

OTIMIZAÇÃO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS DE SOLUBILIZAÇÃO EM UM AÇO INOXIDÁVEL 17-4PH FABRICADO POR PBF-LB

Palavras-Chave: AÇOS INOXIDÁVEIS, MANUFATURA ADITIVA, TRATAMENTOS TÉRMICOS

GABRIEL JANOWSKI POZZER, FEM/UNICAMP

Dr. LUIZ FERNANDO KULTZ UNTI (co-orientador), FEM/UNICAMP

M.Sc^(a). NAYARA APARECIDA FONSECA COUTO, FEM/UNICAMP

Prof. Dr. ÉDER SÓCRATES NAJAR LOPES (orientador), FEM/UNICAMP

INTRODUÇÃO:

O aço inoxidável 17-4PH (17%p. Cr, 4%p. Ni) pertence à classe dos aços endurecíveis por precipitação (do inglês *Precipitation Hardening*, PH), e destaca-se pela combinação única de resistência mecânica, tenacidade e boa resistência à corrosão. Estas características são resultado do alto teor de cromo adicionado, da formação da martensita (fase CCC em temperatura ambiente), e dos precipitados ricos em cobre formados após um simples tratamento térmico de envelhecimento. Este conjunto de propriedades o torna apto a aplicações que requerem bom desempenho mecânico em condições adversas (como em ambientes corrosivos), sendo amplamente utilizado em componentes críticos das indústrias aeroespacial, de energia e ferramentaria. Devido a sua fácil soldabilidade, este material é propício a ser processado por técnicas de manufatura aditiva (AM), em particular pela Fusão em Leito de Pó a Laser (PBF-LB, do inglês *Powder-Bed Fusion, Laser Beam*). Devido à operação iterativa de fusão em cada nova camada depositada, este processo submete o material a ciclos térmicos extremamente rápidos e direcionais, resultando em uma microestrutura inicial tipicamente heterogênea, com regiões apresentando grãos colunares alongados e outras com grãos mais refinados, além de uma matriz de martensita com elevada densidade de discordâncias inerente ao material.

Para atingir as propriedades mecânicas e de corrosão desejadas, componentes fabricados em aços 17-4PH requerem tratamentos térmicos subsequentes. A etapa inicial e crucial é o tratamento de solubilização, cujo objetivo principal é dissolver precipitados indesejáveis formados durante o resfriamento rápido do processo e homogeneizar a composição química da matriz. Contudo, o resfriamento subsequente desta matriz homogênea, que se torna austenítica (fase FCC) em altas temperaturas, é fundamental para a formação da fase martensítica. Neste contexto, a temperatura de solubilização adotada exerce influência crítica: temperaturas muito baixas podem não efetivar a homogeneização completa, enquanto temperaturas excessivamente elevadas promovem o crescimento

acentuado dos grãos austeníticos e, conseqüentemente, das ripas de martensita após o resfriamento, reduzindo consideravelmente a resistência mecânica (efeito Hall-Petch).

Diante deste balanço delicado, o objetivo principal deste trabalho foi determinar uma temperatura e taxa de resfriamento ótimas para o tratamento de solubilização em um aço inoxidável 17-4PH processado por PBF-LB. Buscou-se identificar uma janela térmica que assegurasse a efetiva homogeneização da microestrutura e dissolução de fases indesejáveis, ao mesmo tempo em que controlasse o crescimento dos grãos austeníticos para evitar a formação de ripas de martensita excessivamente grandes após o resfriamento, o que poderia comprometer a tenacidade e o desempenho mecânico final do componente.

METODOLOGIA:

O aço inoxidável 17-4PH utilizado neste trabalho foi processado em uma máquina de manufatura aditiva da EOS M280, utilizando os parâmetros ótimos de processamento recomendados pelo fabricante. Inicialmente, foram fabricados corpos de prova cúbicos, com aresta de 10 mm (Figura 1a). Tais cubos foram seccionados em cubos menores em uma cortadora de precisão, para serem utilizados em tratamentos térmicos. De acordo com as normas utilizadas para aços inoxidáveis PH, o tratamento térmico de solubilização padrão para esta composição é realizado a 1040 °C (~1900 °F) por 30-40 minutos. Apesar desta condição ser amplamente utilizada em aços processados por PBF-LB, gera-se um engrossamento dos grãos austeníticos e, conseqüentemente, das ripas de martensita. Portanto, a partir desta temperatura, foram avaliadas 5 faixas diferentes para o tratamento: 990 °C, 940 °C, 890 °C, 840 °C e 790 °C. Temperaturas mais baixas não foram avaliadas por não promoverem uma completa austenitização do material, e impedir assim que ocorra a dissolução de possíveis segregações e fases intermetálicas formadas durante o processamento.

As amostras foram tratadas em um forno mufla resistivo, sem atmosfera protetora. Após atingir a temperatura desejada (± 10 °C), duas amostras foram inseridas em uma barquinha de alumina, e mantidas na temperatura avaliada por 1h; após o tempo do tratamento, uma destas foi resfriada em água (alta taxa de resfriamento), enquanto a segunda resfriou no forno (baixa taxa de resfriamento). Além disso, para avaliar a influência da microestrutura na etapa de precipitação, todas as amostras foram submetidas ao envelhecimento no mesmo forno mufla, na condição padronizada H900 (482 °C / 1h). Por fim, as amostras foram embutidas a quente em resina fenólica (baquelite, Figura 1b), e preparadas para metalografia por lixamento (até lixa #2000) e polimento mecânico (com sílica coloidal 0,02 μ m).

Até o momento, foi-se medido a dureza das amostras solubilizadas, em um durômetro HMV Micro Hardness Tester Shimadzu, usando 1 kgf (HV1) para indentação e um tempo de permanência de aplicação da carga de 10 s. Para cada condição, foram realizadas 10 medidas, sendo descartados os 2 maiores e 2 menores valores. O valor médio da dureza em cada condição, assim como seu respectivo desvio padrão, foram plotados em função da temperatura utilizando o software *OriginPro*.

Até o final deste projeto, serão analisados ainda imagens de microscopia ótica (Neophot 32) e de varredura (MEV/EDS, ZEISS modelo EVO MA15), em microscópios disponíveis nos laboratórios multiusuários da FEM/UNICAMP. Para revelar a microestrutura, será utilizado um ataque eletroquímico com solução de HNO_3 aquosa (40%v). Tal ataque permite avaliar a morfologia das poças de fusão características do processo PBF-LB, além da microestrutura martensítica. A combinação de resultados de dureza e microscopia/análise química permitirão auxiliar na escolha da condição que apresente uma melhor homogeneização microestrutura e resposta mecânica, para cada taxa de resfriamento. Após determinada as condições ótimas, serão realizados ensaios de tração uniaxial em uma Máquina universal de ensaios mecânicos InterMetric (100 kN) para comparação com a rota de tratamento térmico de solubilização padrão (Figura 1c).

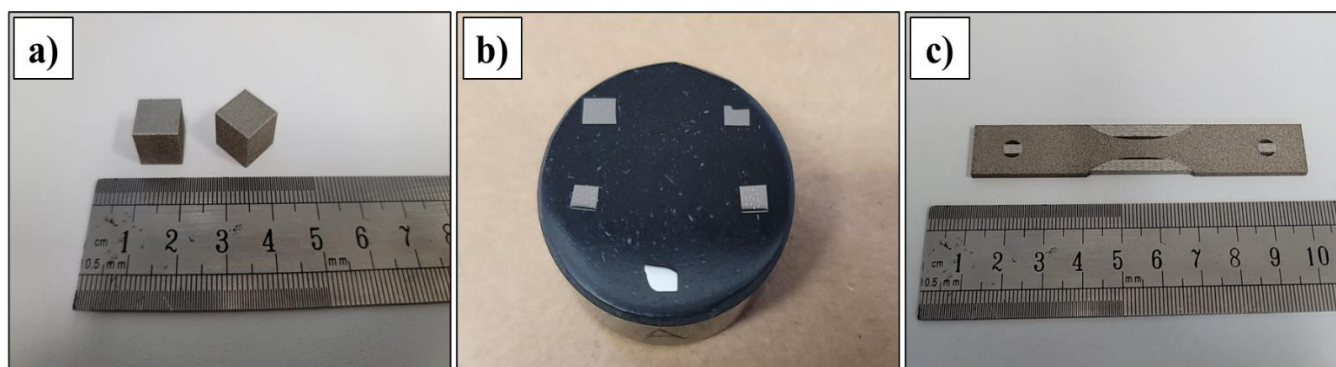


Figura 1 – amostras do aço 17-4PH processados por PBF-LB, mostrando a) as amostras cúbicas iniciais, b) as amostras embutidas em resina fenólica após solubilização, e c) os corpos de prova de tração a serem avaliados.

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

A Figura 2 mostra o comportamento mecânico obtido a partir do ensaio de dureza do aço 17-4PH após os tratamentos térmicos de solubilização: a curva em preto apresenta os valores médios e desvio padrão das amostras resfriadas dentro do forno, enquanto a curva em vermelho mostra as amostras que foram temperadas, ou seja, retiradas do forno e imersas imediatamente em água a temperatura ambiente ($\sim 25^\circ\text{C}$). Embora as amostras resfriadas ao forno terem apresentado uma dureza maior que as temperadas, o comportamento de ambas as condições apresenta a mesma tendência: valores médios de dureza maiores na condição de 790°C , com subsequente redução até próximo a 900°C , e um leve aumento nas amostras solubilizadas a 990°C (mais pronunciado na amostra resfriada lentamente). A primeira faixa de temperatura, 790°C , é próximo à temperatura da transformação ferrita/martensita $\rightarrow$ austenita ($\sim 720 - 780^\circ\text{C}$, no aquecimento). Portanto, é de se esperar que não houve um crescimento pronunciado dos grãos austeníticos, mantendo uma microestrutura mais refinada; entretanto, também é provável que tal temperatura não tenha sido suficiente para promover mudanças microestruturais significativas, homogeneizando o material e atenuando o histórico térmico originado no processamento. Conforme ocorre o aumento de temperatura, gera-se uma modificação estrutural com o engrossamento dos grãos e consequente redução da dureza, como é esperado devido ao efeito de Hall-Petch (a resistência mecânica do material diminui conforme o tamanho dos grãos cristalinos aumenta). Entretanto, como é visto nas amostras tratadas a 990°C , uma leve tendência de aumento na dureza pode ser

percebida. Pela literatura, é sabido que o aço 17-4PH pode apresentar uma fase indesejada, comumente associada à fragilização deste material: a ferrita delta ($\text{Fe-}\delta$). Um dos motivos da formação desta fase é um elevado teor de cromo equivalente, em comparação ao teor de níquel equivalente no material (diagrama de Schaeffler). Altas temperaturas favorecem a mobilidade atômica e, portanto, também favorecem a homogeneização de quaisquer microsegregações existentes. Logo, tal aumento notado em uma temperatura maior pode ter origem na dissolução de uma possível ferrita delta presente no material como-fabricado. Entretanto, para confirmar tais hipóteses, mais técnicas serão necessárias para avaliar a condição microestrutural de cada amostra.

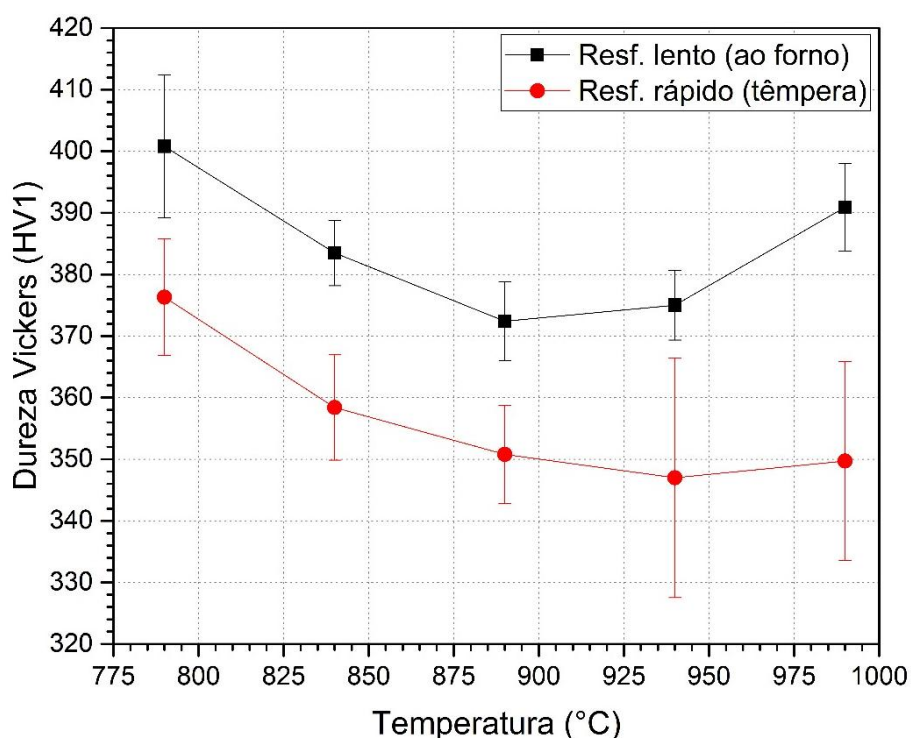


Figura 2 – curva de envelhecimento do aço 17-4PH, em condições de resfriamento diferentes: lento (ao forno) e rápida, em água (têmpera).

CONCLUSÕES:

A variação da temperatura de solubilização do aço inoxidável 17-4PH promoveu uma alteração de até 30 HV em comparação a dureza da condição inicial, como-fabricada. Tal modificação ocorreu devido as altas temperaturas que permitem uma maior mobilidade atômica e, consequentemente, promovem uma modificação e homogeneização microestrutural. Entretanto, para melhor compreensão dos fenômenos metalúrgicos envolvidos, será necessário conduzir análises experimentais adicionais, focando na caracterização microestrutural do aço. Tais análises complementares permitirão obter uma melhor compreensão da mudança na microestrutura, auxiliando assim na escolha das condições ótimas de tratamento térmico de solubilização. Além disso, esta abordagem mais completa permitirá explicar os resultados de ensaios mecânicos, a serem realizados, a partir da microestrutura, trazendo uma melhor compreensão da correlação entre material, microestrutura, processamento e propriedades mecânicas.

BIBLIOGRAFIA

KUGELMEIER, C. L., et al. Microstructure Evolution and Corrosion Resistance Evaluation of 17-4 Precipitation Hardening Stainless Steel Processed by Laser Powder Bed Fusion. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 34, p. 10537-10547, 2025.

MCGUIRE M. **Stainless Steels for Design Engineers**. 1st ed. ASM International; 2008.

SABOONI, S., et al. Laser powder bed fusion of 17–4 PH stainless steel: A comparative study on the effect of heat treatment on the microstructure evolution and mechanical properties. **Additive Manufacturing**, v. 46, p. 102176, 2021.

VILLA, M. et al. Aging 17-4 PH martensitic stainless steel prior to hardening: effects on martensitic transformation, microstructure and properties. **Materialia**, v. 32, p. 101882, 2023.