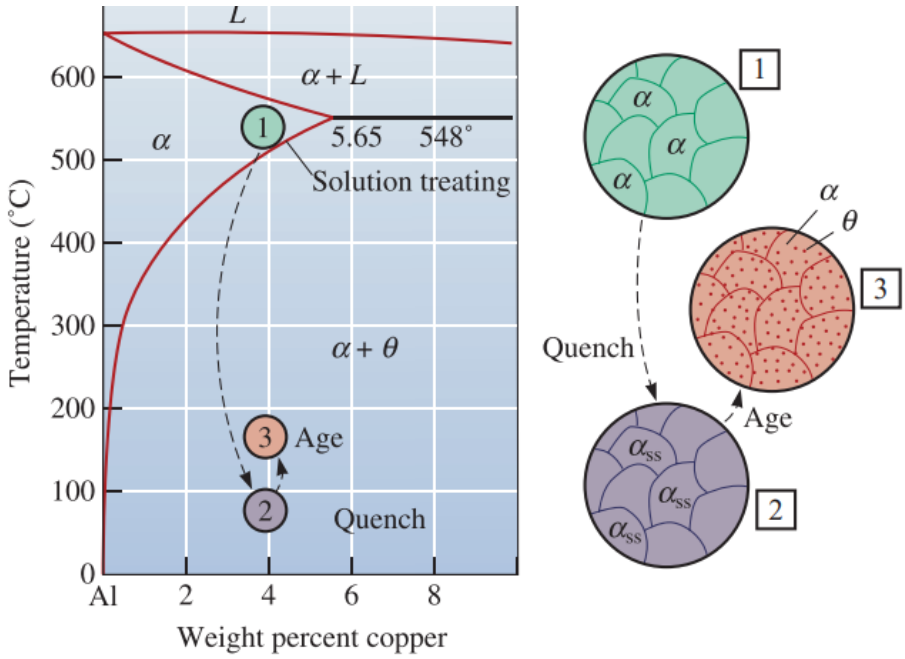
Fonte: Askeland, 2015.

O endurecimento da liga de Al-Cu advém através do limite de solubilidade excedido do Cu no Al. Por exemplo, uma liga de alumínio com 4% de cobre, na temperatura entre 500°C e 560°C é 100% α, sendo a fase α uma solução sólida. Ao resfriar o material abaixo da temperatura solvus lentamente, acontece a precipitação de segunda fase θ, a qual é um composto intermetálico $CuAl_2$, duro e frágil e endurece por dispersão. (ASKELAND, 2015).

2.8.2 Endurecimento por precipitação ou envelhecimento

Na realização deste processo, é feito uma sequência de transformações de fases, resultando na dispersão de precipitados coerentes de modo uniforme em nanoescala diante de uma matriz macia e dúctil. Com esse propósito, 3 etapas são cumpridas, sendo elas: solubilização, resfriamento rápido e envelhecimento. A liga Al - 4% Cu serve como modelo para apresentar a evolução microestrutural desse endurecimento. (ASKELAND,2015).

Figura 3 - Parte rica em alumínio do diagrama Al - Cu, que mostra as três etapas no tratamento térmico de envelhecimento e as microestruturas produzidas.



Fonte: Askeland, 2015.

- **Fase 1: Processo de Solubilização**

A liga é aquecida à temperatura superior da solvus e retida até formar uma solução sólida homogênea α. Nessa presente etapa, ocorre a dissolução dos precipitados da fase θ e também diminui a segregação química da liga, a qual estava anteriormente. (ASKELAND, 2015).

- **Fase 2: Resfriamento Brusco**

Posteriormente à solubilização, a liga, que contém apenas uma fase α na microestrutura, é submetida a um resfriamento brusco. Isso não permite o surgimento de segunda fase de equilíbrio θ, porque o resfriamento rápido não permite a difusão dos átomos para regiões de

nucleação em curto espaço de tempo. A microestrutura obtida é uma solução supersaturada α_{ss} com excesso de cobre e ela é metaestável, isto é, pode se transformar com o propósito de maior equilíbrio termodinâmico. (ASKELAND,2015)

- **Fase 3: Envelhecimento**

A fase α supersaturada é aquecida a uma temperatura abaixo da solvus e por não ser muito elevada, os átomos se difundem por curtas distâncias. Desse modo, os átomos de cobre em excesso difundem para os locais de nucleação e os precipitados aumentam. Contanto que seja mantido tempo suficiente na temperatura de envelhecimento, ocorre a formação da microestrutura de equilíbrio α + θ, porém, a morfologia não é a mesma da microestrutura lograda no resfriamento lento da mesma liga. (ASKELAND,2015)

Portanto, ao serem realizadas todas essas etapas, obtêm-se pequenos precipitados da fase θ dispersos de maneira uniforme, proporcionando endurecimento ao material. Esse endurecimento ocorre devido às deformações na rede na interface precipitado-matriz, em específico, distorção da estrutura da rede cristalina em torno e na vizinhança das partículas das fases de transição, impedindo a movimentação das discordâncias. (CALLISTER, 2016)

É de suma importância diferenciar o envelhecimento artificial e natural. No envelhecimento artificial, a formação dos precipitados ocorre pelo aquecimento; no natural, à temperatura ambiente. Além disso, o pico de resistência mecânica máxima é alcançado, quando as ligas são tratadas por envelhecimento natural. (ASKELAND, 2015)

2.8.3 Desenvolvimento dos precipitados

Segundo Askeland (2015), no início do processo de envelhecimento da liga alumínio-cobre, verifica-se a formação de precipitados muito finos de não equilíbrio chamados de zonas de Guinier-Preston, tornando-se esses iniciadores da fase θ de equilíbrio. Previamente, dá-se a formação das zonas GP-I, as quais consistem na concentração de átomos de cobre em planos, originando os precipitados muito finos. Ao decorrer do processo, há mais difusão de átomos de cobre, decorrendo o espessamento das zonas GP-I, formando-se discos finos, os quais são as regiões GP-II. Conforme prosseguimento da difusão e maior precipitação, têm-se as regiões θ’ e, então, é originado o precipitado θ estável.

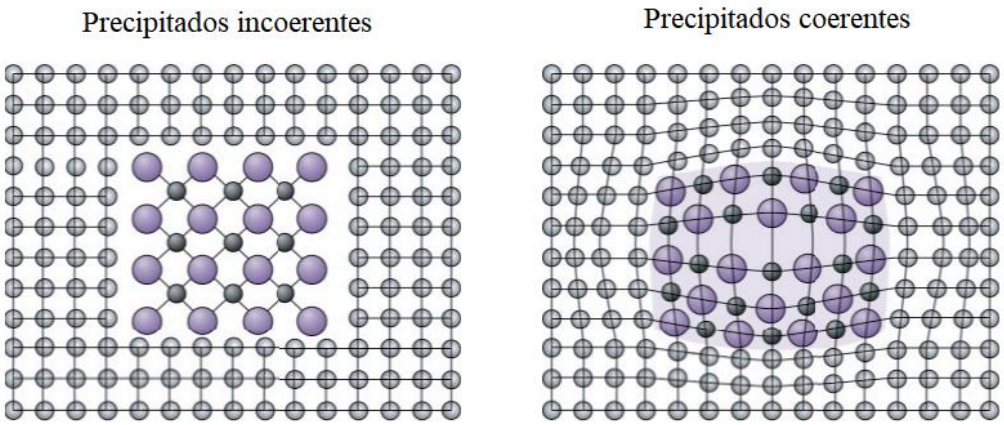
As zonas GP-I, GP-II e θ’ são precipitados coerentes e proporcionam aumento de resistência à liga, conforme o tempo de envelhecimento, pois, os precipitados aumentam de tamanho durante os períodos iniciais.

2.8.4 Precipitado coerente e incoerente

Um precipitado é coerente quando apresenta uma relação de orientação cristalina dos precipitados em relação à matriz, ou seja, são semelhantes de modo que exista ligação de um para um entre os retículos da rede, resultando num campo de deformação na matriz, a qual interfere no deslizamento das discordâncias. Consequentemente, há grande aumento na dureza, porque é dificultado a movimentação das discordâncias.

Ademais, um precipitado é incoerente, quando não há relação com a estrutura cristalina da matriz circundante, formando um contorno entre as duas fases e somente bloqueia a movimentação das discordâncias, se estiverem no plano de deslizamento. Por conseguinte, são menos eficientes na ancoragem das discordâncias. (ASKELAND,2015)

Figura 4 - Precipitado incoerente não tem nenhuma relação com a estrutura cristalina da matriz circundante. Precipitado coerente se forma de modo que existe uma relação definida entre as estruturas cristalinas do precipitado e da matriz.



Fonte: Adaptado de Askeland, 2015.

2.9 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO

De maneira geral, um aumento de dureza é sinônimo de uma maior dificuldade na movimentação das discordâncias. Três mecanismos principais podem ser identificados: endurecimento por deformação de coerência, endurecimento químico e endurecimento por dispersão. (SMALLMAN, 2007)

2.9.1 Endurecimento por deformação de coerência

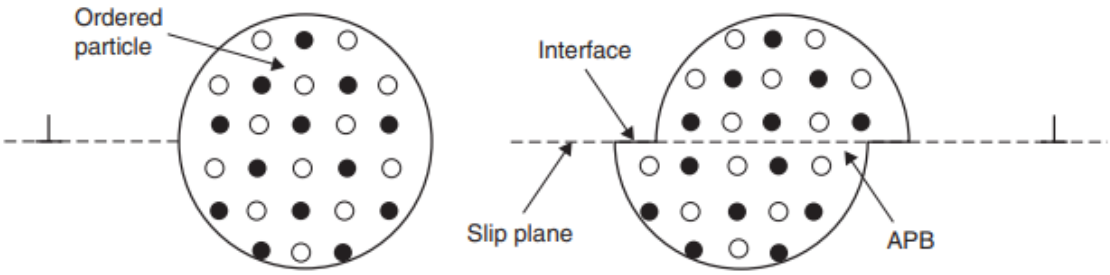
Manifesta-se devido à resistência ao movimento da discordância provocada por um campo de deformação que circunda o precipitado, ou seja, o precipitado gera campos de tensão, os quais dificultam a movimentação das discordâncias, e para sua movimentação, a tensão tem

que ser, no mínimo, igual à tensão interna média. Além de tudo, a tensão de fluxo depende da capacidade da discordância de dobrar. (SMALLMAN, 2007)

2.9.2 Endurecimento químico

Decorre em razão do aumento do esforço necessário para a discordância cisalhar um precipitado coerente. Assim sendo, o acréscimo da resistência é motivado pelo aumento da área de interface provocado pelo cisalhamento da partícula, pela criação de um contorno de antifase dentro da partícula, por tensões de coerência e diferença de módulo de elasticidade entre a matriz e o precipitado. O maior endurecimento é proporcionado por esse mecanismo, o qual é exemplificado conforme figura abaixo. (SMALLMAN, 2007)

Figura 5 - Partícula coerente cisalhada pela discordância, produzindo nova interface e APB - Ant-Phase-Boundary.

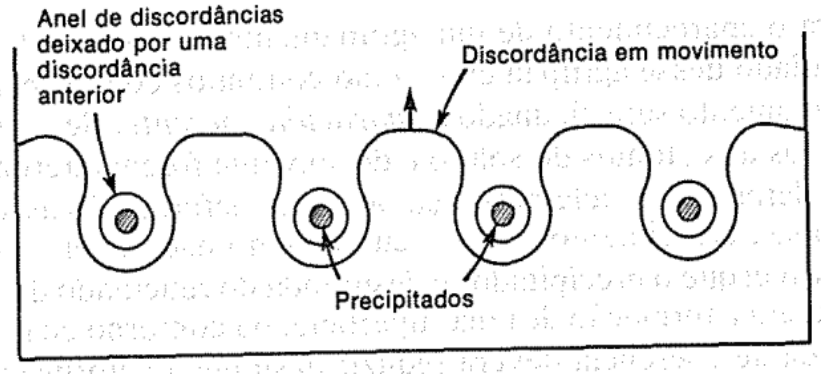


Fonte: Smallman, 2007.

2.9.3 Endurecimento por dispersão

Advém em virtude do aumento do esforço necessário, para a discordância se curvar diante de um precipitado ou partícula incoerente. Esse mecanismo foi proposto por Orowan, conforme figura abaixo:

Figura 6 - Mecanismo de Orowan para a movimentação de discordâncias em um cristal que contenha precipitados.



Fonte: Reed-Hill, 1982.

Pelo fato de não haver continuidade entre os planos cristalinos da matriz e os planos cristalinos do precipitado, a discordância se curva, formando anéis em torno do precipitado. No momento em que os anéis vizinhos se deparam, eles se cancelam, permitindo a movimentação das discordâncias, porém, concede atrás de si um anel de discordâncias em torno do precipitado, esse campo de tensões aumentará a resistência à movimentação da próxima discordância.

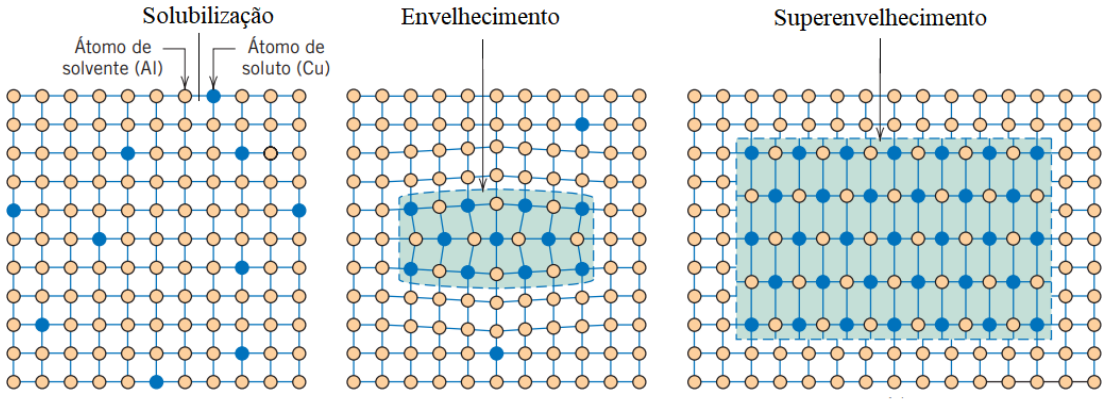
Por conseguinte, um agente relevante no contato de partículas precipitadas e discordâncias, é a presença de campo de tensões, especialmente se a partícula de segunda fase é coerente com a matriz. (REED HILL, 1982)

2.10 SUPERENVELHECIMENTO

Conforme amplia o tempo, a dureza ou resistência mecânica aumentam até um ponto máximo, após isso, sofre redução, sendo conhecido como superenvelhecimento. Nesse processo, há a perda de coerência dos precipitados com a matriz, isto é, produz-se a fase θ não coerente. Ademais, verifica-se o crescimento dos precipitados se mantidos na temperatura de tratamento, todavia, somente as partículas maiores aumentam, já as menores somem, consequentemente, acarretará em um número menor de precipitados.

À vista disso, a união de dois fatores, precipitados incoerentes e crescimento das partículas, ocasiona um amolecimento, por isso, presencia-se decréscimo na resistência ao escorregamento, conforme figura abaixo:

Figura 7 - Representação esquemática de vários estágios na formação da fase precipitada de equilíbrio, solução sólida supersaturada e fase precipitada de transição, fase de equilíbrio na fase matriz.



Fonte: Callister, 2016.

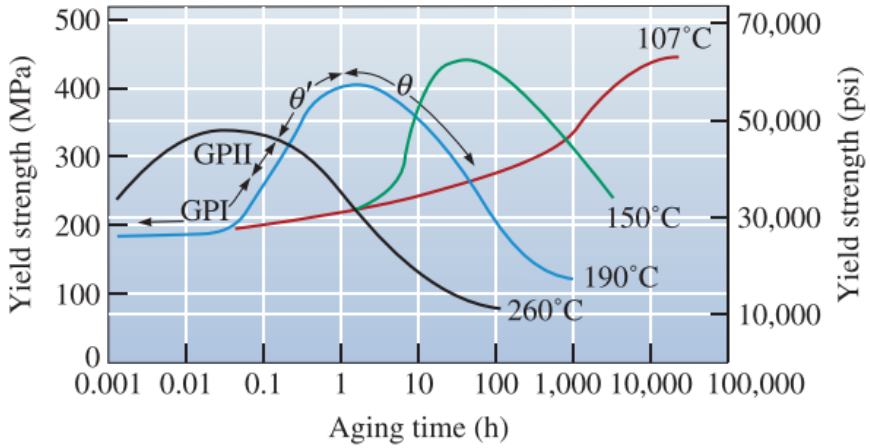
No primeiro estágio, encontram-se as partículas de cobre solubilizadas, ou seja, dispersas na matriz. No segundo estágio, a formação de precipitados coerentes com a matriz,

gerando um campo de deformação na rede cristalina e, como efeito, impedindo a movimentação das discordâncias e proporcionando aumento de resistência mecânica. No terceiro estágio, os precipitados estão incoerentes com a matriz, como também maiores e menos dispersos, perdendo-se o efeito de endurecimento da liga. (CALLISTER, 2016)

2.10.1 Influência da temperatura e tempo de envelhecimento nas propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas de uma liga endurecida por envelhecimento dependem da temperatura e do tempo de envelhecimento. Isso é demonstrado conforme figura abaixo:

Figura 8 - Efeito da temperatura e do tempo de envelhecimento no limite de escoamento da liga Al - Cu.



Fonte: Askeland, 2015

Assim, percebe-se com maior temperatura de envelhecimento, mais rápida é a difusão e os precipitados são formados rapidamente, alcançando um valor máximo de resistência em um curto intervalo de tempo. Enquanto o superenvelhecimento surge se a liga for mantida na temperatura, após atingir o valor máximo de resistência.

Com temperatura menor de envelhecimento, observa-se dois fatores: obtenção de resistência máxima aumentada e necessidade de tempo maior para produzir tal resistência. Além de tudo, a resistência máxima se mantém por maior tempo e obtém maior homogeneidade da microestrutura, se comparada à temperatura maior de envelhecimento. (ASKELAND, 2015)

2.10.2 As exigências no processo de envelhecimento

Segundo Askeland (2015), para uma liga ser envelhecida, devem conter as seguintes características:

- Diminuição da solubilidade, conforme a temperatura decresce, ou seja, devendo apresentar apenas uma fase a altas temperaturas e duas fases a baixas temperaturas;
- Formar compostos intermetálicos coerentes com a matriz à temperatura e tempo praticáveis.
- Matriz macia e dúctil e precipitado duro;
- A liga apresentar capacidade de resfriamento brusco, de tal modo que impeça o surgimento de partículas de segunda fase de equilíbrio. Todavia, é possível gerar tensões residuais, as quais ocasionam a distorção da peça;

2.11 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO 17-4 PH

O endurecimento do aço inoxidável 17-4 PH, também conhecido como AISI 630, consiste na austenitização do metal e, posteriormente, resfriado ao ar até a temperatura ambiente para formar martensita. Com o envelhecimento da condição martensítica, formam-se pequenos precipitados ricos em Cu, que proporcionam alta resistência mecânica. A composição química típica é constituída por: Cr, o qual confere propriedades inoxidáveis; Ni, garante a capacidade de endurecimento; Cu, mencionado anteriormente, promove o endurecimento por precipitação e Nb, para promover uma microestrutura fina. (VILLA et al., 2023)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Com o intuito de alcançar os objetivos, os experimentos do trabalho de graduação foram realizados nos laboratórios da Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba, utilizando o laboratório de tratamento térmico, para tratamento térmico da liga; metalográfico, para preparação dos corpos de prova e análise dos resultados e, mecânico, para os ensaios de dureza.

Acerca da execução dos experimentos, utilizou-se uma barra cilíndrica de aço inoxidável martensítico AISI 630, designado comercialmente como aço inoxidável 17-4 PH, com as seguintes dimensões: 4,2 cm de diâmetro e 19 cm de altura. A composição típica de um aço inoxidável martensítico AISI 630 é mostrada na tabela abaixo:

Tabela 1 - Composição química do aço inoxidável AISI 630.

Composição química típica	
Elemento	**Peso (%)**
Carbono	0,07 máximo
Manganês	1,00 máximo
Fósforo	0,04 máximo
Enxofre	0,03 máximo
Silício	1,00 máximo
Cromo	15,00 - 17,50
Níquel	3,00 - 5,00
Cobre	3,00 - 5,00
Nióbio + Tântalo	0,15 - 0,30

Fonte: Adaptado de Sandmeyer Steel.

Da barra foram extraídas, em corte transversal, três amostras com dimensões de 4,2 cm de diâmetro e 1 cm de altura, a fim de efetuar os tratamentos térmicos.

3.1 TRATAMENTO TÉRMICO

Inicialmente, todos os corpos de prova foram submetidos à solubilização por 22 minutos a 1050 ºC e, então, resfriados em água, com o propósito de obter uma solução sólida supersaturada. Essa etapa foi desempenhada por desconhecer a condição do tratamento da barra e, assim, adquirir uma solução sólida supersaturada de início para os tratamentos de envelhecimento artificial, superenvelhecimento e para comparativo dos resultados dos ensaios de dureza e micrografia.

Uma amostra foi mantida na condição solubilizada, com o intuito de confrontar o êxito entre os posteriores tratamentos térmicos.

Para etapa de envelhecimento, foi colocada uma amostra no forno por 1 hora a 480ºC e, posteriormente, resfriada ao ar.

Na realização do superenvelhecimento, um corpo de prova foi submetido a duas etapas, a primeira, corresponde à inserção do mesmo no forno por 2 horas a 760ºC; a segunda, por 4 horas a 620ºC. Ambas as etapas foram resfriadas ao ar.

Todos os dados dos processos efetuados estão organizados na tabela, conforme abaixo:

Tabela 2- Tratamento térmico das amostras

Tratamento Térmico	Quantidade de amostras	Temperatura (ºC)	Tempo de permanência	Resfriamento
Solubilização	3	1050	22 min	Água
Envelhecimento Artificial	1	480	1 h	Ar
Superenvelhecimento	1	760	2 h	Ar
		620	4 h	Ar

Fonte: Autor

3.2 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Subsequentemente ao tratamento térmico, os corpos de prova foram sujeitados às seguintes fases respectivamente:

Corte das amostras na Cut-off, as quais foram divididas em 2 partes cada;

Pré-lixamento, na lixadeira metalográfica, para eliminação de rebarbas, cantos vivos e planificação das amostras;

Embutimento, na máquina embutidora metalográfica da marca Arotec, o qual tem a finalidade de fornecer apoio para o lixamento e polimento;

Processo de lixamento nas lixas de carbeto de silício nas granulometrias de 220, 300, 600 e 1200, respectivamente. A escolha dessas granulações foi devido à finalidade de evitar o encruamento do material, prejudicando o polimento e a aferição dos ensaios de dureza;

Polimento no pano com pasta de diamante de 0,5 μm e álcool isopropílico como lubrificante, adquirindo-se uma superfície polida e espelhada;

Ataque químico com o reagente água régia, cuja composição apresenta 30 ml de ácido clorídrico e 10 ml de ácido nítrico através do método de aplicação por esfregamento.

3.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A avaliação da microestrutura do aço inoxidável martensítico AISI 630, em cada etapa, foi efetuada em microscópio ótico (MO) e microscópio eletrônico de varredura (MEV). O exame de microestrutura do aço executado no MO modelo PL-A662 da marca Olympus. Posteriormente a essa análise, foram realizados exames em MEV modelo Quanta 450 EDS Oxford da marca FEI.

3.4 ENSAIO DE DUREZA

Foram feitos os ensaios de dureza Rockwell C em um durômetro de bancada do modelo HR-110MS da marca Mitutoyo. Na amostra solubilizada, envelhecida artificialmente e superenvelhecida foram exercidas três medidas de dureza e, em sequência, calculadas as médias.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste tópico, serão apresentados os resultados e discussões do ensaio de dureza Rockwell C e micrografia. Primeiramente, apresentam-se os resultados dos ensaios de dureza e, posteriormente, a caracterização das microestruturas obtidas.

4.1 ENSAIO DE DUREZA ROCKWELL C

O ensaio de dureza Rockwell C foi atuado na amostra solubilizada, envelhecida artificialmente e superenvelhecida, sendo feitas três medidas em cada e, assim, realizou-se as médias.

Conforme mencionado antecedentemente, todas as amostras foram solubilizadas inicialmente a 1050°C por 22 minutos e resfriadas em água, as quais se obtiveram uma dureza média 30 HRC, apresentando um valor próximo a da literatura de 35 HRC.

Quanto ao envelhecimento artificial, submetido à temperatura de 480°C por 1 hora e resfriamento ao ar, a dureza média obtida tanto no ensaio quanto na literatura foi de 40 HRC.

Ademais, no superenvelhecimento, foram praticados em duas etapas, a 760°C por 2 horas e 620°C por 4 horas, com resfriamento ao ar em ambas. Alcançou-se dureza média de 20 HRC e comparada ao valor da literatura de 24 HRC, nota-se um resultado próximo.

A tabela dos resultados dos ensaios e da literatura é apresentada conforme abaixo:

Tabela 3 - Resultados dos ensaios de dureza após tratamento térmico.

Dados dos ensaios realizados			
Tratamento Térmico	**Temperatura (°C)**	**Tempo de permanência**	**Dureza Rockwell C**
Solubilização	1050	22 min	30
Envelhecimento Artificial	480	1 h	40
Superenvelhecimento	760	2 h	20
	620	4 h	

Fonte: Autor

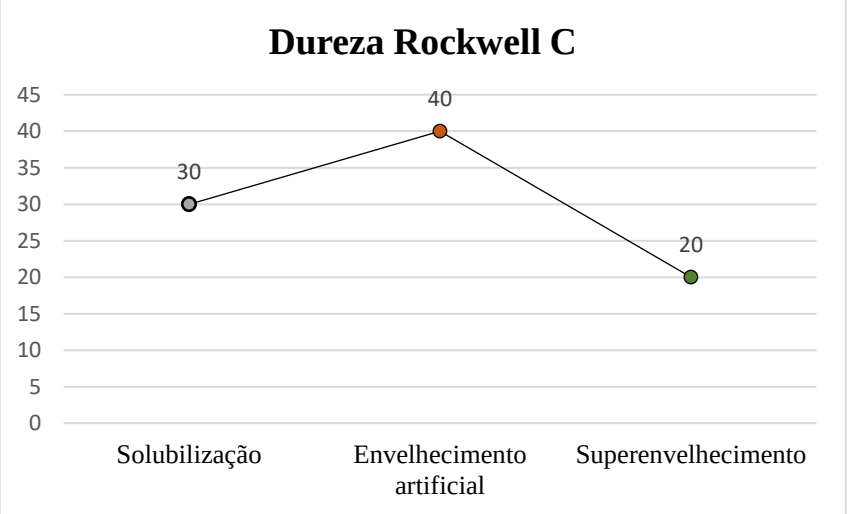
Tabela 4 - Resultado de ensaios conforme literatura

PROPRIEDADES MECÂNICAS NA TEMPERATURA AMBIENTE (VALORES MÍNIMOS) (*)											
Estado de tratamento térmico	Espessura (mm)	Limite de ressistência a tração LR		Limite de escoamento LE		Alongamento percentual após a ruptura (Lo = 40	Coeficiente de estricção	Dureza Rockwell C	Dureza Brinell	Energia de impacto Charpy V (ABNT V2*10)	
		MPa (= N/mm²)	kgf/mm²	Mpa (=N/mm²)	kgf/mm²	A4 %	Z %	HRC	HB	Energia absorvida Ea J	Resistencia ao impacto Ri kgf.m/cm²
Estado solubilizado S (**)		1030 (**)	100 (**)	740 (**)	75 (**)	10 (**)	40 (**)	35 (**)	332 (**)	-	-
E 480	até 75	1310	135	1172	120	10	45	40	388	-	-
	acima de 75 até 200	1310	135	1172	120	10	35	40	388	-	-
E 500	até 75	1172	120	1069	110	10	44	38	375	6,8	0,9
	acima de 75 até 200	1172	120	1069	110	10	38	38	375	6,8	0,9
E 550	até 200	1069	110	1000	102	12	45	35	331	20	2,5
E 580	até 200	1000	102	862	88	13	45	31	302	27	3,5
E 600	até 200	965	98	795	81	14	45	32	311	34	3
E 620	até 200	931	95	724	74	16	50	28	277	41	5,2
E 760 (Superenvelhecimento)	até 200	793	80	517	53	18	55	24	255	75	9,5
(*) Os valores de propriedades mecânicas nesta tabela, com referêntes ao estado solubilizado, correspondem aos da ASTM A 564 Tipo 630 e Aplicam-se a ensaios com corpos de prova longitudinais. A dutilidade na direção transversal é normalmente mais baixa. (**) Valores tipicos (não minimos).											

Fonte: Adaptado de Villares

Para fins de comparação, o gráfico abaixo foi criado, com a meta de uma melhor compreensão do que houve nos três tratamentos térmicos. Inicialmente, encontra-se no estado solubilizado, constituído de uma solução sólida supersaturada metaestável e após o envelhecimento artificial, identifica-se aumento de dureza, que é característico desse processo, pois, obteve a formação de precipitados coerentes com a matriz. Posterior a isso, foi cumprido o tratamento de superenvelhecimento, resultando no decréscimo acentuado de dureza e, assim, atingida a peculiaridade desse estágio, uma vez que ocorreu a perda de coerência dos precipitados com a matriz, ou seja, tornaram-se incoerentes.

Figura 9 - Gráfico dos resultados dos ensaios de dureza de cada tratamento térmico



Fonte: Autor

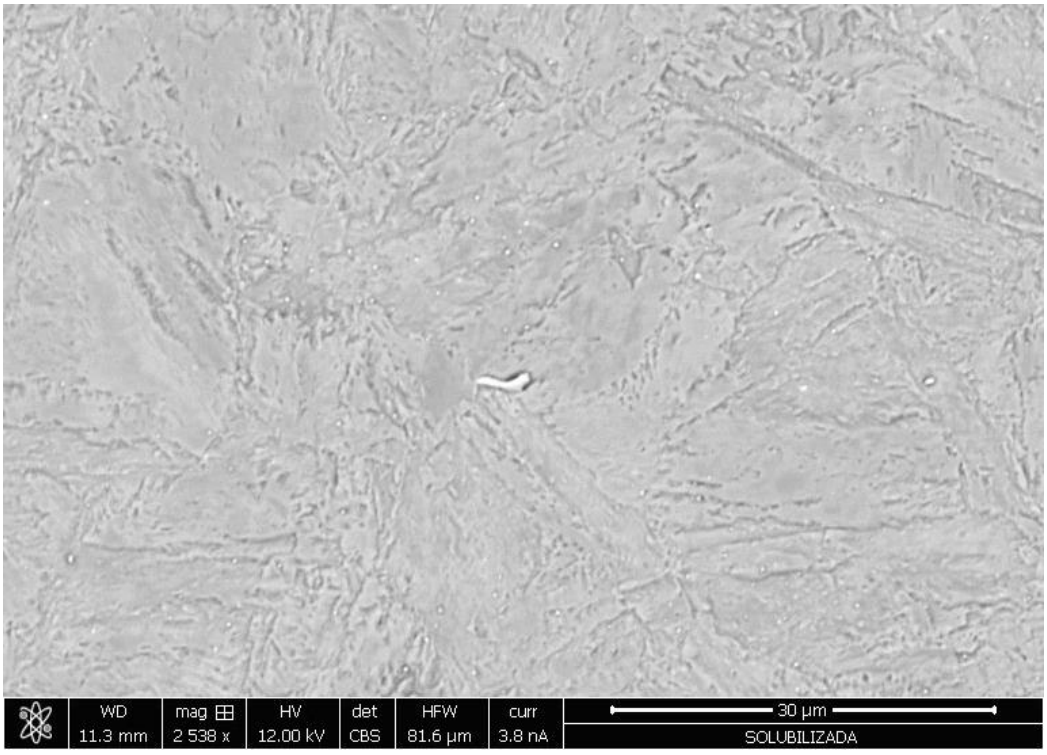
4.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

A análise da microestrutura nos tratamentos de solubilização, envelhecimento e superenvelhecimento permitem entender o endurecimento por precipitação.

Em primeiro lugar, recorreu-se à microscopia ótica para análise microestrutural da liga. Entretanto, essa não se demonstrou capaz de observar minuciosamente a microestrutura. Dessa forma, utilizou-se a análise por MEV para o presente estudo.

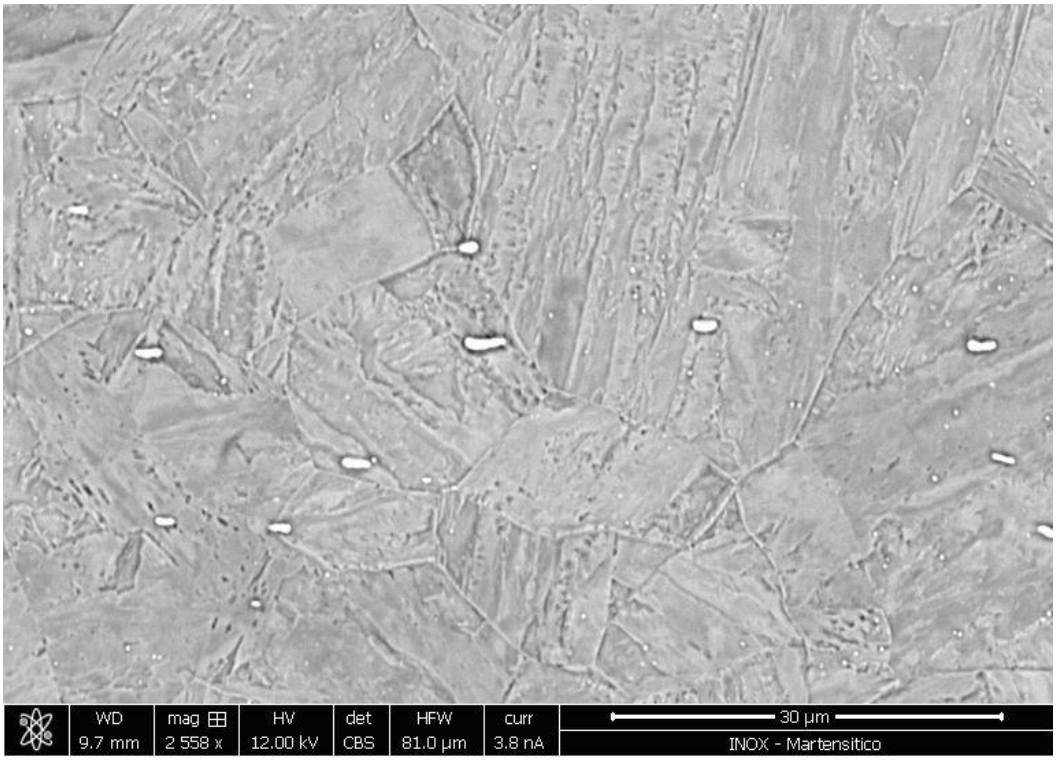
Com vista à análise, observou-se, por MEV, a amostra solubilizada, envelhecida e superenvelhecida e as figuras abaixo ilustram cada uma delas:

Figura 10 - Micrografia MEV da liga no estado após solubilizada.



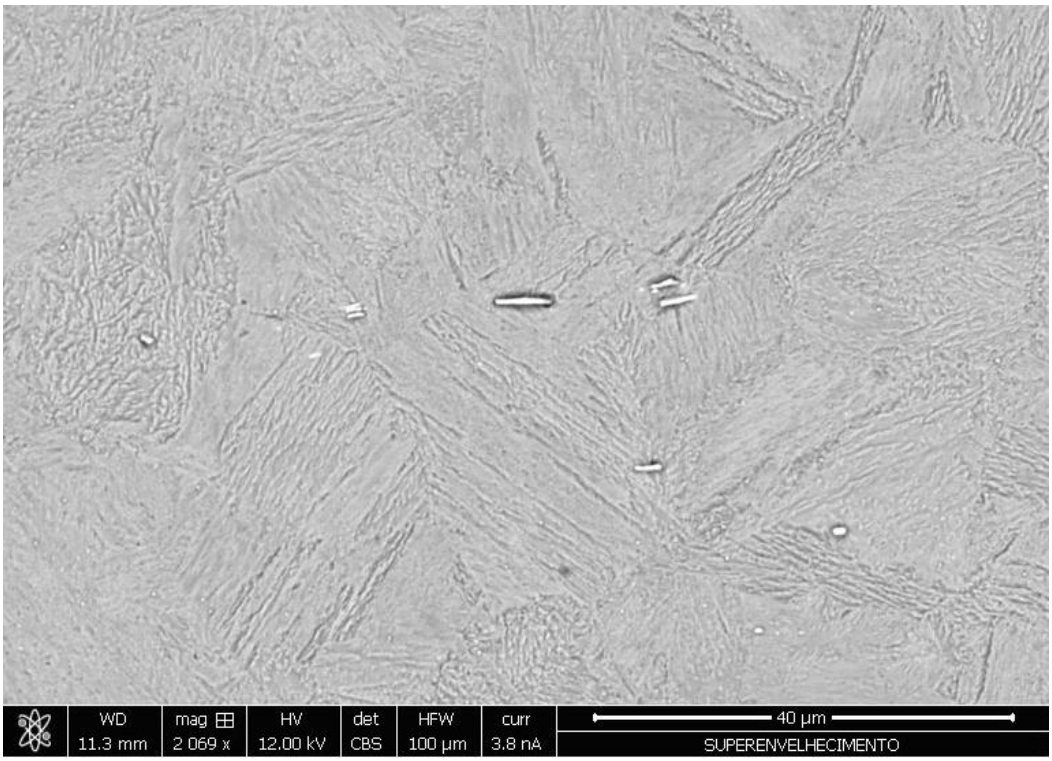
Fonte: Autor

Figura 11 - Micrografia MEV da liga no estado envelhecido.



Fonte: Autor

Figura 12 - Micrografia MEV da liga no estado superenvelhecido.

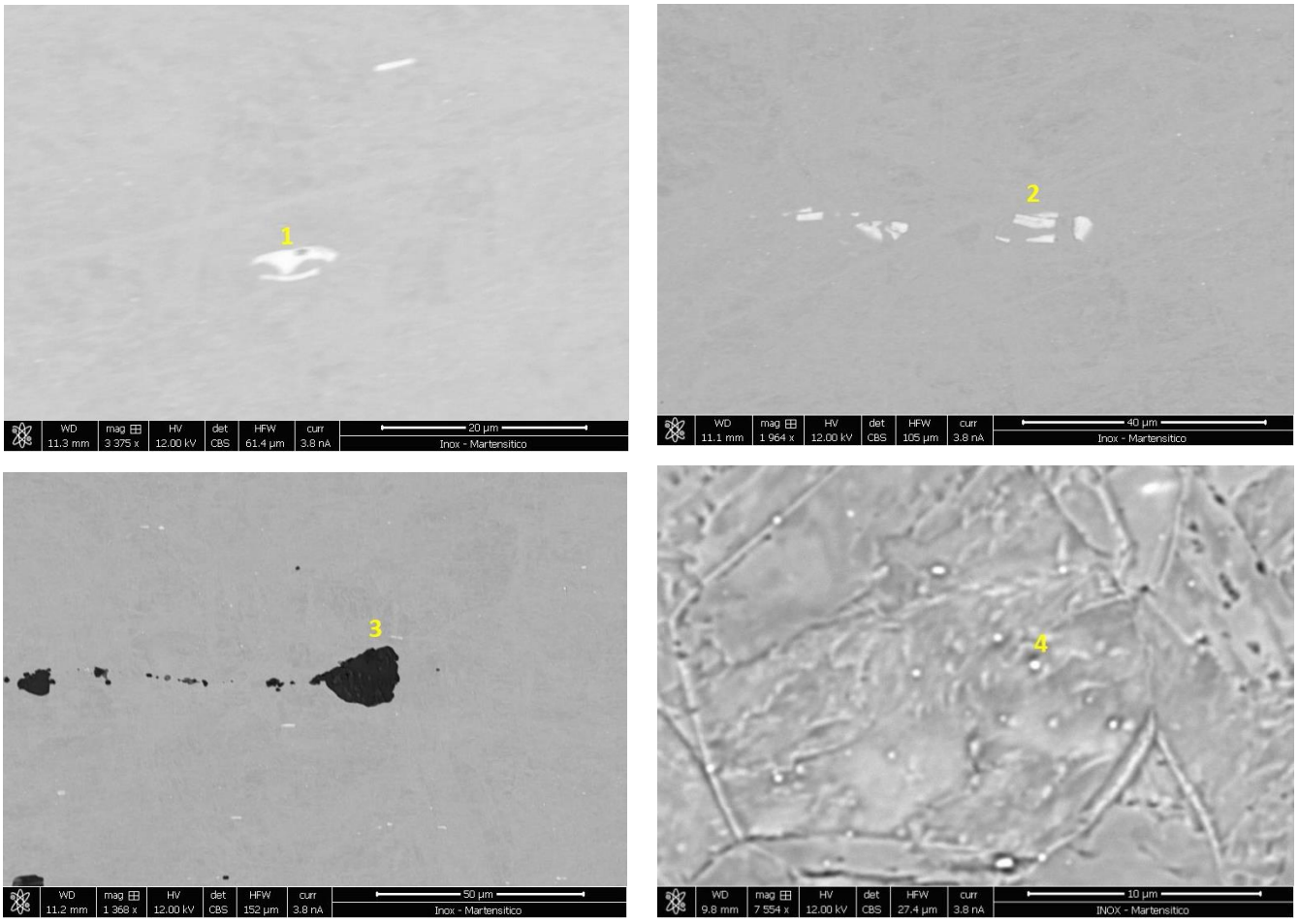


Fonte: Autor

Com base na análise das figuras acima, nota-se a presença de fases intermetálicas de cor branca nos três estágios de tratamento térmico.

Observa-se que do estado solubilizado para o envelhecido sucede um aumento significativo de precipitados esféricos e grosseiros, sendo o objetivo desse ciclo térmico a formação de precipitados reduzidos e bem distribuídos, com o intuito de um aumento máximo de dureza, não obstante, é possível constatar a aparição de precipitados grosseiros no envelhecimento. A comparência de poucos precipitados logo após a solubilização e resfriamento brusco, deve-se a formação de uma solução sólida supersaturada metaestável. A fim de um detalhamento maior, foram evidenciadas as fases intermetálicas formadas pelo tratamento térmico de envelhecimento, como também as regiões de microanálise.

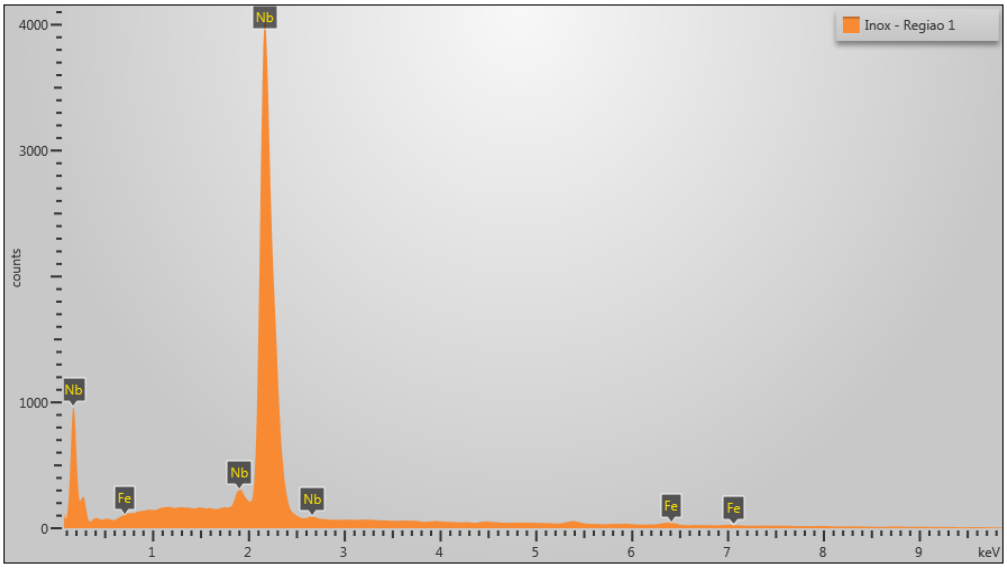
Figura 13 - Micrografia MEV da liga envelhecida com as regiões sinalizadas nas quais foram realizadas as microanálises.



Fonte: Autor

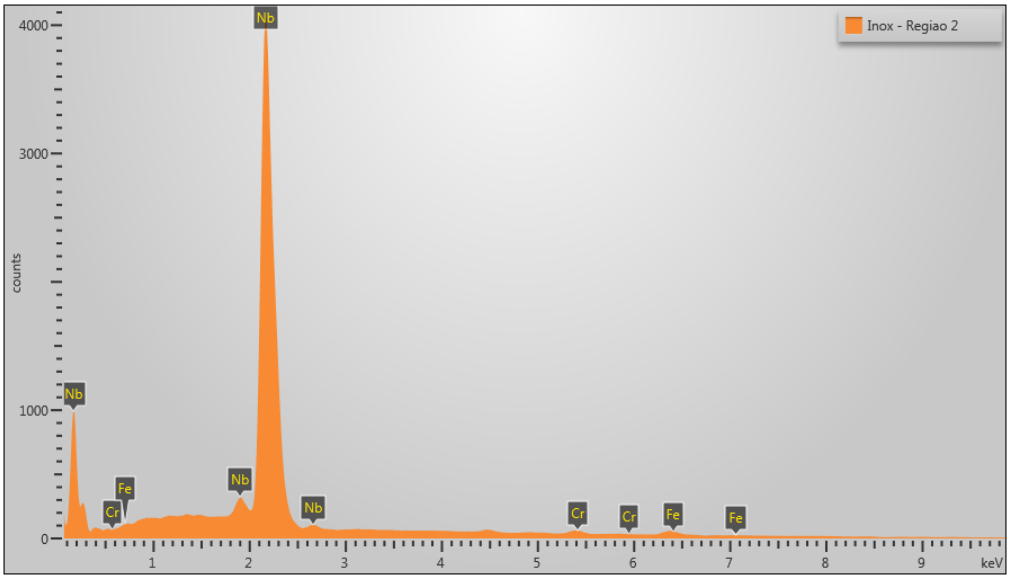
As microanálises foram realizadas com a finalidade de constatar a composição dos precipitados. As figuras abaixo apresentam os resultados com as respectivas regiões sinalizadas.

Figura 14 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 1.



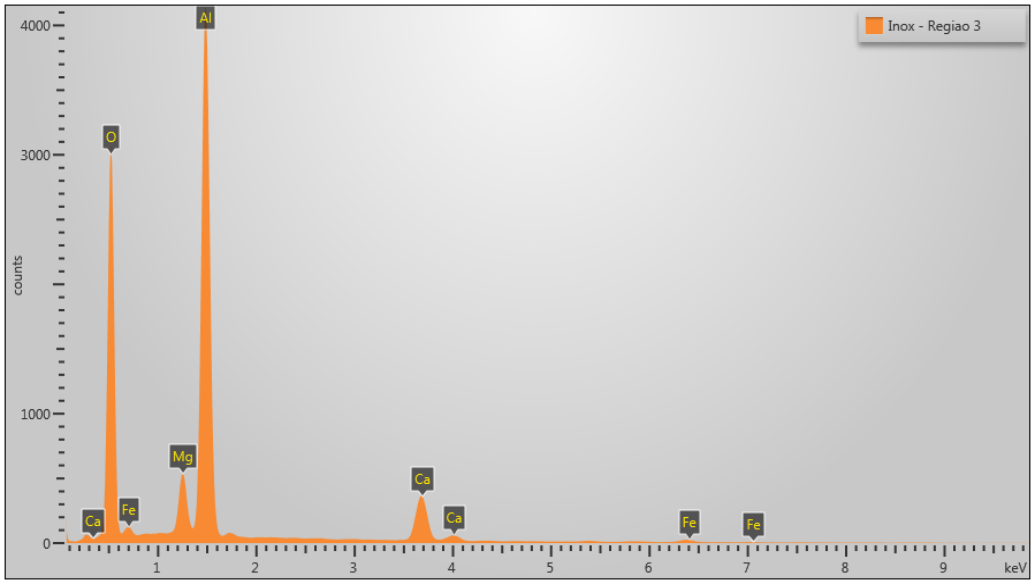
Fonte: Autor

Figura 15 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 2.



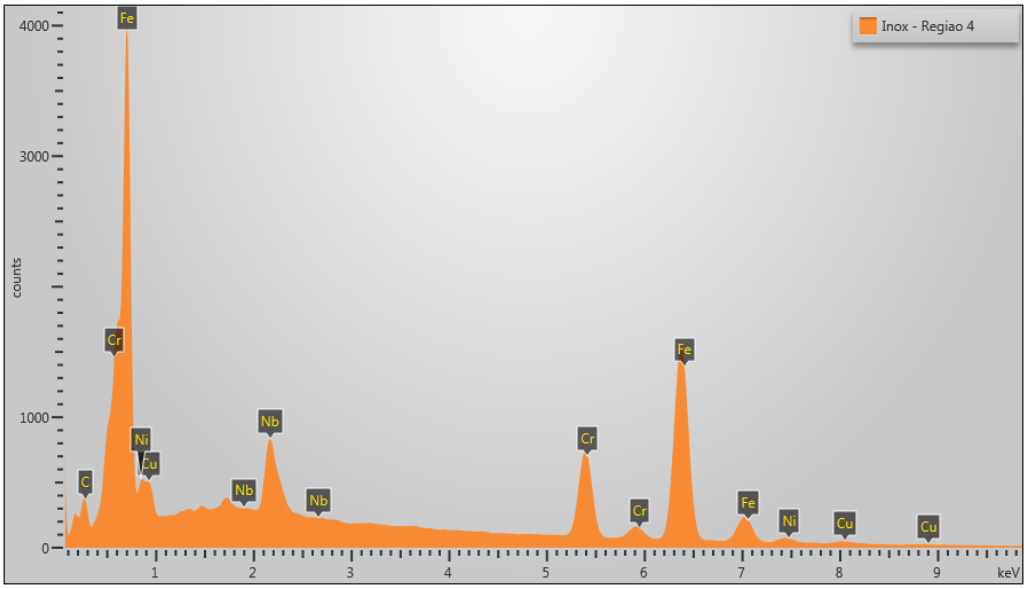
Fonte: Autor

Figura 16 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 3



Fonte: Autor

Figura 17 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 4.

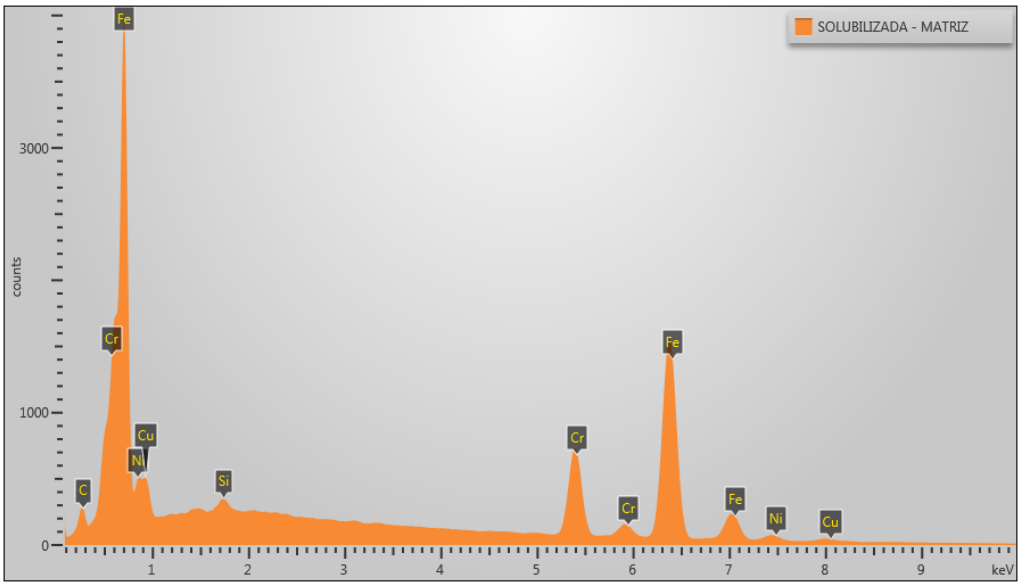


Fonte: Autor

Conforme explorado, os resultados apresentaram a formação predominante dos precipitados de nióbio como demonstrado na região 1 e 2, constatou-se também o comparecimento de óxido de alumínio na região 3. Contudo, em relação a presente liga, menciona-se uma estrutura constituída por compostos intermetálicos ricos em cobre precipitados na forma de partículas esféricas de finura extrema (SINHA, 2003), não sendo possível observar em questão.

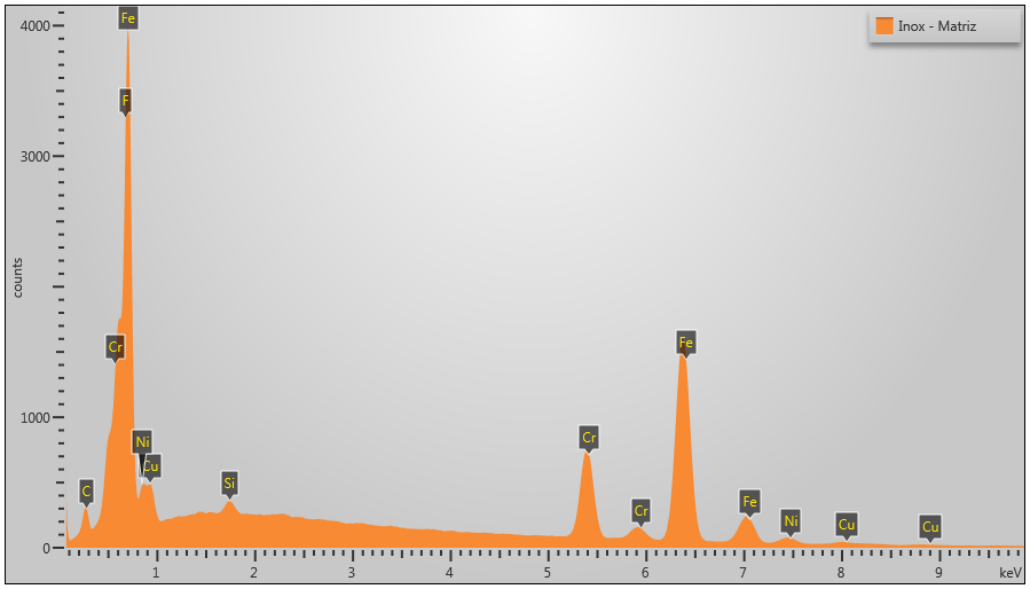
Além das microanálises dos precipitados, foram efetuadas as análises da matriz. Nas figuras abaixo, os resultados são apresentados.

Figura 18 - Espectro correspondente à microanálise realizada na matriz após solubilização.



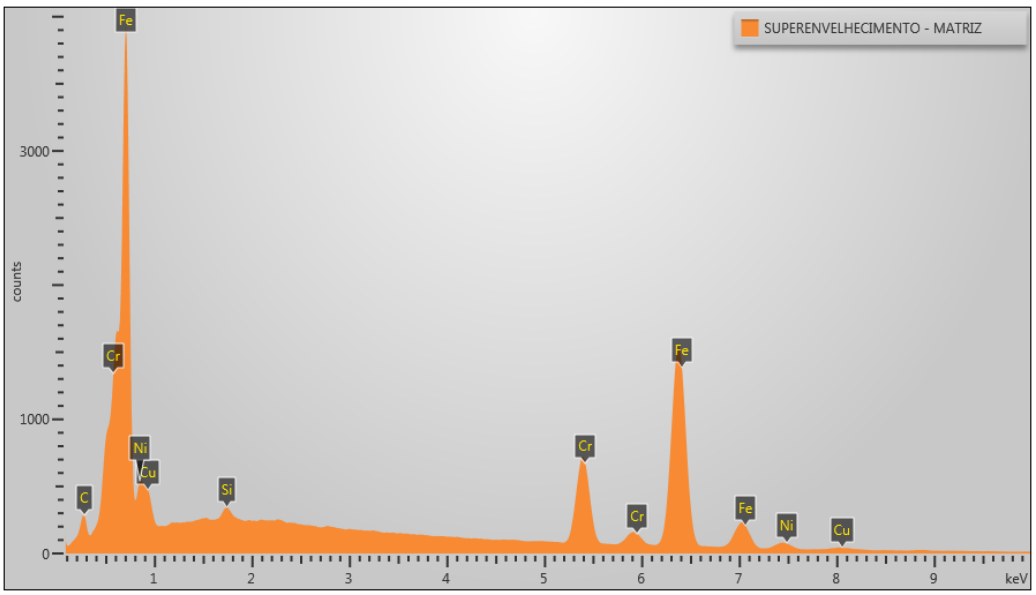
Fonte: Autor

Figura 19 - Espectro correspondente à microanálise realizada na matriz envelhecida.



Fonte: Autor

Figura 20 - Espectro correspondente à microanálise realizada na matriz superenvelhecida.

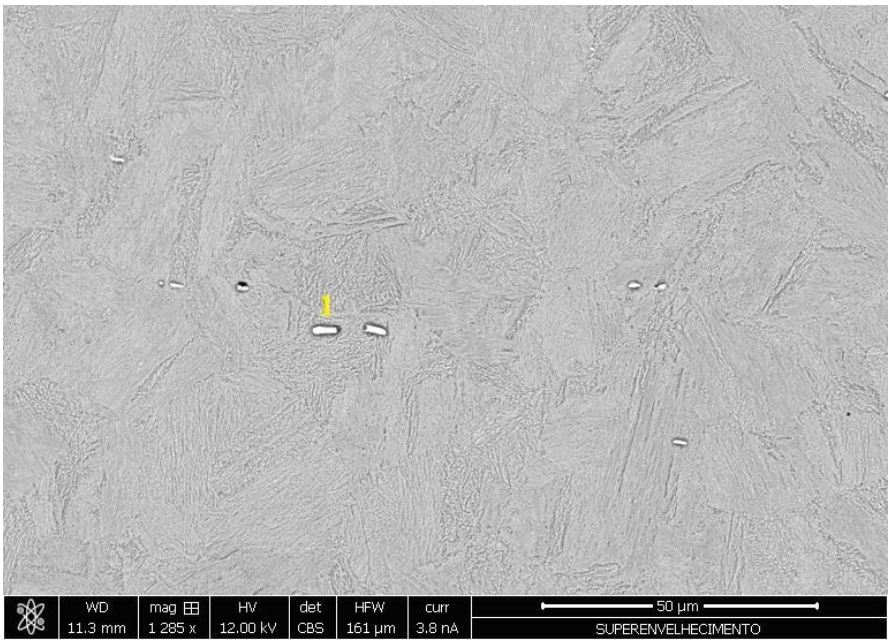


Fonte: Autor

É notada a aparição considerável dos elementos cromo, níquel e cobre, os quais representam a composição típica desse metal, atendendo que o precipitado endurecedor é o cobre.

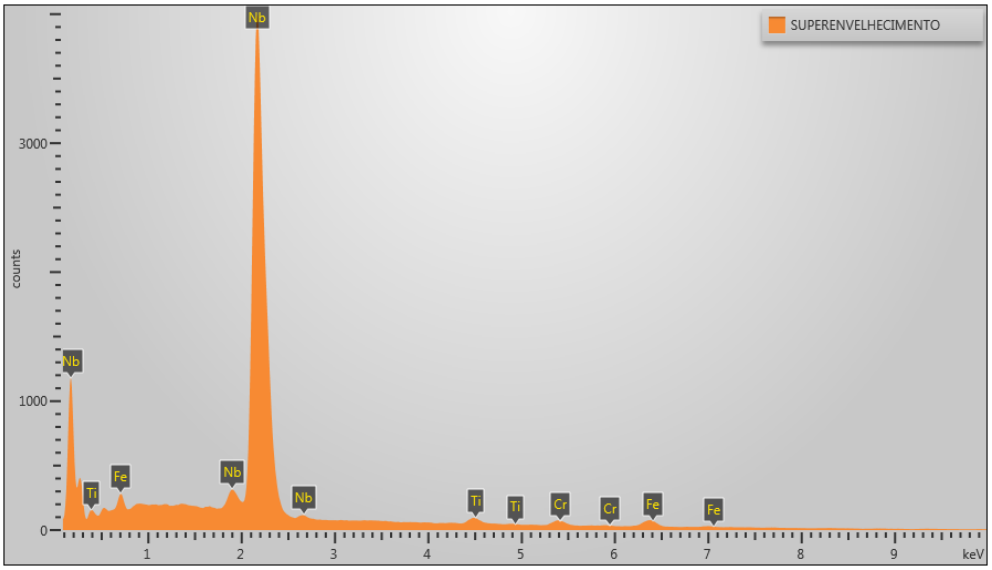
Em se tratando do estágio de superenvelhecimento, é visto na figura da micrografia superenvelhecida, o aparecimento de precipitados grosseiros de cor branca, porém, quase não se nota a frequência de partículas esféricas reduzidas e distribuídas brancas, conforme a liga no estado envelhecido. Isso, de fato, explica a redução drástica de dureza desse estado, dado que, os precipitados crescem de tamanho e transformam de coerentes ou semi-coerentes para incoerentes com a matriz, diminuindo a eficiência no bloqueio da movimentação das discordâncias. Ademais, objetivando um detalhamento na composição das fases intermetálicas formadas, foi efetuada a microanálise da região 1 evidenciada abaixo.

Figura 21 - Micrografia MEV da liga superenvelhecida com a região sinalizada na qual foi realizada a microanálise.



Fonte: Autor

Figura 22 - Espectro correspondente à microanálise realizada na região 1 superenvelhecida.



Fonte: Autor

À vista disso, verificam-se resultados similares aos obtidos na abordagem anteriormente, isto é, a formação de precipitado de nióbio.

Embora os resultados obtidos, a resolução em MEV apresenta uma limitação implícita, não permitindo a visualização dos precipitados de cobre, os quais segundo a citação na Revisão Bibliográfica, são os principais responsáveis pelo endurecimento do material. Isso ocorre pelo fato desses compostos intermetálicos terem dimensões demasiadamente reduzidas, tornando-se o MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão) a solução mais apropriada para observação dos mesmos. Todavia, o aumento de dureza, a composição química e a apresentação de cobre na matriz como um dos elementos principais na composição do aço inoxidável 17-4 PH concedem admitir a precipitação desse elemento.

5. CONCLUSÃO

Com base nos resultados e análises realizadas no presente trabalho, é possível concluir que:

- O aço inoxidável martensítico AISI 630 (17-4 PH) apresentou êxito no endurecimento por precipitação;
- No tratamento de solubilização a 1050°C por 22 minutos, seguido de resfriamento brusco em água, notou-se a presença de precipitados na microestrutura, visto que é uma solução sólida supersaturada metaestável;
- Em se tratando do envelhecimento artificial a 480°C por 1 hora, foi observado maior dureza nesse estágio em decorrência de maior frequência de precipitados esféricos e grosseiros na microestrutura, se comparado aos demais tratamentos térmicos, porém, é desejável partículas de tamanhos reduzidos e dispersos de maneira uniforme;
- Os compostos intermetálicos de cobre são os principais responsáveis pelo endurecimento por precipitação nessa liga, contudo, não foi possível avistar o comparecimento dos mesmos, pois, são partículas demasiadas pequenas para análise por MEV, sendo o ideal por MET. Além do mais, verifica-se a presença de partículas de nióbio como um dos responsáveis pelo endurecimento por precipitação;
- O superenvelhecimento exibiu, em sua microestrutura, o desaparecimento de um número significativo de partículas esféricas menores, enquanto, as maiores são verificadas, apresentando composição de nióbio. Consequentemente, houve diminuição acentuada de dureza, caracterizando esse estado.

6. REFERÊNCIAS

ASKELAND, Donald R. WRIGHT, Wendelin J. **Ciência e Engenharia dos Materiais.** 3ª Ed. São Paulo: Cengage Learning, 2015;

BERALDO, Camila Haga. **Efeito da Temperatura De Envelhecimento Sobre as Propriedades Mecânicas e Resistência à Corrosão Por Pite Do Aço Inoxidável Martensítico Endurecido Por Precipitação UNS S46500.** Mestrado. Universidade de São Paulo – Politécnica. São Paulo, 2013;

CALLISTER, William D., RETHWISCH, David G. **Ciência e Engenharia dos Materiais**: Uma Introdução. 9ª Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016;

DOSSETT, Jon L. **Pratical Heat Treating:** Basic Principles. 1ª Ed. Estados Unidos: ASM International, 2020;

HARA, Jonathan Genzo. **Cinética De Crescimento De Grão Em Ligas 6000 Durante o Envelhecimento Artificial.** Dissertação. Centro Universitário FEI. São Bernardo do Campo, 2014;

HUANG, J.; ZHANG, D. **Effect Of Heat Treatment On Precipitation Behavior Of Second Phase And Property Evolution Of Martensitic Stainless Steel.** Elsevier. v. 37. 2023.

MAIA, André Miguel Pires. **Efeito Dos Ciclos De Solubilização e Envelhecimento No Comportamento Da Liga De Alumínio 6101.** Mestrado. Universidade do Porto. Porto, 2012;

MCGUIRE, Michael. **Stainless Steels For Design Engineers.** 1ª Ed. Estados Unidos: ASM International, 2008;

MURATHAN, O. ABUL, M. **Heat Treatment of 17-4 PH Stainless Steel.** Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade de Atilim. Ancara, 2015;

NUNES, L.F.; PELEGRINI, P.V.; BALTHAZAR, L.B.; OLIVEIRA. J.C.S; PAULA, A.S.; MONTEIRO, S.N. **Solubilização e Endurecimento por Precipitação em Ligas Quartanárias de Al-Si-Cu-Sn.** 73º Congresso anual da ABM. São Paulo, 2-4 de novembro de 2018. São Paulo: ABM Proceedings. 2018;

OLIVEIRA, Marcelo Torres. **Avaliação do Efeito dos Tratamentos Térmicos de Solubilização e Envelhecimento Artificial na Microestrutura e Propriedade Mecânica de Ligas do Sistema Al-Cu Obtidas por Solidificação Unidirecional.** Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Federal do Pará. Marabá, 2010;

PELLEGRINI, A.; LAVECCHIA, F.; GUERRA, M.G; GALANTUCCI, L.M. **Inlfuence Of Aging Treatments On 17-4 PH Stainless Steel Parts Realized Using Material Extrusion Additive Manufacturing Technologies.** Journal Of Advanced Manufacturing Technology. v. 126. p. 163 – 178, 2023.

REED HILL, Robert E. **Princípios da Metalurgia Física.** 2ª Ed. Rio de Janeiro: Guanabara, 1982;

RIBEIRO, Dante da Costa. **Comparativo da Resistencia Mecânica Superficial de Um Aço Inoxidável Endurecível Por Precipitação, Com e Sem Processo de Shot Peening Antes de Ser Envelhecido.** Mestrado. Universidade Presbiteriana Mackenzie. São Paulo, 2009;

ROWOLT, C.; MILKEREIT, B.; SPRINGER, A.; KREYENSCHULTE, C.; KESSIER, O. **Dissolution And Precipitation Of Copper-Rich Phases During Heating And Cooling Of Precipitation - Hardening Steel X5CrNiCuNb 16-4 (17-4 PH).** Metals & Corrosion. v. 55. p. 13244-13257, 2020.

SANDMEYER STEEL. **17-4PH Stainless Steel**. Disponível em: https://www.sandmeyersteel.com/images/17-4PH-Spec-Sheet.pdf. Acesso em: 5 mai. 2024;

SILVA, André Luiz V. da Costa. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns.** 4ª Ed. São Paulo: Blucher, 2008;

SINHA, Anil Kumar. **Physical Metallurgy Handbook.** 1ª Ed. Estados Unidos: McGraw-Hill, 2003;

VILLA, M.; GRUMSEN, F.B.; NIESSEN, F.; DAHMEN, T.; CAO, L.; REICH, M.; KESSLER, O.; HUANG, X.; SOMERS, M.A.J. **Aging 17-4 PH Martensitic Stainless Steel Prior To Hardening:** Effects On Martensitic Transformation, Microstructure And Properties. Elsevier. v. 32. 2023;

VILLARES. **Aços Inoxidáveis.** 1ª Ed. São Paulo: Vibasa, 2008;

VLACK, Lawrence H. Van. **Princípios de Ciência dos Materiais.** 1ª Ed. São Paulo: Blucher, 1970.

WALTER Surface Technologies. **Processo de passivação**. Disponível em: https://www.walter.com/pt_BR/surfox/processo-de-passivacao. Acesso em: 15 abr. 2024.