



Comparação da dureza e microestrutura das martensitas dos aços inoxidáveis AISI 409 tratado por SHTPN e AISI 420

Comparison of the hardness and microstructure of martensites of stainless steels AISI 409 treated by SHTPN and AISI 420

Pedro Victorio Caetano Abrantes de Quadros¹, Paulo César Borges², Elisiane Maria Berton³.

RESUMO

Os aços inoxidáveis são aplicados em gasodutos, instrumentos cirúrgicos, sistemas de exaustão entre outros. Porém, na indústria geralmente são utilizados após passarem por tratamentos térmicos como a têmpera e revenido, os quais permitem a formação de martensita com átomos de carbono intersticiais para a melhoria das propriedades mecânicas do aço. Portanto, nesse trabalho foi estudado o revenimento a 250, 450 e 650 °C em dois materiais. O primeiro material foi o aço inoxidável martensítico AISI 420 tratado por têmpera a 1050 °C, e o segundo foi o aço inoxidável ferrítico AISI 409 tratado por SHTPN e têmpera a 1050 °C. Foi feita a comparação entre a dureza Vickers da martensita de carbono presente no aço AISI 420 e da martensita de nitrogênio obtida no aço AISI 409 através da técnica de SHTPN. Os resultados apontam queda na dureza dos materiais com o aumento da temperatura de revenido. Além disso, a martensita de carbono apresentou maior dureza para as três temperaturas de revenimento estudadas.

Palavras-chave: Aço inoxidável, SHTPN, martensita de nitrogênio.

ABSTRACT

Stainless steels are applied in gas pipelines, surgical instruments, exhaust systems, among others. However, in industry they are generally used after undergoing heat treatments such as quenching and tempering, which allow the formation of martensite with interstitial carbon atoms to improve the mechanical properties of steel. Therefore, in this work the tempering at 250, 450 and 650 °C in two materials was studied. The first material was the martensitic stainless steel AISI 420 treated by quenching at 1050 °C, and the second was the ferritic stainless steel AISI 409 treated by SHTPN and quenched at 1050 °C. A comparison was made between the Vickers hardness of carbon martensite present in AISI 420 steel and nitrogen martensite obtained in AISI 409 steel using the SHTPN technique. The results show a decrease in the hardness of the materials with the increase in the tempering temperature. In addition, carbon martensite presented higher hardness for the three tempering temperatures studied.

Keywords: Stainless steel, SHTPN, nitrogen martensite.

1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis martensíticos possuem aplicações na indústria petroquímica, em gasodutos e oleodutos, por exemplo. Conforme Macedo (2016), esses aços são utilizados após serem temperados, uma vez que a martensita tem maior resistência mecânica e à corrosão. Entretanto, em concordância com ASM (1999),

¹ Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil; pedroquadros@alunos.utfpr.edu.br

² Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Curitiba; pborges@utfpr.edu.br

³ Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil; saneberton@yahoo.com.br



quando temperado, o aço tem uma redução em sua ductilidade e tenacidade, logo, é necessário realizar o tratamento de revenimento para corrigir tais erros, o qual transforma a martensita em martensita revenida.

Com relação aos aços inoxidáveis ferríticos, estes têm aplicações no sistema de escapamento de gases no setor automobilístico. Esses aços não são endurecíveis pela têmpera, diferentemente dos martensíticos.

Segundo Pinedo (2015), a adição de nitrogênio na superfície de aços aumenta a resistência à corrosão, ao desgaste ou à fadiga. O processo de Tratamento Térmico de Solubilização após Nitretação por Plasma (SHTPN - Solution Heat Treatment after Plasma Nitriding) é um processo que adiciona nitrogênio em solução sólida por meio de nitretação por plasma seguido de um tratamento térmico de solubilização. Dessa forma, um aço inoxidável ferrítico, com baixo teor de elementos de liga, se torna apto a obter uma microestrutura martensítica.

Portanto, esse estudo tem como objetivo comparar a dureza e a microestrutura da martensita de nitrogênio do aço inoxidável ferrítico AISI 409, tratado por SHTPN, têmpera e revenimento, com a martensita de carbono do aço inoxidável martensítico AISI 420, tratado somente por têmpera e revenimento. As condições de comparação de ambos os aços são as temperaturas de revenido de 250 ± 10 , 450 ± 10 e 650 ± 10 °C.

2 MÉTODO

A composição química dos aços AISI 420 e AISI 409 estão apresentadas na Tab. 1.

Tabela 1 – Composição química em porcentagem de peso do aço inoxidável martensítico AISI 420 e do aço inoxidável ferrítico AISI 409

Elemento químico	C	Cr	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S
Percentual de peso no aço AISI 420 (%)	0,305	12,21	0,077	0,330	0,025	0,38	0,019	0,005
Percentual de peso no aço AISI 409 (%)	0,001	10,80	0,023	0,200	0,053	0,320	0,033	0,000

Fonte: Berton (2014) e Severo (2017).

Os experimentos foram realizados com as peças do aço AISI 409 em estado de fornecimento (EF₄₀₉), tratadas por SHTPN, têmpera e revenido nas temperaturas de 250 ± 10 °C (R250₄₀₉), 450 ± 10 °C (R450₄₀₉) e 650 ± 10 °C (R650₄₀₉), e com as amostras do aço AISI 420 sem tratamento (EF₄₂₀) e com aquelas temperadas e revenidas também nas temperaturas de 250 ± 10 °C (R250₄₂₀), 450 ± 10 °C (R450₄₂₀) e 650 ± 10 °C (R650₄₂₀).

Inicialmente, o aço inoxidável martensítico AISI 420 foi cortado em amostras cilíndricas. Na sequência, essas amostras foram lixadas nas lixas de granulometria #600. Para a formação da martensita, as peças foram temperadas a 1050 °C por 30 min imersas em banho de sal TEC 950, com posterior resfriamento em óleo a 25 °C. Em seguida, as amostras foram revenidas para aliviar as tensões residuais provenientes da têmpera nas temperaturas de: 250 ± 10 °C, 450 ± 10 °C e 650 ± 10 °C, todas com duração de 1 hora, e resfriadas ao ar. Após os tratamentos, as peças foram lixadas novamente com as lixas de granulometria #600.

As amostras do aço inoxidável ferrítico AISI 409 foram cortadas em peças retangulares de 30x30x5 mm e, depois, foram retificadas. A técnica de SHTPN é realizada em duas etapas. A primeira se consiste na nitretação a plasma. Para isso, foi realizada, no reator a vácuo, a limpeza superficial das amostras, a uma temperatura de 160 ± 10 °C, com uma tensão de 400 V, pressão de $1,5 \pm 0,2$ Torr, por 1 hora em uma atmosfera gasosa de 80% H₂ e 20% Ar. Depois foi realizada a nitretação a 510 ± 10 °C, tensão de 600 V, pressão igual a

$3 \pm 0,2$ Torr, por 2 horas em uma atmosfera constituída por 80% N₂ e 20% H₂. Em seguida, foi realizada a segunda etapa, onde foi feita a solubilização para que os precipitados fossem dissolvidos para formar uma solução sólida intersticial. A temperatura foi de 1100 °C por 1 hora sob vácuo. Após atingir o patamar, as peças foram resfriadas em óleo a 25 °C para evitar a precipitação de nitretos e formar a martensita de nitrogênio. A adição de nitrogênio permite que o material atinja o campo gama no aquecimento, e assim, formar a martensita de nitrogênio com o resfriamento rápido. Após o SHTPN, o aço AISI 409 foi temperado a 1050 °C por 30 minutos, seguido de resfriamento em óleo a 25 °C. Depois, as amostras foram revenidas nas temperaturas de 250 ± 10 , 450 ± 10 e 650 ± 10 °C com duração de 1 hora, seguida de resfriamento ao ar. Após esses tratamentos térmicos, as peças do aço AISI 409 foram lixadas com lixas de granulometria #600.

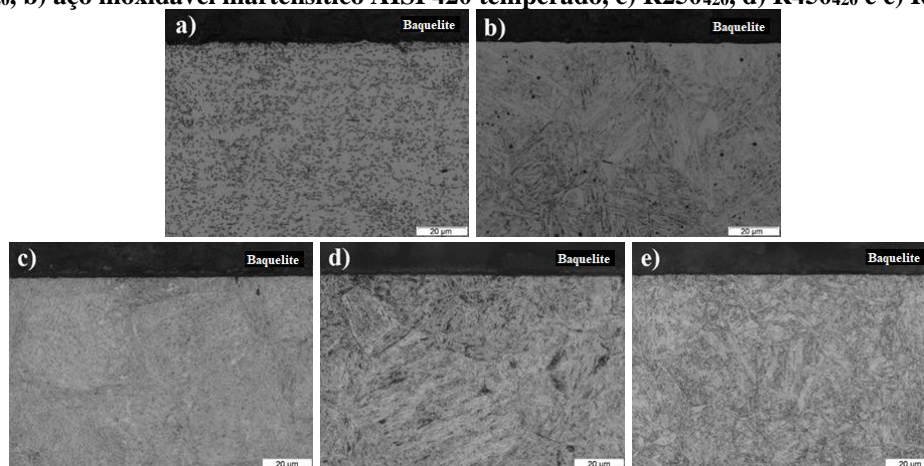
Os perfis de dureza foram adquiridos através da medição de dureza Vickers, com o microdurômetro Shimadzu Microhardness Tester modelo HMV-2. Em cada uma das peças foram feitas cinco medidas, com carga aplicada de 50 Kgf por um período de 10 segundos.

Posteriormente, para a análise microestrutural, as amostras passaram pela caracterização metalográfica, onde foram cortadas, embutidas, lixadas, polidas e atacadas quimicamente com o reagente Villela por 35 segundos para o aço AISI 420, e por 40 segundos para o AISI 409. As imagens foram realizadas com auxílio de um Microscópio Ótico modelo BX51M, da marca Olympus, por meio da utilização do software analySIS.

3 RESULTADOS

As micrografias do aço inoxidável martensítico AISI 420, nas condições estudadas já mencionadas e na condição temperada, podem ser vistas na Fig. 1.

Figura 1 – Microestrutura com ampliação de 1000x do aço inoxidável martensítico AISI 420 nas condições: a) EF₄₂₀, b) aço inoxidável martensítico AISI 420 temperado, c) R250₄₂₀, d) R450₄₂₀ e e) R650₄₂₀



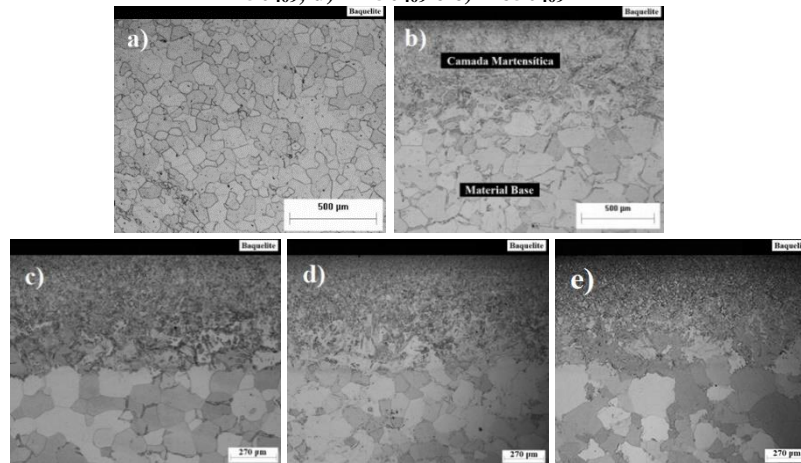
Fonte: Quadros (2020) e autoria própria (2021).

Observa-se que a amostra do aço AISI 420 em estado de fornecimento (Fig. 1 - a) apresenta uma matriz ferrítica com carbonetos esferoidizados, concordantemente com Severo (2017). Segundo Lippold (2005), com a têmpera (Fig. 1 - b), espera-se a presença de martensita e alguns carbonetos, podendo ser do tipo M₂₃C₆ (com M sendo ferro ou cromo). Com o revenido a 250 ± 10 °C (Fig. 1 - c), observa-se ripas finas de martensita. Já

para as maiores temperaturas de revenido, de $450 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ (Fig. 1 - d) e a $650 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ (Fig. 1 - e), de acordo com os estudos de Silva (1988), ocorre uma maior precipitação e um maior coalescimento da cementita.

Na Fig. 2 pode-se ver as micrografias do aço AISI 409 nas condições estudadas, e após a técnica SHTPN.

Figura 2 – Microestrutura do aço inoxidável ferrítico AISI 409 nas condições: a) EF₄₀₉, b) após SHTPN, c) R250₄₀₉, d) R450₄₀₉ e e) R650₄₀₉

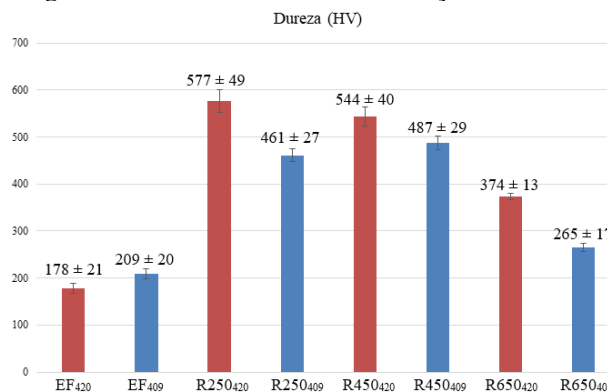


Fonte: Berton (2014) e Berton (2019).

A partir da Fig. 2, nota-se que a amostra em estado de fornecimento (Fig. 2 - a) apresenta uma matriz ferrítica, da mesma forma como visto por Berton (2014). Após o processo de SHTPN (Fig. 2 - b), forma-se uma camada rica em nitrogênio na forma de nitretos após a nitretação por plasma, e, depois da solubilização, ocorre a difusão do nitrogênio para o interior do material, em conformidade com Pinto (2013). Com o resfriamento rápido, infere-se a presença de martensita de nitrogênio na superfície, em concordância com Berton (2014). A amostra R450₄₀₉ parece possuir placas de martensita mais grosseiras com relação à amostra R250₄₀₉, de acordo com Berton (2019). Na condição R650₄₀₉ verifica-se a presença de martensita nos contornos de grão do substrato, além de um crescimento dos grãos ferríticos, assim como pesquisado por Berton (2019).

Os resultados da dos perfis de dureza Vickers de ambos os materiais podem ser observados na Fig. 3:

Figura 3 – Dureza Vickers das condições estudadas



Fonte: Autoria própria (2021).



A partir da Fig. 3, nota-se que para o aço AISI 420 a dureza aumenta com a têmpera e o revenido, em concordância com Quadros (2020), quando comparados ao material sem tratamento. Ademais, quanto maior foi a temperatura de revenimento, maior foi a queda da dureza. A amostra R250₄₂₀ foi aquela que apresentou o maior valor de dureza, pois para temperaturas de revenido próximas a 200 °C não há variação significativa das propriedades mecânicas, como foi visto por Severo (2017). Para a condição R450₄₂₀ foi observada uma redução na dureza, uma vez que temperaturas de revenido acima de 400 °C, observa-se uma queda da dureza do aço, de acordo com Lim (1993). Com o revenimento a 650 ± 10 °C, obteve-se o menor resultado de dureza, assim como registrado por estudos feitos por Scheuer (2011). A queda de dureza conforme maior foi a temperatura de revenido está relacionada ao alívio de tensões residuais da têmpera, bem como à precipitação de carbonetos de cromo nos contornos de grãos. Precipitados nos contornos de grãos reduzem a dureza do material de forma geral e a resistência à corrosão intergranular, como estudado por Quadros (2020).

Para o aço AISI 409, observa-se que o SHTPN, seguido de têmpera e revenimento, aumenta a dureza do material sem tratamento. As durezas das amostras R250₄₀₉ e R450₄₀₉ são próximas, mas o revenido a 450 ± 10 °C apresenta um valor maior possivelmente por apresentar mais precipitados que o revenido a 250 ± 10 °C, em conformidade com Berton (2014). Para a condição R650₄₀₉, ocorre uma maior redução da dureza, da mesma forma que para Berton (2014). Segundo Smith (1993), isso pode se dever aos fenômenos de recuperação e recristalização da martensita, à formação e coalescimento da ferrita entre outros.

Logo, através desses resultados, percebe-se que para os materiais em estado de fornecimento, o aço AISI 409 apresenta uma maior dureza de topo que o aço AISI 420. Porém, com relação às condições submetidas aos tratamentos térmicos e termoquímicos, nota-se que, para as três temperaturas de revenido, o aço AISI 420 apresentou maiores valores para a dureza. Possivelmente a dureza do aço AISI 420 tratado é maior do que a dureza do aço AISI 409 tratado pelo fato de que para o aço AISI 420, com os tratamentos térmicos ocorre a precipitação de carbonetos, com o percentual em peso de 0,305 de carbono para esse material, ao mesmo tempo que para o aço AISI 409, esse percentual de carbono é de 0,001. Logo, para o aço ferrítico, a precipitação que ocorre em maior quantidade são de nitretos, no entanto em uma quantidade menor que os carbonetos para o aço AISI 420, pois para o aço AISI 409 a maior parte do nitrogênio está ocupando os interstícios na rede cristalina da martensita de nitrogênio.

4 CONCLUSÃO

A partir dos estudos pode-se inferir que foi possível a formação de uma martensita de nitrogênio a partir da técnica de SHTPN no aço inoxidável ferrítico AISI 409.

Além disso, os tratamentos térmicos de têmpera e revenido forneceu um ganho de dureza para o aço inoxidável martensítico AISI 420. Da mesma forma, o conjunto de tratamentos de SHTPN, têmpera e revenido aumentou a dureza do aço AISI 409.

Por fim, comparando os resultados de dureza, para as condições sem tratamento, o aço AISI 409 apresentou uma dureza maior do que o aço AISI 420. No entanto, para as três condições de revenimento estudadas, a martensita de carbono do aço AISI 420 obteve uma maior dureza de topo com relação à martensita de nitrogênio do aço AISI 409.



AGRADECIMENTOS

Os agradecimentos são feitos às instituições que forneceram a bolsa de estudo, CAPES e CNPq, à UTFPR por permitir o uso dos laboratórios e equipamentos para o desenvolvimento do trabalho e ao grupo de pesquisa do Laboratório de Corrosão.

REFERÊNCIAS

- ASM HANDBOOK, *Stainless Steels*, ASM International, p. 573, 1999.
- BERTON, E. M. **Corrosão e propriedades mecânicas da martensita de nitrogênio formada sobre o aço AISI 409 tratado pelo SHTPN**, Tese de Doutorado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2019.
- BERTON, E. M.; et al. **Efeito das temperaturas de têmpera e de revenido na resistência à corrosão da camada martensítica de alto nitrogênio produzida por SHTPN sobre o aço AISI 409**, Dissertação de mestrado, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2014.
- LIM, L. C., et al. **Tempering of AISI 403 stainless steel**. *Materials Science and Engineering: A*, v. 171, p. 13-19, 1993.
- LIPPOLD, J. C., KOTECKI, D. J. **Welding metallurgy and weldability of stainless steels**. John Wiley & Sons, Inc, Hoboken, New Jersey, EUA, 357 p., 2005.
- MACEDO, M. M.; et al., **Influência do tratamento térmico de revenimento na tenacidade à fratura dinâmica e na tenacidade à fratura assistida pelo ambiente de um aço inoxidável martensítico AISI 420**, Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.
- PINEDO, C. E., MAGNABOSCO, R. **Mecanismos de nitretação sob plasma do aço inoxidável martensítico AISI 420 nitretado a alta e baixa temperatura**. São Paulo: 2015.
- PINTO, R. A.; HUNDRIA, V.; BORGES, P. C.; PINTAUDE, G. **Desgaste por deslizamento da camada martensítica obtida por meio do SHTP no aço inoxidável ferrítico AISI 409**. CIBEM – VI Congresso Ibero-Americano em Engenharia Mecânica, 2013.
- QUADROS, P. V. C. A.; BERTON, E. M.; BORGES, P. C. **Avaliação da sensitização e dureza do aço inoxidável martensítico AISI 420 tratado por têmpera e revenido**. In: Anais do Congresso Internacional de Engenharia Mecânica e Industrial. Anais. Brasília - DF, 2020.
- SCHEUER, C. J. **Cementação a baixa temperatura do aço inoxidável martensítico AISI 420 assistida por plasma**, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2011.
- SEVERO, F.S.; et al. **Comportamento à erosão por cavitação do aço inoxidável martensítico AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura**, Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2017.
- SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R. **Aços e ligas especiais**, Eletrometal S. A. Metais Especiais, São Paulo, 2 ed., p. 512, 1988.
- SMITH, W. F. **Structure and Properties of Engineering Alloys**, 2. Ed., Singapore: McGraw-Hill, 1993.