



IV Congresso Nacional de Engenharia Mecânica  
22 a 25 de Agosto 2006, Recife-PE

## EFEITOS DE ENVELHECIMENTOS PROLONGADOS NA FAIXA DE 400°C A 800°C NO AÇO INOXIDÁVEL AISI 444

Sérgio Souto Maior Tavares (UFF)<sup>1</sup>  
Juan Manuel Pardal (UFF)<sup>1</sup>  
José Adailson de Souza (UFF)<sup>1</sup>  
Leandro Dias Lima (UFF)<sup>1</sup>  
Hamilton Ferreira Gomes de Abreu (UFC)<sup>2</sup>  
ssmtavaes@terra.com.br  
juanmanuelpardal@yahoo.com.br  
j\_adailson@yahoo.com.br  
ldlima@gmail.com  
hamilton.abreu@terra.com.br

<sup>1</sup>Universidade Federal Fluminense, Rua Passo da Pátria, 156 – CEP 24210-240, Niterói/RJ

<sup>2</sup>Universidade Federal do Ceará, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Fortaleza / CE

**Resumo:** O aço inoxidável AISI 444 é do tipo ferrítico contendo 18%Cr e 2%Mo. Por ser estabilizado ao Ti e Nb, o aço pode conter nitretos e carbonetos finos em sua estrutura. Neste trabalho, envelhecimentos prolongados na faixa de 400°C, 475°C, 520°C, 560°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C foram realizados em amostras para ensaios Charpy sem entalhe e ensaios de dureza Vickers. O aço se mostrou susceptível ao endurecimento e fragilização na faixa de 400°C a 520°C, devido à precipitação de  $\alpha'$ . Nos envelhecimentos na faixa de 650°C a 800°C não se observou o aumento da dureza nem a queda da tenacidade, o que mostra que o aço não é susceptível à formação de fase sigma. O aumento da temperatura de envelhecimento no intervalo de 650°C a 800°C provocou o coalescimento dos precipitados e o decréscimo da dureza do material. Medidas magnéticas nas amostras tratadas na faixa de 560°C a 800°C mostram que a precipitação mais fina provoca o aumento da força coerciva, sem alteração da magnetização de saturação do material.

**Palavras-chave:** aço inoxidável ferrítico, envelhecimento

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos são utilizados em diversos setores industriais, inclusive nas indústrias química e petroquímica. A principal vantagem desta classe de materiais em relação aos inoxidáveis austeníticos é a melhor resistência à corrosão sob tensão. Apesar disso, os inoxidáveis ferríticos em geral são susceptíveis a alguns fenômenos de fragilização, tais como o crescimento de grãos, precipitação de fase sigma e fase  $\alpha'$  (Cortie (1995), Grobner (1973), Soloman (1978), Van Zwieten (1993)).

A precipitação de  $\alpha'$  ocorre entre 350°C e 550°C nos aços inoxidáveis ferríticos e duplex. De acordo com Grobner (1973), a formação de  $\alpha'$  nos aços inox ferríticos com menos que 17%Cr ocorre por nucleação e crescimento e acima deste teor ocorre por decomposição espinoidal, tal como nos aços inox duplex. A fase sigma nos aços inoxidáveis ferríticos surge na faixa de 500°C a 800°C [1-2]. A cinética de formação da fase sigma tende a ser mais rápida do que da precipitação de  $\alpha'$ , mesmo porque ocorre em temperaturas maiores.

A susceptibilidade para formação das fases  $\sigma$  e  $\alpha'$  aumenta com os teores de Cr, Mo e Si. Embora se precipitem em faixas de temperatura diferentes, os efeitos das precipitações de  $\sigma$  e  $\alpha'$  são semelhantes, ou seja, a fragilização, o aumento da dureza e a queda da resistência à corrosão. Variações nas propriedades magnéticas com o envelhecimento também foram observadas por alguns autores [5,6], e em alguns casos medidas magnéticas podem ser utilizadas para detectar e quantificar a fragilização de aços duplex e ferríticos.

O aço AISI 444 se enquadra na família dos inoxidáveis resistentes ao calor. Sua composição química é constituída de cerca de 18%Cr, 2%Mo e adições dos elementos estabilizadores Nb e Ti. Neste trabalho, estudamos os efeitos dos envelhecimentos na faixa de 400°C a 800°C sobre a microestrutura e propriedades mecânicas (tenacidade e dureza) do aço AISI 444 foram investigados.

## 2. MÉTODOS EXPERIMENTAIS

A composição química do aço AISI 444 estudado é mostrada na Tab. (1). A dureza do material como recebido é de 187±1 HV. As amostras foram tratadas termicamente a 400°C, 475°C, 520°C, 560°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C por diferentes períodos de tempo.

O aço inox AISI 444 apresenta grande sensibilidade ao entalhe, de modo que ensaiando corpos de prova Charpy de tamanho reduzido (2.5mm), com entalhe em V, valores muito baixos de tenacidade foram encontrados (cerca de 3J). Entretanto, utilizando corpos de prova não entalhados, a energia absorvida do material como recebido foi de 120J. Por essa razão corpos de prova não entalhados foram utilizados para avaliar os efeitos do envelhecimento na tenacidade. Duas amostras de cada condição de envelhecimento com dimensões 55 x 10 x 2,5 (mm) foram usinadas e ensaiadas em um pêndulo com capacidade máxima de 300J.

Amostras para observação metalográfica por microscopia ótica e eletrônica de varredura foram preparadas e atacadas com reagente de Villela.

Ensaio magnéticos foram realizados em um magnetômetro de amostra vibrante (VSM – “vibrating sample magnetometer”) com um campo máximo aplicado de 10,0 kOe, tempo total de medida de 30 minutos e constante de tempo de 10 ms.

Tabela 1: Composição química do aço AISI 444 estudado.

%C	%Cr	%Ni	%Mo	%Ti	%Si	%N	%Fe
0,015	17,56	0,20	1,86	0,13	0,54	0,0123	Balance

### 3. RESULTADOS

As Figs.1 e 2 mostram as influências do tempo de envelhecimento a 400°C, 475°C e 520°C na dureza e na tenacidade ao impacto, respectivamente. Observa-se que nestas três temperaturas o aço experimenta um processo de endurecimento e fragilização, certamente devidos à formação de fase  $\alpha'$ , muito fina, somente observável por microscopia eletrônica de transmissão. Os resultados confirmam que os efeitos desta precipitação são mais rápidos e intensos a 475°C. Os efeitos a 520°C só se tornaram perceptíveis após 500 horas de envelhecimento. Em trabalho recente (Tavares et al. (2005)) verificamos que, além da fragilização e endurecimento, a formação de fase  $\alpha'$  provoca também a queda de resistência à corrosão, visto que, sendo os finos precipitados ricos em cromo, a sua formação cria submicro regiões empobrecidas deste elemento nas regiões adjacentes. Tratamentos de regeneração à 570°C e 675°C mostraram-se eficientes em retornar a dureza, a tenacidade ao impacto e a resistência à corrosão aos seus níveis originais (Tavares et al. (2005)).

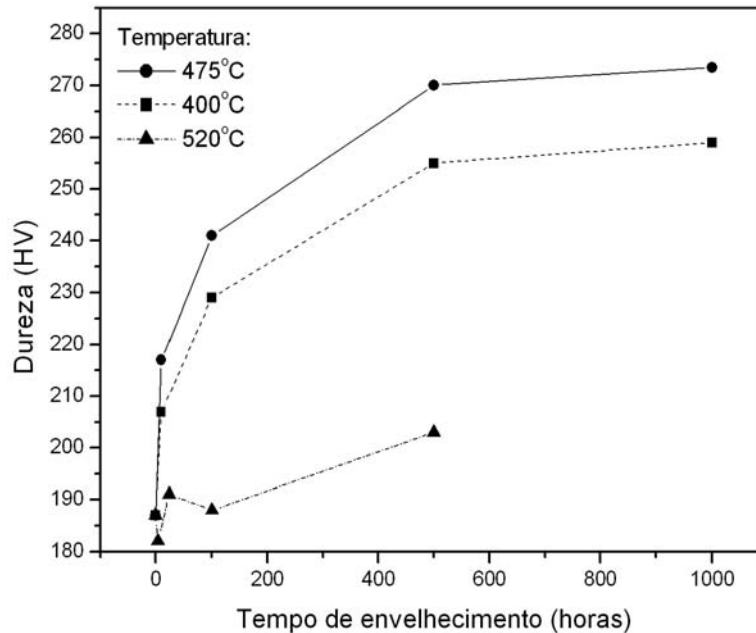


Figura 1: Comportamento da dureza em função do tempo de envelhecimento a 400°C, 475°C e 520°C.

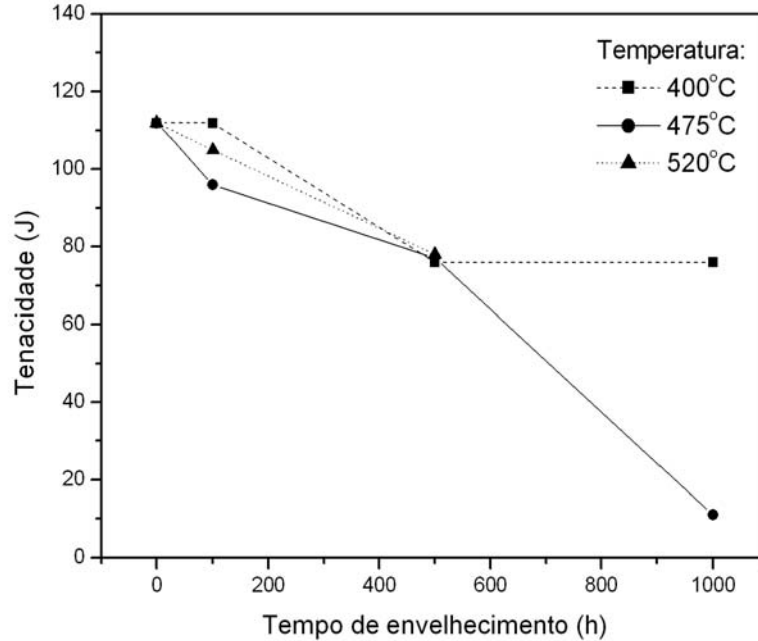


Figura 2: Comportamento da tenacidade em função do tempo de envelhecimento a 400°C, 475°C e 520°C.

A segunda parte deste trabalho se preocupou em avaliar a susceptibilidade do aço estudado à formação da fase  $\sigma$ . Essa investigação foi feita nas temperaturas 560°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C por tempos de 1 a 100 horas. As Figs. (3) e (4) mostram o comportamento da dureza e da tenacidade ao impacto nestas condições. Os tratamentos a 650°C, 700°C, 750°C e 800°C provocaram o amolecimento do material, tão mais intenso quanto mais alta a temperatura de envelhecimento. A tenacidade ao impacto nestas temperaturas variou pouco, indicando, juntamente com os resultados de dureza, que o material não experimentou a formação da fase sigma. O mesmo pode-se dizer sobre os envelhecimentos a 560°C, que embora tenham provocado um pequeno aumento da dureza, não provocaram queda da tenacidade do material.

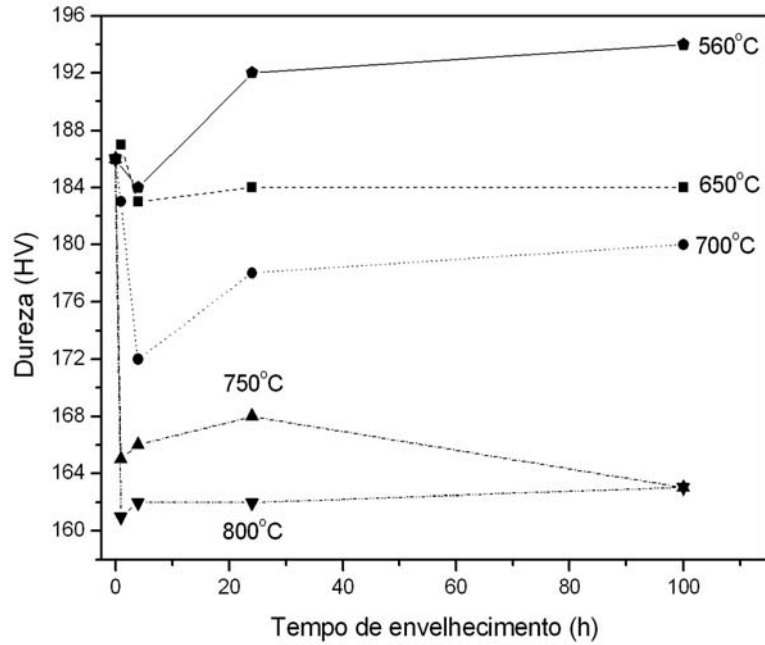


Figura 3: Comportamento da dureza em função do tempo de envelhecimento a 560°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.

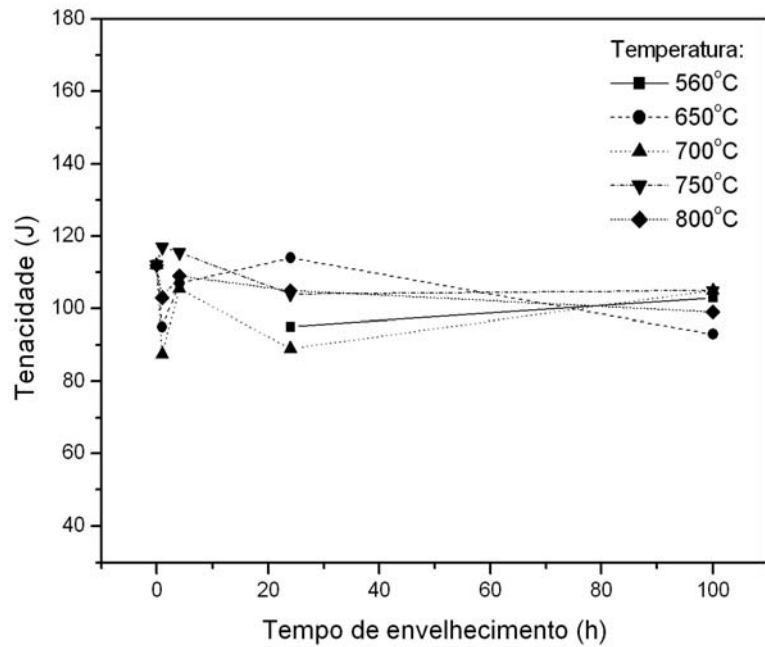


Figura 4: Comportamento da tenacidade em função do tempo de envelhecimento a 560°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.

A Figura (5) mostra a microestrutura do material não envelhecido, conforme recebido, contendo apenas alguns precipitados grandes e quadrados, identificados como nitretos de Ti e Nb. As Figuras (6), (7), (8) e (9) mostram as microestruturas das amostras envelhecidas por 24 horas a 650°C, 700°C, 750°C e 800°C, respectivamente. Nestas temperaturas surge uma precipitação adicional, mais fina e uniforme que os nitretos. A comparação das 4 figuras (6-9) mostra que o aumento da temperatura provoca o coalescimento dos precipitados, fato que explica o decréscimo da dureza visto na figura 3.

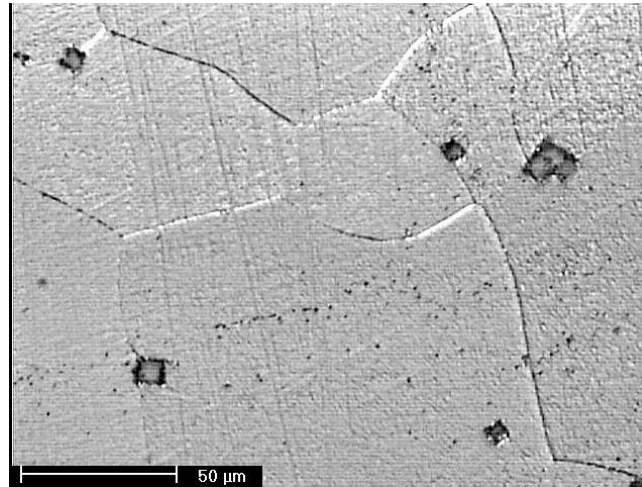


Figura 5: Microestrutura do material como recebido.

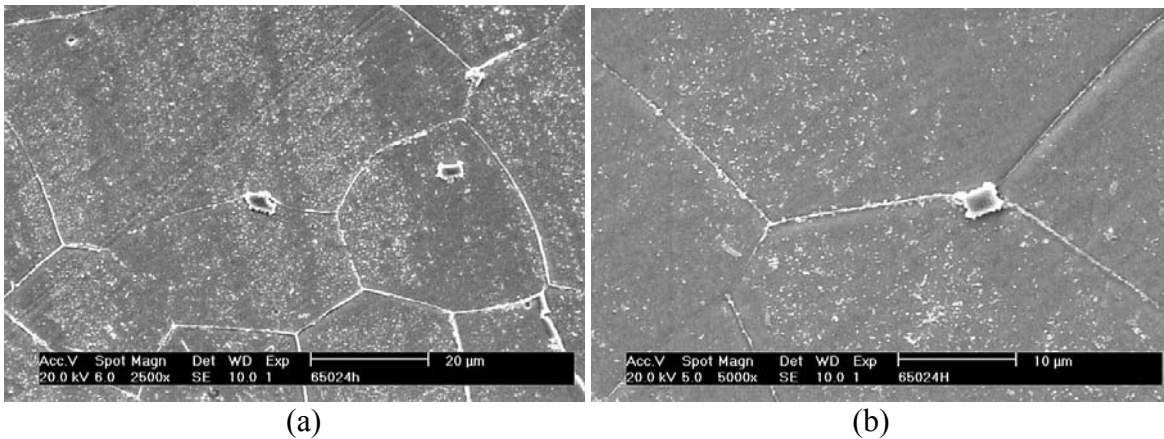


Figura 6: Microestrutura do material envelhecido a 650°C por 24 horas.

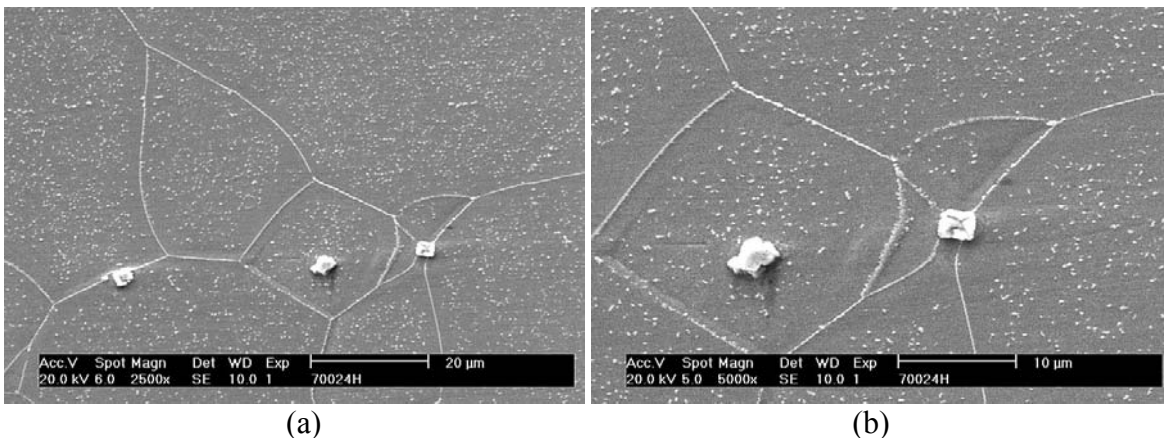


Figura 7: Microestrutura do material envelhecido a 700°C por 24 horas.

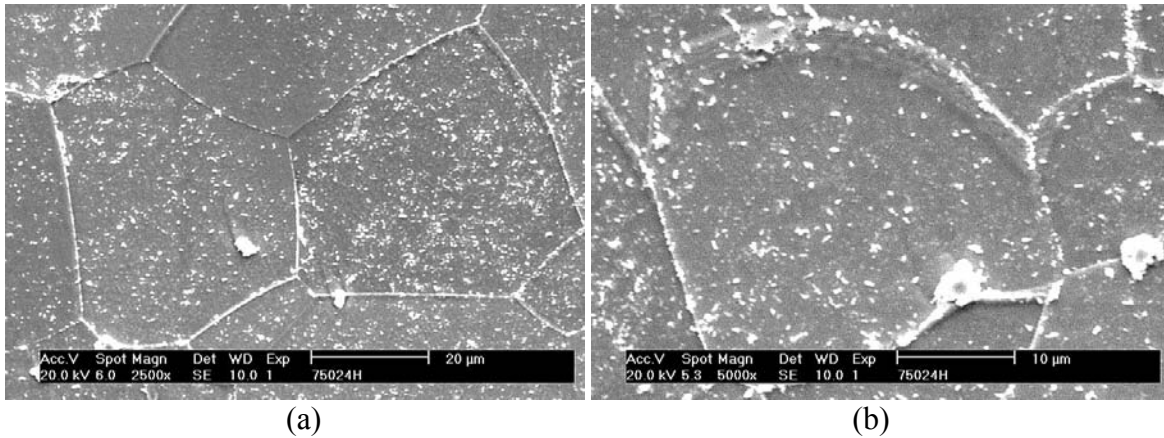


Figura 8: Microestrutura do material envelhecido a 750°C por 24 horas.

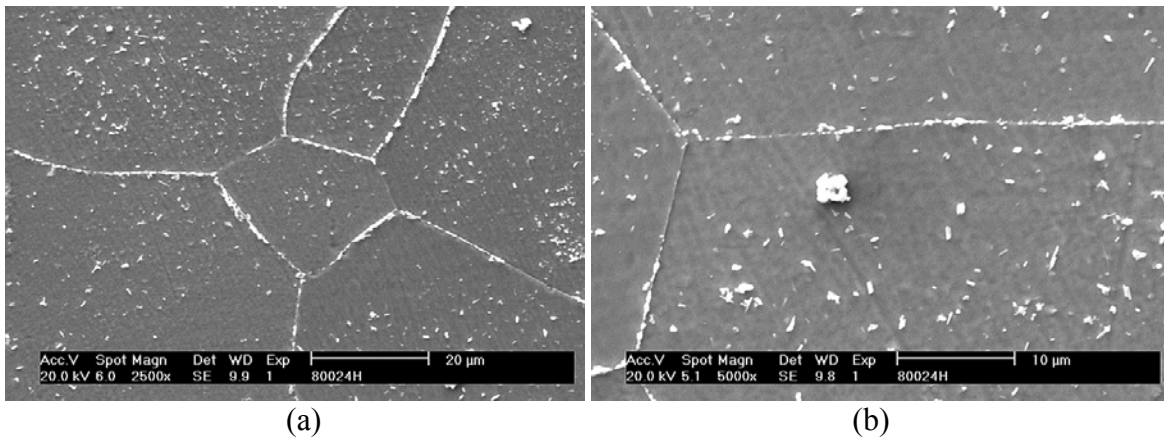


Figura 9: Microestrutura do material envelhecido a 800°C por 24 horas.

Medidas magnéticas foram realizadas para investigar o efeito dos precipitados sobre a magnetização de saturação ( $m_s$ ) e sobre a força coerciva ( $H_c$ ). Os resultados obtidos estão na Tabela (2). A magnetização de saturação praticamente não é afetada pelo envelhecimento, ao passo que a força coerciva sofre um pequeno aumento nas amostras envelhecidas a 650°C e 700°C, o que é seguramente devido ao efeito dos precipitados no processo de remagnetização do material. Por outro lado, os precipitados ultrafinos de fase  $\alpha'$  parecem não afetar os valores de força coerciva, visto que o material envelhecido a 475°C por 1000 horas apresenta praticamente o mesmo valor de força coerciva do material como recebido.

Tabela 2: Valores de força coerciva e de magnetização de saturação em diferentes condições.

Condição	Força Coerciva (Oe)	Magnetização de Saturação (emu/g)
Como recebido	156,3	164,0
475°C / 1000h	157,0	164,2
560°C / 24h	168,4	164,1
650°C / 24h	167,1	164,3
700°C / 24h	170,3	163,9
750°C / 24h	163,4	165,8
800°C / 24h	162,0	164,9

#### 4. CONCLUSÕES

O aço AISI 444 mostrou-se susceptível ao endurecimento e fragilização na faixa de 400°C a 520°C, devido à precipitação de fase  $\alpha'$ . Os envelhecimentos na faixa de 560°C a 800°C, entretanto, não provocaram a formação de fase  $\sigma$ . As amostras envelhecidas na faixa de 650°C a 800°C apresentaram precipitados uniformemente distribuídos no material, cujo tamanho aumenta com a temperatura de envelhecimento. Estes precipitados não provocaram o endurecimento, nem a queda da tenacidade material. Quando mais grosseiros, nas temperaturas de 700°C, 750°C e 800°C, esses precipitados provocaram o crescente amolecimento do material.

#### 6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq e à FAPERJ pelo apoio financeiro concedido na forma de bolsas e projetos de fomento à pesquisa.

#### 7. REFERÊNCIAS

Cortie, M.B., 1995, “Embrittlement and Aging at 475°C in an Ferritic Stainless Steel Sontaining 38% wt.% Chromium”, Material Science and Engineering A, Vol. 199, pp. 153-163.

Evanson, S., Otaka, M. e Hasegawa, K., 1992, “ SQUID NDE Apparatus and Magnetic Calibration to Detect Degradation in Duplex Stainless Steels”, Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 114, pp. 41-45.

Grobner, P.J., 1973, “ The 885°F (475°C) Embrittlement of Ferritic Stainless Steels”, Metallurgical Transactions, Vol. 4, pp. 251-260.

Solomon, H.D. and Levinson, L.M., 1978, “Mössbauer Effect Study of 475°C Embrittlement of Duplex and Ferritic Stainless Steels”, Acta Metalurgica, Vol. 26, pp. 429-442.

Tavares, S.S.M., Souza, J.A., Abreu, H.F.G. Lima Neto, P., Nascimento, A.M. and Paiva, J.A.C., “Effects of the Low Temperature Aging on The AISI 444 Steel”, 2005, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 14, No. 3, pp. 367-372.

Tsuchiya, S., Ishikawa, Y., Ohtaka, M. e Yoshimura, T., 1995, “Atom Probe Study of the Aging Embrittlement of Cast Duplex Stainless Steel”, JSME International Journal, Series A, Vol. 38, No. 3, pp. 273-392.

Van Zwieten, A.C.T.M. and Bulloch, J.H., 1993, “Some Considerations on the Toughness Properties of Ferritic Stainless Steels – A Brief Review”, International Journal of Vessels & Pipping, Vol. 56, pp. 1-31.

#### 6. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

### **EFFECTS OF PROLONGED AGINGS IN THE 400°C – 800°C RANGE OF THE AISI 444 STAINLESS STEEL**

Sérgio Souto Maior Tavares (UFF)<sup>1</sup>

Juan Manuel Pardal (UFF)<sup>1</sup>

José Adailson de Souza (UFF)<sup>1</sup>

Leandro Dias Lima (UFF)<sup>1</sup>



Hamilton Ferreira Gomes de Abreu (UFC)<sup>2</sup>  
ssmtavaes@terra.com.br  
juanmanuelpardal@yahoo.com.br  
j\_adailson@yahoo.com.br  
ldlima@gmail.com  
hamilton.abreu@terra.com.br

<sup>1</sup>Universidade Federal Fluminense, Rua Passo da Pátria, 156 – CEP 24210-240, Niterói/RJ

<sup>2</sup>Universidade Federal do Ceará, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Fortaleza / CE

**Abstract:** *The AISI 444 is a ferritic stainless steel containing 18%Cr and 2%Mo. As it is Ti and Nb stabilized, its microstructure may contain nitrides and fine carbides. In this work, long term aging at 400°C, 475°C, 520°C, 560°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C were performed in reduced size unnotched Charpy samples. The steel was found to be susceptible to embrittlement and hardening in the 400°C – 520°C range due to  $\alpha'$  precipitation. The agings in the 650°C-800°C range did not increase the hardness neither decreased the toughness, proving that the material is not susceptible to sigma precipitation in this interval. The increase of the aging temperature in the 650°C-800°C range promoted the coarsening of precipitates and the decrease of the hardness. Magnetic measurements in the 560°C-800°C range showed that the precipitation promoted a small increase of coercive force without change of the magnetization saturation values.*

**Keywords:** *ferritic stainless steel, aging*