

AVALIAÇÃO DO CRESCIMENTO DO GRÃO DE UM AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO A ALTAS TEMPERATURAS ¹

*Luis Augusto Hernandez Terrones ²
Giovana de Freitas Almeida²
Laura PaesSales Fagundes²
Débora Gomes da Silva Terra²*

Resumo

Foram realizados tratamentos térmicos nas temperaturas de 850°C durante 4 horas e 10 horas e 1.000°C durante 3 horas, para avaliar o comportamento microestrutural de um aço inoxidável ferrítico 444 a altas temperaturas. As técnicas utilizadas para avaliar as alterações microestruturais causadas pelos tratamentos térmicos foram a microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura. Nos tratamentos térmicos a 850°C em diferentes tempos, o material apresentou características do crescimento normal dos grãos, ou seja, crescimento de alguns grãos e diminuição de outros. Já o tratamento a 1.000°C o material apresentou características do crescimento anormal dos grãos, isto é, crescimento exagerado e desproporcional de uns grãos e o desaparecimento de outros.

Palavras-chave: Aço inoxidável ferrítico; Microestrutura; Tratamento térmico; Crescimento de grão.

EVALUATION OF GRAIN GROWTH OF A FERRITIC STAINLESS STEEL AT HIGH TEMPERATURES

Abstract

Heat treatments at 850°C during 4 and 10 hours and 1000 °C during 3 hours were made to evaluate the microstructural behavior of a ferritic stainless steel 444 type at high temperatures. The experimental techniques to evaluate these microstructural changes were optical microscopy and scanning electron microscopy. With heat treatment at 850°C the material presents a growth of the several grains and decrease of the others one, these characteristics indicate a grain growth normal. With heat treatment at 1000 °C the material presents characteristics of anormal growth where several grains growth disproportionally and others one disappear.

Key words: Ferritic stainless steel; Microstructure; Heat treatment; Grain growth.

¹ *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

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

1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis são ligas do sistema Fe-C que possuem como principal elemento de liga o cromo, responsável pela formação de uma camada de óxido protetora na superfície que os protege em meios corrosivos. A adição de outros elementos de liga aumenta a resistência mecânica do material. O campo de aplicação dos aços inoxidáveis é muito amplo, mas destaca-se sua utilização nas indústrias química, de alimentos e de petróleo.

Os aços inoxidáveis podem ser classificados de acordo com a microestrutura predominante em martensíticos, ferríticos, austeníticos e duplex (ferrítico/austenítico). Dentre estes se destacam os aços inoxidáveis ferríticos que vêm sendo utilizados em diversas aplicações como usinas de açúcar, caixas d'água, aquecedores residenciais de água e em indústria química e petroquímica, inclusive substituindo em algumas aplicações os aços inoxidáveis austeníticos. Também nos últimos anos os aços inoxidáveis ferríticos têm sido utilizados como substrato para interconectores de pilhas à combustível de óxido sólido.⁽¹⁾

Quando submetidos a altas temperaturas, os aços inoxidáveis ferríticos experimentam uma mudança na microestrutura principalmente no que se refere ao crescimento dos grãos. De acordo com a temperatura e a condição inicial do material a força motriz para o crescimento dos grãos pode ser a energia de deformação armazenada ou a energia superficial dos próprios contornos.⁽²⁾ De acordo com o comportamento a determinada temperatura o crescimento dos grãos podem ser classificados como sendo (i) através de um mecanismo de crescimento normal e (ii) mecanismo de crescimento anormal.

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

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

Nos aços inoxidáveis ferríticos, a altas temperaturas, podem ocorrer outros fenômenos como a precipitação e a formação de novas fases. Estas novas fases formadas associadas aos elementos em solução sólida e condição inicial do material vão influenciar no tipo de mecanismo de crescimento.

Este trabalho tem como objetivo analisar o efeito de tratamento térmico nas temperaturas de 850°C e 1.000°C em diferentes tempos na microestrutura de um aço inoxidável ferrítico AISI 444 duplamente estabilizado com Ti e Nb. A partir disso, determina-se o tipo de mecanismo predominante durante o crescimento de grão a cada temperatura. As técnicas utilizadas para esta avaliação foram a microscopia ótica e a microscopia eletrônica de varredura.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material

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

Tabela 1. Composição química do aço ferrítico 444.

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

2.2 Tratamento Térmico

Nas amostras foram realizados tratamentos térmicos num forno tipo mufla à vácuo modelo EDG 7000 na temperatura de 850°C por 4 e 10 horas e na temperatura de 1000° por 3 horas.

2.3 Preparação Metalográfica

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

2.4 Análise Microestrutural

Antes da análise microestrutural foram marcadas regiões nas amostras que posteriormente sofreram tratamento térmico, com o objetivo de observar o comportamento microestrutural exatamente nas mesmas regiões identificando os mesmos grãos antes e depois do tratamento térmico.

O exame metalográfico foi realizado através do microscópio ótico (MO) NEOPHOT – 32 do LAMAV/CCT/UENF e do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da COPPE/UFRJ.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Microestrutura

O aspecto geral da microestrutura do aço inoxidável ferrítico 444 pode ser observado na micrografia da figura 1 na condição como recebido. Pode-se observar que consiste de uma microestrutura com grãos equiaxiais recristalizados de ferrita α .

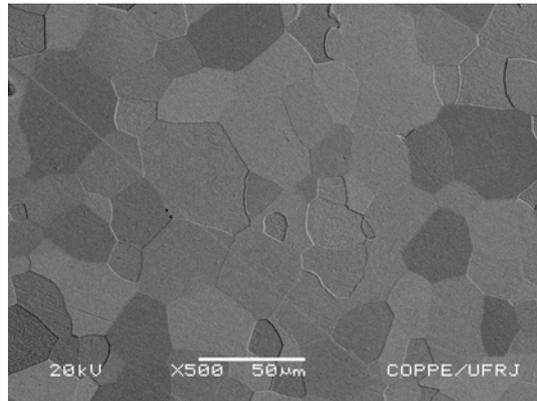


Figura 1. Micrografia do material como recebido em MEV.

Na Figura 2 apresenta-se a microestrutura em regiões equivalentes da amostra tratada a 850°C durante quatro horas. Apesar de algumas mudanças serem observadas nestas áreas, estas serão melhores apresentadas nas outras amostras com áreas idênticas antes e depois do tratamento térmico com maior tempo de tratamento térmico.

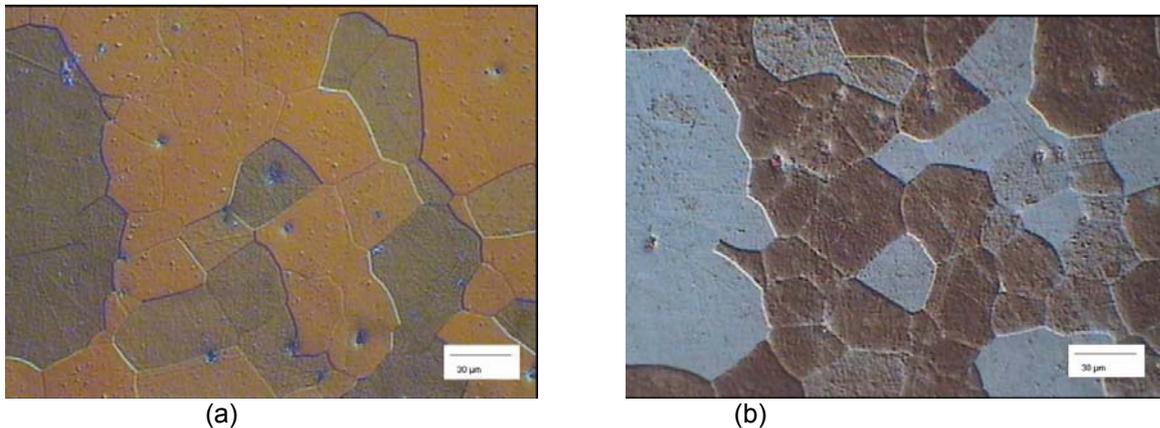


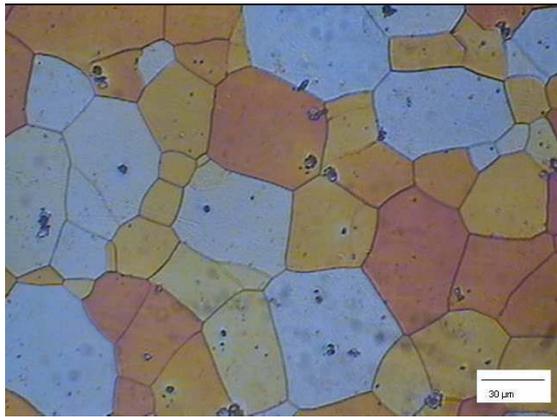
Figura 2. Micrografias em regiões equivalentes da amostra (a) antes e (b) depois do tratamento a 850° durante quatro horas. Aumento de 400X, em interferência diferencial (MO).

Nas micrografias da Figura 3 apresenta-se a microestrutura do material obtida exatamente na mesma região antes e depois do tratamento durante 10 horas a 850°C.

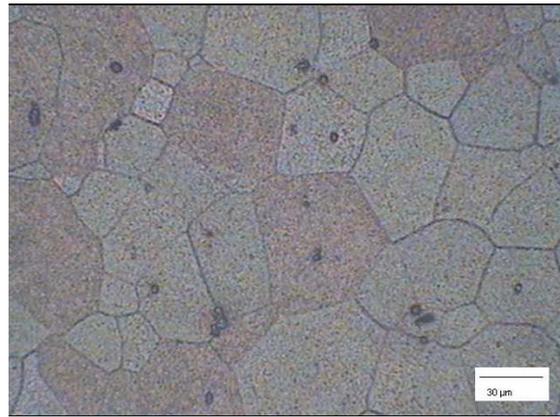
Comparando essas micrografias pode-se ressaltar que alguns contornos tendem a ficar retos depois do tratamento. O material tratado a 850°C durante 4 horas e 10 horas pode ser caracterizado da seguinte maneira:

- Endireitamento de contornos de grão
- Desaparecimento de contornos de grão e aparecimento de novos contornos de grão
- Variação do número de lados dos grãos.

As características observadas indicam que apesar de que o tamanho médio do grão possa aumentar, a distribuição de tamanho de grão e da forma permanece essencialmente o mesmo, diferenciando-se apenas por um fator de escala. Quando acontece este comportamento na microestrutura de materiais puros e ligas monofásicas, se diz que o crescimento de grãos é normal.^(2,3)



(a)



(b)

Figura 3. Micrografias obtidas na mesma região da amostra (a) antes e (b) depois do tratamento a 850° durante 10 horas. Aumento de 400X, em campo claro (MO).

Da observação da micrografia da Figura 4 pode-se afirmar que a essa temperatura (1.000°C), o material experimenta um crescimento desproporcional de alguns grãos e desaparecimento de outros. Um fenômeno importante observado também é a formação de pequenos grãos resultado de um processo chamado de recristalização secundária. Estas características indicam que nesta temperatura ocorre um mecanismo de crescimento anormal dos grãos.

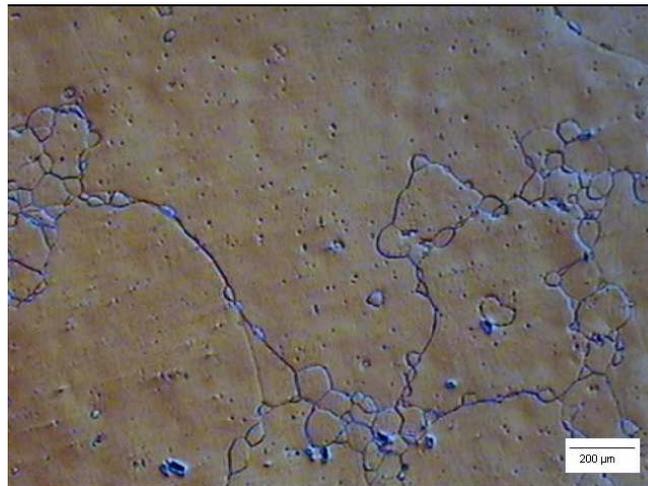


Figura 4. Micrografia da amostra tratada a 1.000° durante três horas no aumento de 50X em interferência diferencial (MO).

É importante ressaltar que durante os tratamentos a altas temperaturas podem formar fases no aço inoxidável ferrítico, estas partículas que se precipitam tanto nos contornos quanto no interior dos grãos são principalmente da fase sigma, carbeto e nitretos.^(1,5) Uma micrografia apresentando estas fases é mostrada na Figura 5.

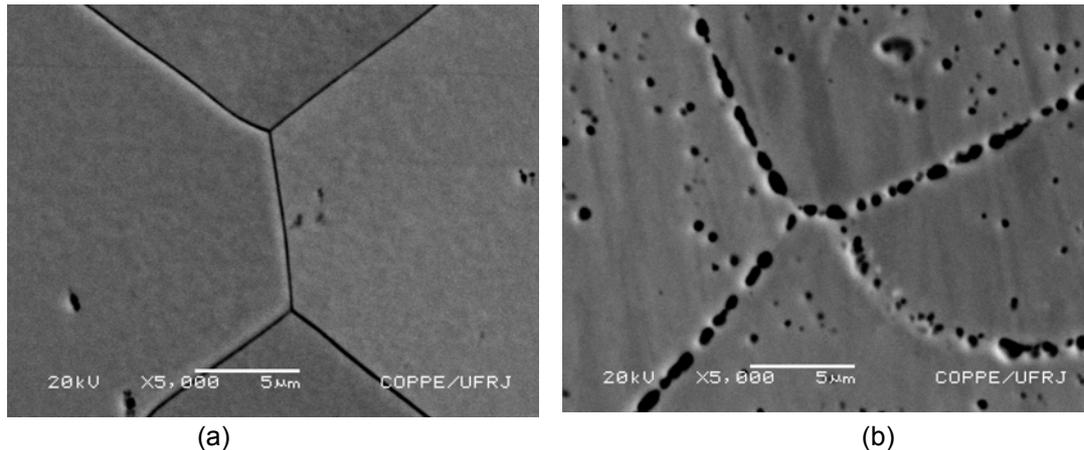


Figura 5. Micrografia da amostra (a) antes e (b) depois do tratamento a 850° durante 2 horas (MEV).

4 CONCLUSÕES

Quando o aço inoxidável ferrítico é submetido a um tratamento térmico nas temperaturas de 850°C e 1.000°C durante diversos tempos, sofre mudanças microestruturais sendo as mais importantes as seguintes:

- Com o tratamento térmico a 850°C, a variação na forma e no tamanho do grão indica que o mecanismo de crescimento é o denominado normal.
- Como consequência do tratamento térmico a 1.000°C, o mecanismo do crescimento dos grãos observado é o denominado anormal, no qual observa-se um crescimento desproporcional de alguns grãos, desaparecimento de outros e o fenômeno de recristalização secundária.
- O tratamento térmico a altas temperaturas, por exemplo, a 850°C promove a formação de partículas no interior e no contorno de grão. Estas partículas são a fase sigma, nitretos e carbonetos.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório de Microscopia Eletrônica da COPPE/UFRJ e ao apoio financeiro do CNPQ e UENF.

REFERÊNCIAS

- 1 ABREU, H.F.G. DE; BRUNO, A.D.S.; TAVARES, S.S.M.; SANTOS, R.P.; CARVALHO, S.S., (2006): Effect of high temperature annealing on texture and microstructure on a AISI-444 ferritic stainless steel. *Materials Characterization*, v.57, 342-347.
- 2 COTTRELL, A.H., (1993): *Introdução à Metalurgia*. 3ª Ed, Fundação Calouste Gulbenkian. Lisboa.
- 3 HSUN H.U., (2000): Recovery, recrystallization and grain-growth structures. *ASM Handbook vol. 9. Metallography and microstructures*.
- 4 JOHNSON, C.; GEMMEN, R.; ORLOVSKAYA, N., (2004): Nano-structured self-assembled LaCrO₃ thin film deposited by RF-magnetron sputtering on a stainless steel interconnect material. *Composites: Part B*, v. 35, 167-172.
- 5 MIYAHARA, K.; HWANG, J.; SHIMOIDE, Y., (1994): Aging phenomena before the precipitation of the bulky laves phase in Fe-10%Cr ferritic alloys. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.32, 1917-1921.