

## CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR MEV/EDS/EBSD DO AÇO INOXIDÁVEL AISI-SAE 430 SUBMETIDO A DIFERENTES CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO\*

Cássio Barbosa<sup>1</sup>  
Rachel Pereira Carneiro da Cunha<sup>2</sup>  
Davi de Almeida Lyra Correa<sup>3</sup>  
Arthur Costa Gonzaga<sup>4</sup>  
Robson Oliveira Centeno<sup>5</sup>

### Resumo

Desenvolvidos nas primeiras décadas do século XX, os aços inoxidáveis alcançaram destaque como materiais de ampla aplicação industrial, pois combinam propriedades importantes, como excelente resistência à corrosão e boa resistência mecânica. Entre esses materiais, o aço inoxidável ferrítico (Fe-Cr) contendo cerca de 17 % de cromo conhecido como AISI-SAE 430 é um dos mais versáteis e com custo mais baixo do que os aços inoxidáveis austeníticos (Fe-Cr-Ni). Sendo necessário compreender os fenômenos que ocorrem em altas temperaturas, uma chapa laminada deste aço inoxidável foi submetida ao tratamento térmico de recozimento, à temperatura de 1000 °C por 1, 2 e 3 horas, com resfriamento lento, mas outra amostra recozida por 3 horas na mesma temperatura foi resfriada em água. Outra amostra, não tratada termicamente, foi denominada "como recebida" (CR). As amostras foram submetidas às análises de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV/EDS/EBSD) e ensaios de dureza na escala Vickers. Os resultados revelaram que o tratamento térmico provocou algumas modificações na microestrutura, variando de acordo com as condições de tratamento..

**Palavras-chave:** Aço inoxidável, microestrutura, MEV/EDS/EBSD

### MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION BY SEM/EDS/EBSD OF AISI-SAE 430 STAINLESS STEEL SUBJECTED TO DIFFERENT CONDITIONS OF HEAT TREATMENT

#### Abstract

Since the early 20 th century stainless steels have been widely used due to the optimum combination of important properties such as corrosion resistance and mechanical strength. Among these ones, AISI-SAE 430 ferritic (Fe-Cr) stainless steel with around 17 % chromium is one of the most versatile and cost effective ones compared to austenitic (Fe-Cr-Ni) stainless steels. With the purpose of achieving a better comprehension of high temperature phenomena, a rolled sheet of this stainless steel was subjected to annealing heat treatment at 1000°C for 1, 2 and 3 hours, with slow cooling, although another sample which as annealed for 3 hours was quenched in water. Another sample, which as not heat treated, was called "as received" sample (AR). samples were subjected to optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM/EDS/EBSD) analysis and Vickers hardness testes. The results showed that heat treatment cause some microstructural changes, varying according to heat treatment conditions..

**Keywords:** Stainless steel, microstructure, SEM/EDS/EBSD.

<sup>1</sup> Engenheiro Metalúrgico, DSc, Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCT), Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheira Mecânica, Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCT), Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>3</sup> Engenheiro Mecânico, Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCT), Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheiro de Materiais, MSc., Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCT), Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>5</sup> Técnico Mecânico, Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCT), Rio de Janeiro, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis são ligas à base de Fe-Cr ou Fe-Cr-Ni desenvolvidas desde as primeiras décadas do século XX com propriedades que conjugam basicamente excelente resistência à corrosão com boa resistência mecânica, com a finalidade de serem submetidas a diversos tipos de aplicações para as quais estes requisitos químicos e mecânicos são de fundamental importância [1-2].

De acordo com diversas fontes da literatura técnica especializada, os aços inoxidáveis são classificados inicialmente em alguns grandes grupos, de acordo com as fases que predominam em sua microestrutura. Assim, esses aços são conhecidos como: ferríticos, austeníticos, martensíticos, duplex e endurecíveis por precipitação. E em cada grupo destes, os diferentes aços com diferentes teores de elementos de liga/composição química são designados por uma numeração de acordo com o sistema de classificação AISI-SAE estabelecido por essas associações técnicas: American Institute of Steel and Iron (AISI) e Society of American Engineers (SAE). Neste sistema, o aço inoxidável ferrítico contendo cerca de 17 % de cromo é conhecido como AISI-SAE 430 [3-4].

O aço inoxidável ferrítico 430 é usado em diversas aplicações: cunhagem de moedas, grades externas de aparelhos de ar condicionado, componentes de eletrodomésticos, adornos de automóveis, calhas, revestimento da câmara de combustão para motores diesel, equipamentos para fabricação de ácido nítrico, fixadores, aquecedores, portas para cofres, pias e cubas, baixelas, utensílios domésticos e revestimentos de elevadores, entre outras [5-6].

Para aprimorar a utilização deste material, é necessário compreender os fenômenos que ocorrem em altas temperaturas, principalmente durante os tratamentos térmicos a que possam ser submetidos para cada finalidade. Assim, uma chapa laminada deste aço inoxidável foi submetida ao tratamento térmico de recozimento, à temperatura de 1000 °C (1273 K) por diferentes períodos: 1, 2 e 3 horas, em um forno de mufla e depois essas amostras foram resfriadas lentamente em forno, sendo que outra amostra recozida por 3 horas na mesma temperatura foi resfriada em água. Uma outra amostra, não tratada termicamente, foi denominada "como recebida" (CR). Posteriormente, as amostras foram submetidas às análises de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), com as técnicas complementares de EDS (microanálise química por espectroscopia de energia dispersiva de raios X: "X-Ray Energy Dispersion Spectroscopy") e EBSD (análise cristalográfica por difração de elétrons retroespalhados: "Electron Back Scattering Diffraction") e ensaios de dureza na escala Vickers.

Os resultados obtidos permitem dizer que o tratamento térmico provocou algumas modificações na microestrutura, que variaram de acordo com as condições de tratamento, sendo possível identificar essas alterações com o uso das técnicas de análise empregadas neste estudo.

## 2 DESENVOLVIMENTO

A Tabela 1 mostra a composição química nominal do aço inoxidável AISI-SAE 430 analisado neste trabalho.

**Tabela 1.** Composição química nominal do aço inoxidável AISI-SAE 430 [3].

Elemento	C	Mn	Si	Cr	P	S	Fe
% em massa	0,12 % máx.18	1,00 % máx.	1,00 % máx.	16,0 - 18,0	0,04 % máx.	0,03 % máx.	Restante

Cinco amostras, cada qual submetida a uma diferente condição de tratamento térmico, foram analisadas neste estudo: como recebida (CR), recozida por 1 hora e resfriada lentamente (no forno desligado: 1 h), recozida por 2 horas e resfriada lentamente (2 h), recozida por 3 horas e resfriada lentamente (3 h) e recozida por 3 horas e resfriada rapidamente (em água: RR).

Três tipos de ensaios foram realizados: microscopia ótica, incluindo análise visual em estéreo-microscópio, ensaio de dureza, e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálises química (EDS) e cristalográfica (EBSD).

Amostras foram submetidas à preparação metalográfica convencional: corte, embutimento, lixamento (100 malhas a 1200 malhas), polimento (pasta de diamante com granulometrias de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ ) e depois atacadas com o reagente de Vilella: 5ml de HCl, 1 g de ácido pícrico em 100 ml de H<sub>2</sub>O. Com as amostras assim preparadas, foram obtidas imagens em um microscópio ótico Olympus, modelo BX 51M [7-8].

As mesmas amostras analisadas em microscopia ótica foram observadas com os mesmos ataques metalográficos em dois microscópios eletrônicos de varredura (MEV) da marca FEI: o modelo Inspect S 50, equipado com filamento de tungstênio, operando a 20 kV e com detector de EDS da marca EDAX; e o modelo Quanta FEG 450, equipado com um canhão de emissão por campo elétrico (“field emission gun”: FEG), operando a 20 kV, equipado com um detector de EDS (dispositivo de espectroscopia de energia dispersiva de raios X) e outro de EBSD (“electron back scattering diffraction: difração de elétrons retroespalhados).

Foram obtidos valores de dureza, na escala Vickers, com carga de 10 kgf (0,245 N) no material, utilizando um durômetro Wolpert Wilson modelo 930, de acordo com a Norma ISO 6507-1 [9].

### 3 RESULTADOS

A microestrutura da amostra de aço 430, como recebida, obtida por microscopia ótica, é mostrada na figura 1.



Figura 1 - Microestrutura da amostra de aço inoxidável 430, como recebida (CR).

A microestrutura da amostra de aço 430, aquecida por 3 horas e resfriada rapidamente em água (RR), obtida por microscopia ótica, é mostrada na figura 2.

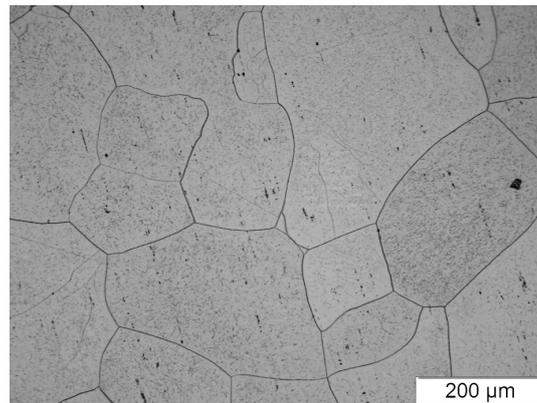


Figura 2 - Microestrutura da amostra de aço inoxidável 430, aquecida por 3 horas e resfriada em água (0 h),

A microestrutura da amostra de aço 430, com 1 h de recozimento a 1000°C, obtida por microscopia ótica, é mostrada na figura 3.



Figura 3 - Microestrutura da amostra de aço inoxidável 430, com 1 h de recozimento a 1000°C.

A microestrutura da amostra de aço 430, com 2 h de recozimento a 1000°C, obtida por microscopia ótica, é mostrada na figura 4.



Figura 4 - Microestrutura da amostra de aço inoxidável 430, com 2 h de recozimento a 1000°C.

A microestrutura da amostra de aço 430, com 3 h de recozimento a 1000°C, obtida por microscopia ótica, é mostrada na figura 5.

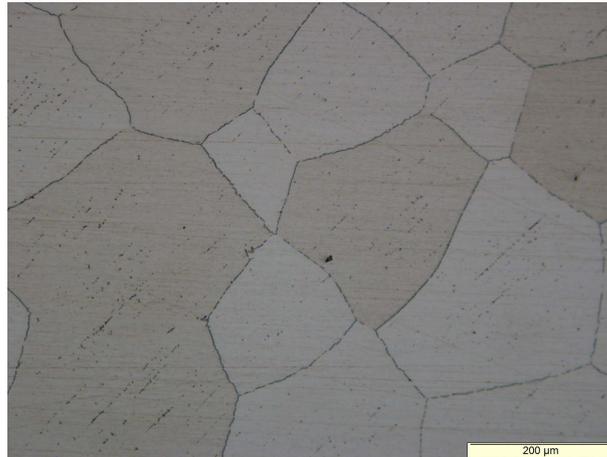


Figura 5 - Microestrutura da amostra de aço inoxidável 430, com 3 h de recozimento a 1000°C.

Imagens de MEV e espectros de EDS da amostra, de aço inoxidável 430 recozida por 3 h, são apresentadas nas figuras 6 e 7.

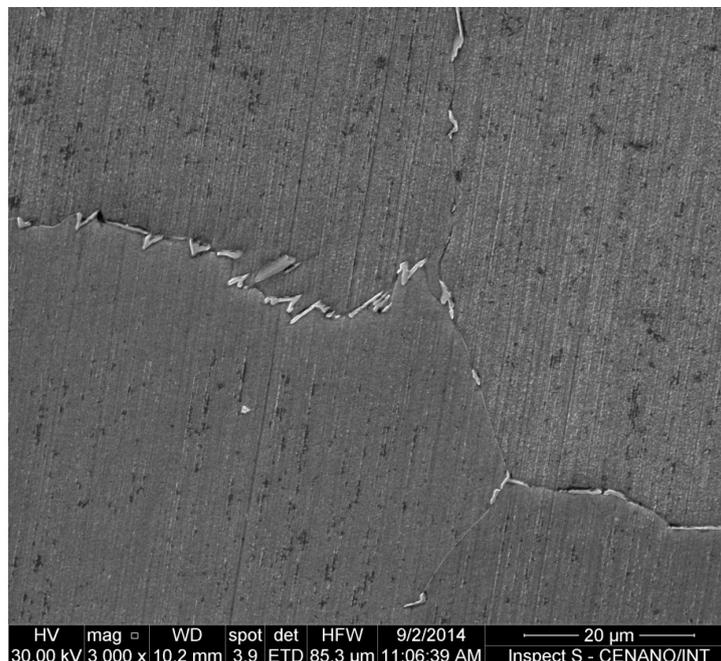


Figura 6 - Imagem de MEV: partículas alongadas nos contornos de grão do aço inoxidável 430 recozido por 3 horas.

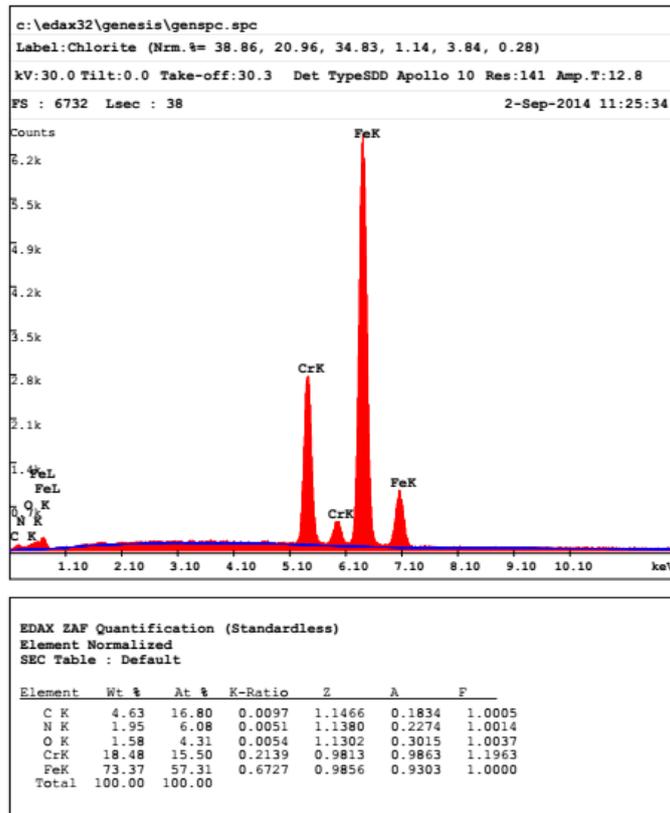


Figura 7 - EDS: partículas alongadas nos contornos de grão do aço inoxidável 430 recozido por 3 horas.

Imagem de MEV e mapas de EBSD da amostra, de aço inoxidável 430 recozida por 3 h, são apresentadas nas figuras 8 e 9.

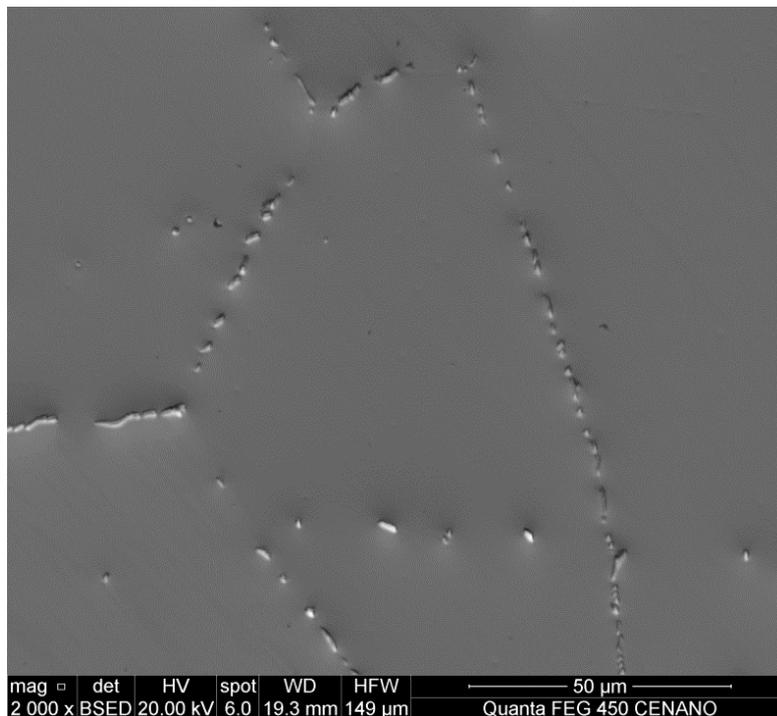


Figura 8 - Imagem de MEV: partículas alongadas nos contornos de grão do aço inoxidável 430 recozido por 3 horas.

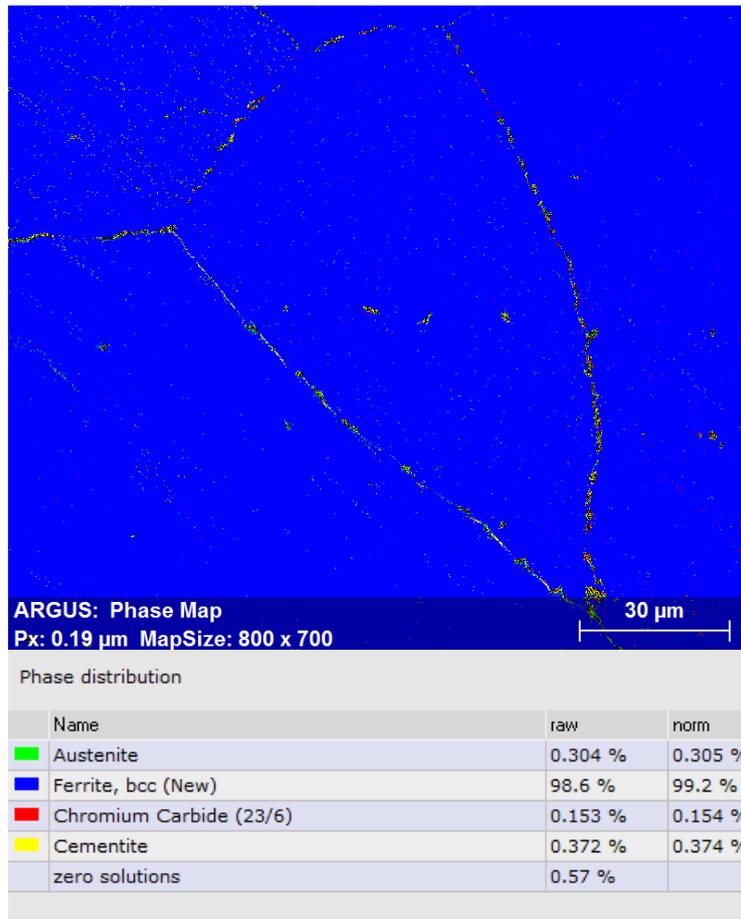


Figura 9 - Mapa de fases pelo EBSD: partículas alongadas nos contornos de grão do aço inoxidável 430 recozido por 3 horas.

A tabela 2 mostra os valores obtidos no ensaio de dureza Vickers para cada amostra.

Tabela 2 - Dureza Vickers (HV) das amostras de aço inoxidável AISI-SAE 430 submetidas a diferentes condições de tratamentos térmicos. Carga de 10 kgf.

Amostra	Região 1	Região 2	Região 3	Região 4	Região 5	Média
CR	193,96	186,89	174,43	177,74	178,18	<b>182,24</b>
RR	171,79	170,28	170,85	177,03	178,13	<b>145,99</b>
1 h	152,86	153,74	156,79	152,16	156,48	<b>173,62</b>
2 h	145,42	147,77	144,12	144,61	148,06	<b>154,41</b>
3 h	123,18	129,37	123,94	128,28	135,31	<b>128,02</b>

A tabela 3 mostra a variação do tamanho de grão nas diferentes amostras.

Tabela 3- Tamanho de grão médio (ASTM e μm), medido em 8 campos, das amostras de aço inoxidável AISI-SAE 430 submetidas a diferentes condições de tratamentos térmicos. A correspondência entre os valores de tamanho de grão é estabelecida pela norma ASTM E-112-13 [10].

Amostra	TG (N° ASTM)	TG (μm)
CR	9,14	15,5
RR	6,39	38,6
1 h	7,88	23,0
2 h	7,31	27,7
3 h	0,82	263,0

## 4 DISCUSSÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos encontram amplas possibilidades de utilização na indústria, devido a várias características, que incluem boa resistência à corrosão, devido aos significativos teores de cromo, razoável resistência mecânica e custo menor do que os aços inoxidáveis austeníticos, com teores de níquel, um elemento de liga caro, ainda mais que o cromo, muito mais elevados. Alguns desses aços, com teor de cromo bem mais elevado, como o AISI-SAE 446, que contém cerca de 26 % cromo, pode ser usado em aplicações que necessitem resistência à corrosão em temperaturas mais elevadas [11]. O aço inoxidável ferrítico 430 apresenta teor de cromo mais baixo, da ordem de 17 %, o que não é suficiente para aplicações em altas temperaturas, mas é plenamente satisfatório para aplicações à temperatura ambiente [6].

Os resultados apresentados neste estudo evidenciam que tratamentos térmicos em alta temperatura (1000°C), mesmo em períodos relativamente curtos, entre 1 e 3 horas, são capazes de introduzir modificações importantes na microestrutura e dureza do aço inoxidável 430.

Os resultados de microscopia ótica revelam significativo crescimento de grão e a precipitação de partículas de fases secundárias, nos contornos de grãos principalmente. O tamanho de grão variou de 15,5 a 263,0  $\mu\text{m}$ .

Os resultados de microscopia eletrônica de varredura (MEV), focados na amostra recozida por 3 horas e resfriada lentamente (no forno desligado) mostraram a precipitação de carbeto, mistos de ferro e de cromo, mas preponderantemente de ferro, segundo as análises de EDS, localizados principalmente nos contornos de grãos, sob a forma de bastonetes alongados de coloração clara. As análises de EBSD confirmam que a microestrutura é predominantemente ferrítica (cerca de 99 % de ferrita), com pequenos teores de cementita (carbeto de ferro:  $\text{Fe}_3\text{C}$ : aproximadamente 0,37 %), austenita (cerca de 0,30 %) e carbeto de cromo ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ : 0,15 % aproximadamente), localizados principalmente nos contornos de grãos da matriz austenita.

Os resultados dos ensaios de dureza evidenciaram que a amostra como recebida (CR) é a mais dura, seguida, em ordem decrescente, pela amostra resfriada rapidamente, (RR), e depois pelas amostras recozidas por 1, 2 e 3 horas e resfriadas lentamente, respectivamente. O tamanho de grão médio, como esperado, segue tendência exatamente oposta: é menor na amostra CR, seguida, em ordem crescente, pelas amostras RR e depois pelas amostras recozidas por 1, 2 e 3 horas e resfriadas lentamente, respectivamente. Apenas deve ser salientado que o crescimento do grão médio entre 2 e 3 horas (de 27,7 para 263,0  $\mu\text{m}$ ) de recozimento foi bastante considerável, bem maior do que o observado quando se comparou o tamanho de grão médio entre as outras amostras (15,5; 38,6 e 23,0  $\mu\text{m}$ ).

Além do crescimento de grão, outra modificação microestrutural importante foi a formação de carbeto, tanto no interior como nos contornos de grão, mas principalmente nestes. As análises de MEV/EDS/EBSD revelaram que se formam carbeto de cromo ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) e cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ), nas proporções de 0,15 e 0,37 %. Como o EBSD permite identificar a estrutura cristalina dos materiais, foi possível determinar que, embora a ferrita seja amplamente a fase majoritária, com 99,2 %, um pequeno teor de austenita, 0,3 % foi registrado, tanto nos contornos quanto no interior dos grãos, assim como as demais fases secundárias.

## 5 CONCLUSÃO

O recozimento acarretou um significativo crescimento de grão, ainda mais acentuado quando o tempo é mais prolongado, além de causar a precipitação de carbonetos, principalmente cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ), mas também carbeto de cromo ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) nos contornos de grão da matriz ferrítica. Embora um pequeno teor de austenita (0,3 %) tenha sido observado, o material é amplamente ferrítico (99,2 5).

## Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPERJ e ao CNPq pelo apoio financeiro para a realização deste trabalho e a Rafael de Abreu Vinhosa pela preparação de amostras metalográficas.

## REFERÊNCIAS

- 1 - L. Colombier; J. Hochmann, *Aciers Inoxydables - Aciers Réfractaires*, Dunod, Paris, 12ème édition, 1965, 619 p.
- 2 - André Luiz V. Costa e Silva e Paulo Roberto Mei, *Aços e Ligas Especiais*, Editora Edgard Blücher, São Paulo, 2ª edição, 2006, 646 p.
- 3 - ASM Handbook volume 1, *properties and Selection: Irons, Steels and High performance Alloys*, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 1990, 6th printing 2001, 1063 p.
- 4 - AISI Type 430 Stainless Steel Annealed Sheet, ASM Materials Data Sheet, <<http://asm.matweb.com/search/SpecificMaterial.asp?bassnum=MQ430AN>>. Acesso em 23-02-2018.
- 5 - Vicente Chiaverini, *Aços e Ferros Fundidos*, ABM (Associação Brasileira de Metais), São Paulo, 6ª edição, 1988, 576 p.
- 6 - Outokumpu, *Moda 430\_4016 EN 1.4016, ASTM TYPE 430 \_ UNS S43000 stainless steel grade details*, <<http://steelfinder.outokumpu.com/Properties/GradeDetail.aspx?OKGrade=4016&Category=Moda>>.
- 7 - ASTM E407 - 07(2015), *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*, 22 p.
- 8 - ASTM E3 - 11(2017), *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens* 12 p.
- 9 - ISO 6507-1:2018, *Metallic materials – Vickers hardness test – Part 1: Test method* 30 p.
- 10 - ASTM E112 - 13, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, 28 p.
- 11 - A.A. Guimarães, P.R. Mei, *Precipitation of carbides and sigma phase in AISI type 446 stainless steel under working conditions*, *Journal of Materials Processing Technology*, volumes 155–156, November, 2004, p. 1681-1689.
- 12 - de Souza, V. M.; Kina, A. Y.; Tavares, S. S. M.; Ponzio, E. A.; Schmitt, V.M.; Pardal, J. M., *Estudo da Influência da Microestrutura na Suscetibilidade à Sensitização do Aço Inoxidável AISI 430 por Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC)*, *Rev. Virtual Quim.*, 2013, 5 (4), 691-712.
- 13 - M. Alizadeh-Sh, S.P.H. Marashi, M. Pouranvari, *Resistance spot welding of AISI 430 ferritic stainless steel: Phase transformations and mechanical properties*, *Materials and Design*, 56 (2014) 258–263.
- 14 - V.T.L. Buono; B.M. Gonzalez; M.S. Andrade, *Strain aging of AISI 430 ferritic stainless steel*, *Scripta Materialia*, Vol. 38, No. 2, 1998, p. 185-190.