

ESTUDO COMPARATIVO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO E PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO PARA OS AÇOS INOXIDÁVEIS AISI 316L E AISI 304 OBTIDOS POR METALURGIA DO PÓ.

Maxwell Lopes Bezerra Figueirêdo¹, Manoel Quirino da Silva Júnior²

Resumo: O seguinte artigo tem como objetivo fazer uma análise de estudo comparativo entre os Aços Inoxidáveis AISI 304 e 316L obtidos por metalurgia do pó, alterando temperaturas de sinterização e pressões de compactação em diferentes amostras averiguando as suas características microestruturais e propriedades mecânicas de microdureza. As amostras foram fabricadas a partir da união de pós dos seguintes elementos: Ferro (Fe), Níquel (Ni) e Cromo (Cr) para o Aço AISI 304, e Ferro (Fe), Níquel (Ni), Cromo (Cr) e Molibdênio (Mo) para o AISI 316L. Inicialmente os materiais foram misturados em um torno convencional com velocidade de rotação constante, após isso compactados em uma prensa hidráulica com diferentes cargas em uma matriz e sinterizados em um forno tipo MUFLA com diferentes temperaturas durante duas horas para cada amostra. Para a obtenção das características e propriedades dos produtos finais realizou-se uma Microscopia Óptica para análises microestruturais e um ensaio de Microdureza em Vickers (HV). As amostras apresentaram microestruturas com um bom coalescimento do material com a pressão sendo mais influente no aumento da porosidade e maiores valores de microdurezas com o aumento de temperatura e pressão em ambos os aços, uma vez que este crescimento aconteceu de forma mais evidenciada com o aumento da temperatura.

Palavras-chave: Metalurgia do pó; AISI 304; AISI 316L; Comparativo.

1. INTRODUÇÃO

A procura e a necessidade de novos processos de fabricação que proporcionem menores custos, menores gastos energéticos, que apresentem uma maior eficiência e rapidez na produção, causando baixos impactos ambientais é bastante elevado na indústria metalúrgica atual. Mediante isso, a metalurgia do pó surgiu como uma boa alternativa pois é um processo de fabricação que possui um variado campo de aplicação na indústria uma vez que utiliza pós metálicos e não-metálicos como matérias primas. Este processo possui uma capacidade de produzir e conformar metais impossíveis ou muito difíceis de serem produzidos por processos metalúrgicos mais comuns, possibilitando a obtenção de peças com porosidades controladas e das mais variadas geometrias e formas, além de promover um bom acabamento superficial [1].

O processo de metalurgia do pó consiste basicamente na seleção da matéria prima, ou seja, dos pós a serem misturados, na compactação e na sinterização dos mesmos. A escolha dos pós está diretamente associada às características e aplicações do produto final, tendo como base as propriedades mecânicas desejadas. Na compactação ocorre uma aplicação de pressão em temperatura ambiente no interior de uma ou mais matrizes dando forma à peça e, por fim, na sinterização ocorre o aquecimento da peça, abaixo da temperatura de fusão do material de maneira controlada por tempo determinado, sendo resfriado posteriormente [2].

A finalidade deste trabalho é realizar um comparativo entre os Aços Inoxidáveis AISI 304 e AISI 316L, fabricados por metalurgia do pó, através da influência da temperatura de sinterização e pressão de compactação, analisando a microdureza e a microestrutura da fabricação desses Aços Inoxidáveis utilizando esse processo. Esses aços são largamente utilizados na indústria brasileira possuem composições químicas bastante semelhantes [3], o AISI 304 é um aço cromo-níquel [4] e o AISI 316L é um aço cromo-níquel-molibdênio [5], ambos são inoxidáveis austeníticos, não apresentam propriedades magnéticas, possuem boa ductilidade, boa conformidade a frio e baixa porcentagem de carbono.

2. DESENVOLVIMENTO

2.1 Materiais e métodos

2.1.1 Fabricação das amostras

Para a fabricação das amostras de Aço Inoxidável AISI 304, foram utilizados os materiais Cromo, Níquel e Ferro em forma de pó, e para a fabricação das amostras de Aço Inoxidável AISI 316L foram utilizados os mesmos materiais acrescido de Molibdênio, fornecidos pela Universidade Federal Rural do Semi-Árido. Para cada material existe um nível de pureza e um valor de granulometria segundo o fabricante (JB Química):

- Fe: Fe(99,8%), Mn(0,30%), S(0,005%), Si(0,09), C(0,01%), P(0,01%); 297 micron;
- Ni: Ni(99,92%), C(0,07%); 0,97 micron;
- Cr: Cr(98,08%), Al(0,3%), Fe(0,6%), P(0,03%), Si(0,2%), S(0,04%), C(0,03%); 53 micron;
- Mo: Mo(99,96%), C(0,008%), O(0,17%); 3,50 micron.

A partir da obtenção dos pós foram realizados cálculos de proporção (porcentagens) necessárias destes materiais para a fabricação das amostras dos aços respeitando a norma ASTM A276 – 2017 [6] como mostrado na Tabela 1.

Tabela 1. Porcentagens dos materiais para a fabricação das amostras segundo a norma ASTM A276 – 2017. (Autoria própria, 2018).

Material	Aço Inoxidável AISI 304	Aço Inoxidável AISI 316L
Ferro	71%	68,8%
Cromo	19%	17%
Níquel	10%	12%
Molibdênio	-	2,2%

Após isso, foi feito a pesagem dos pós dos materiais utilizando uma balança de precisão da marca Bioscale e modelo FA2204B, a mistura foi feita em um torno mecânico universal da marca Nardini, modelo Nodus 220 Gold, rotacionando um recipiente contendo o pó em uma velocidade de rotação de 30rpm durante um período de 4 horas realizando a homogeneização. Com a mescla finalizada, foram pesadas e separadas amostras com massa de 5 gramas para posterior prensagem em uma matriz de formato cilíndrico de Aço 4340 com dimensões mostradas na Figura 1, utilizando uma prensa manual hidráulica de bancada da marca Marcon.

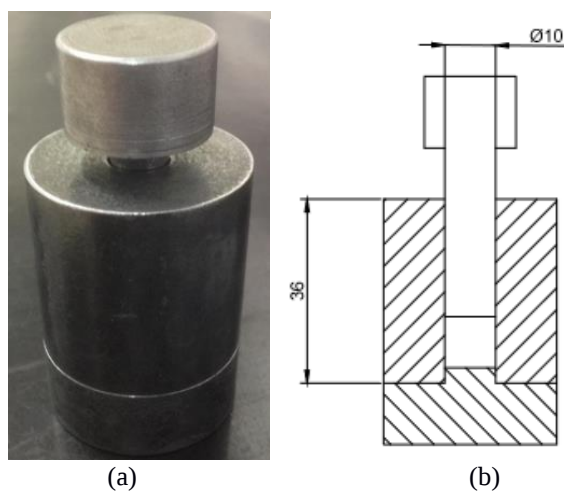


Figura 1. a) Foto da matriz usada; b) Corte lateral da matriz de compactação com valores em milímetros. (Autoria própria, 2018)

Foram adotadas cargas de 2, 3 e 4 toneladas na prensa hidráulica que equivalem aproximadamente as pressões de 254,8MPa, 382,2MPa e 509,6MPa nas amostras formando 3 peças cilíndricas de cada pressão para cada tipo de aço. Na Figura 2 contém um exemplo de duas amostras compactadas.



Figura 2. Exemplo de amostras na forma de compactado verde. (Autoria própria, 2018).

Após se obter as amostras compactadas, foi realizada a sinterização das mesmas em um forno tipo MUFLA da marca GP durante 2 horas. A sinterização foi realizada da seguinte maneira: para o Aço Inoxidável AISI 304 foi compactado uma peça para cada pressão adotada, uma de 254,8MPa, outra com 382,2MPa e por fim uma com pressão de 509,6MPa para cada temperatura de sinterização (900°C, 1000°C e 1100°C). O processo foi o mesmo para as amostras de Aço Inoxidável AISI 316L, formando assim uma amostra para cada pressão de compactação e temperatura de sinterização, totalizando 18 amostras. Na Figura 3 são expostas as condições de fabricação das amostras para cada aço.

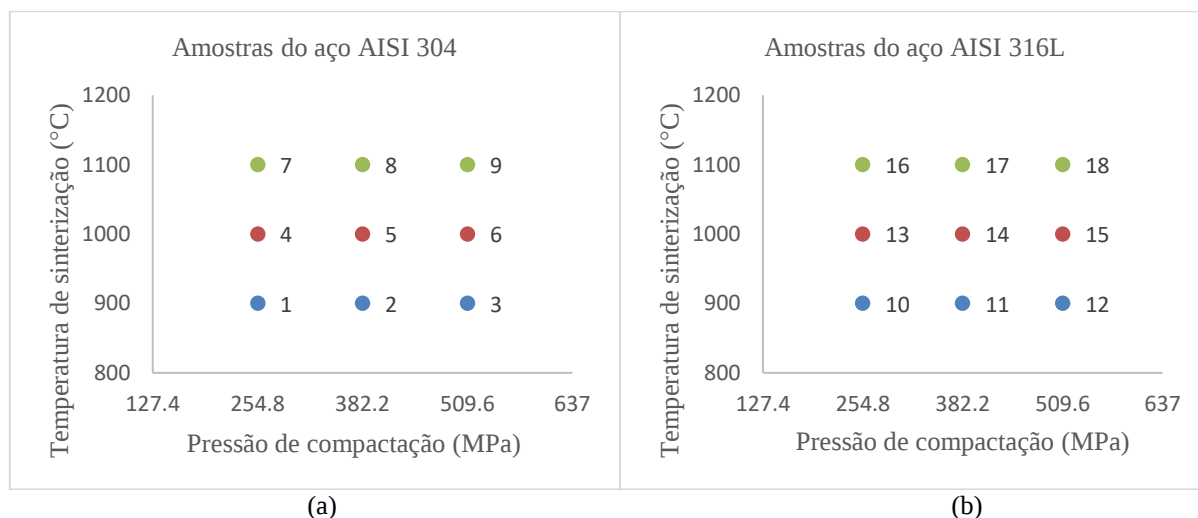


Figura 3 – Valores das variáveis pressão e temperatura aplicadas nas amostras. a) Amostras do aço AISI 304; b) Amostras do aço AISI 316L. (Autoria própria, 2018).

2.1.2 Caracterização dos materiais fabricados

Para a caracterização e análise das amostras foram realizadas microscopias ópticas e ensaio de microdureza. Primeiramente as amostras foram embutidas a frio com resina poliéster, em seguida lixadas com lixas de granulometrias 220, 320, 400, 500, 600, 800, 1000 e 1200 em sequência, e polidas em alumina de 1µm. Ambos os processos de lixamento e polimento foram feitos em uma lixadeira/politriz Arapol 2V-PU da Arotec. Feito isso, realizou-se a microscopia óptica de cada amostra, sem utilizar ataque químico para a visualização, utilizando um microscópio óptico GX51 da marca Olympus, na sequência foram realizadas fotografias das microestruturas das amostras, em um aumento de 200x, utilizando uma câmera digital acoplada ao microscópio e com auxílio do software Analysis GETIT.

Posteriormente, foi realizado o ensaio de microdureza nas amostras e o mesmo foi feito em um microdurômetro HMV-2 da marca Shimadzu, os dados foram obtidos conforme a metodologia da norma ASTM E384 [7]. Os resultados das durezas foram obtidos na escala Vickers (Hardness Vickers – HV), a carga utilizada nos ensaios foi de 490,3mN durante um período de 10s. Para cada amostra foram realizadas 20 medições e a partir dos resultados calculou-se as devidas médias, desvio padrões e variâncias por meio do software Microsoft Office Excel.

2.2 Resultados e discussões

2.2.1 Microscopia óptica

As fotografias das microestruturas dos aços foram feitas em um aumento de 200x em todas as amostras. Na Figura 4 são mostradas imagens das amostras dos Aços Inoxidáveis 304 e 316L prensadas a 254,8MPa.

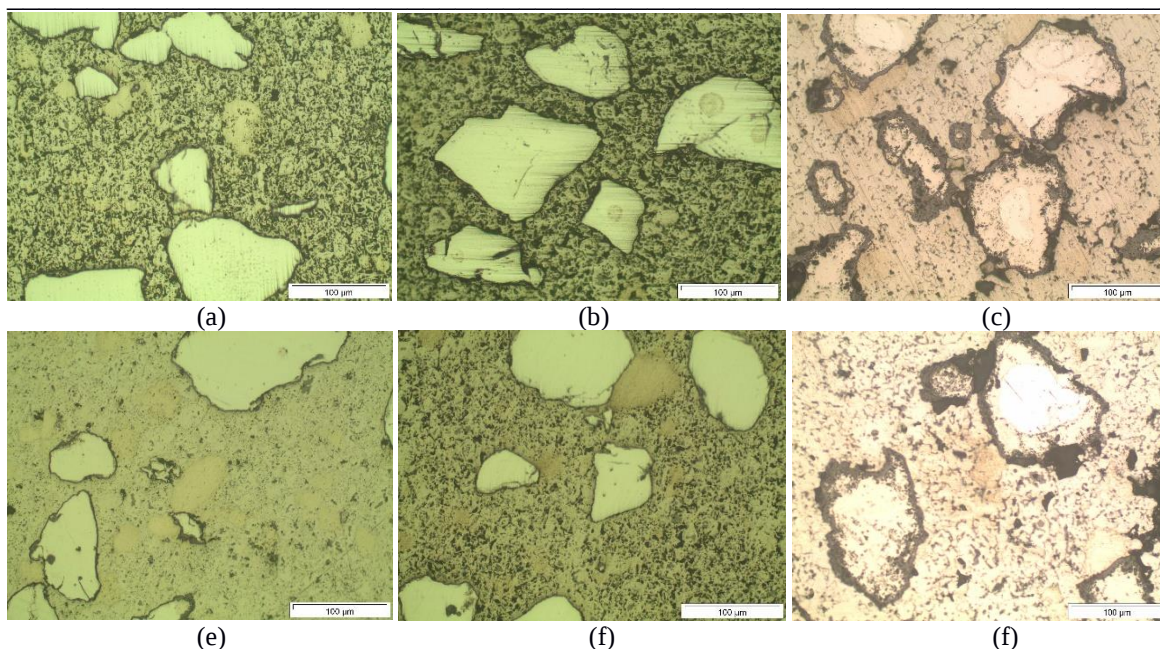


Figura 4. Microestruturas das amostras compactadas a 254,8MPa. a) AISI 304 (900°C); b) AISI 304 (1000°C); c) AISI 304 (1100°C); d) AISI 316L (900°C); e) AISI 316L (1000°C); f) AISI 316L (1100°C). (Autoria própria, 2018).

As fotografias apresentaram microestruturas aparentemente com poucas diferenças, grãos com formatos e tamanhos com uma certa semelhança, mais claros que a matriz e aparentemente menos porosos onde provavelmente houve uma melhor coalescência das partículas. Por se ter uma maior uniformidade e coalescimento, e menor porosidade nos grãos mais claros, foram medidos nestes as microdurezas obtendo valores mais constantes e com menor desvio padrão. Pela análise das fotografias, as amostras apresentaram um aumento da porosidade com o aumento da temperatura em ambos os aços.

Já na Figura 5 é possível visualizar imagens das microestruturas dos aços compactados a 382,2MPa e com diferentes temperaturas.

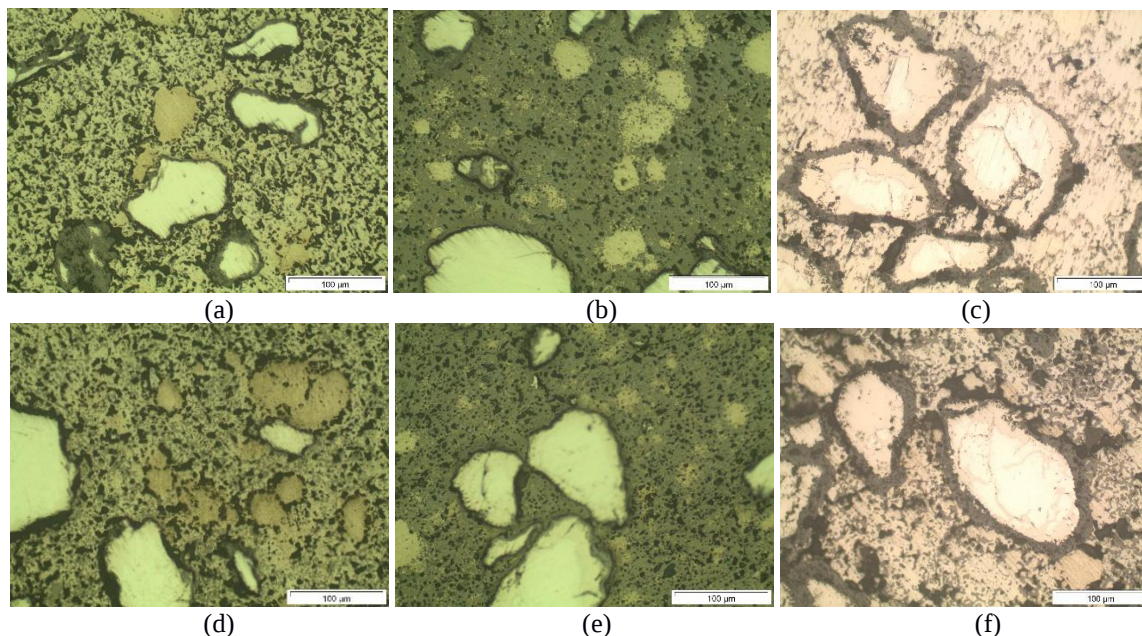


Figura 5. Microestruturas das amostras compactadas a 382,2MPa. a) AISI 304 (900°C); b) AISI 304 (1000°C); c) AISI 304 (1100°C); d) AISI 316L (900°C); e) AISI 316L (1000°C); f) AISI 316L (1100°C). (Autoria própria, 2018).

Como na Figura 4, as amostras na Figura 5 apresentaram microestruturas semelhantes, grãos com formatos e tamanhos parecidos, mais claros que a matriz e um pouco menos porosos em relação aos de 254,8MPa, observa-se também um bom coalescimento das partículas. As amostras, nesse caso, também apresentaram um aumento da porosidade com o aumento da temperatura.

Na Figura 6 são mostradas imagens de microestruturas das amostras compactadas a 509,6MPa com diferentes temperaturas de sinterização.

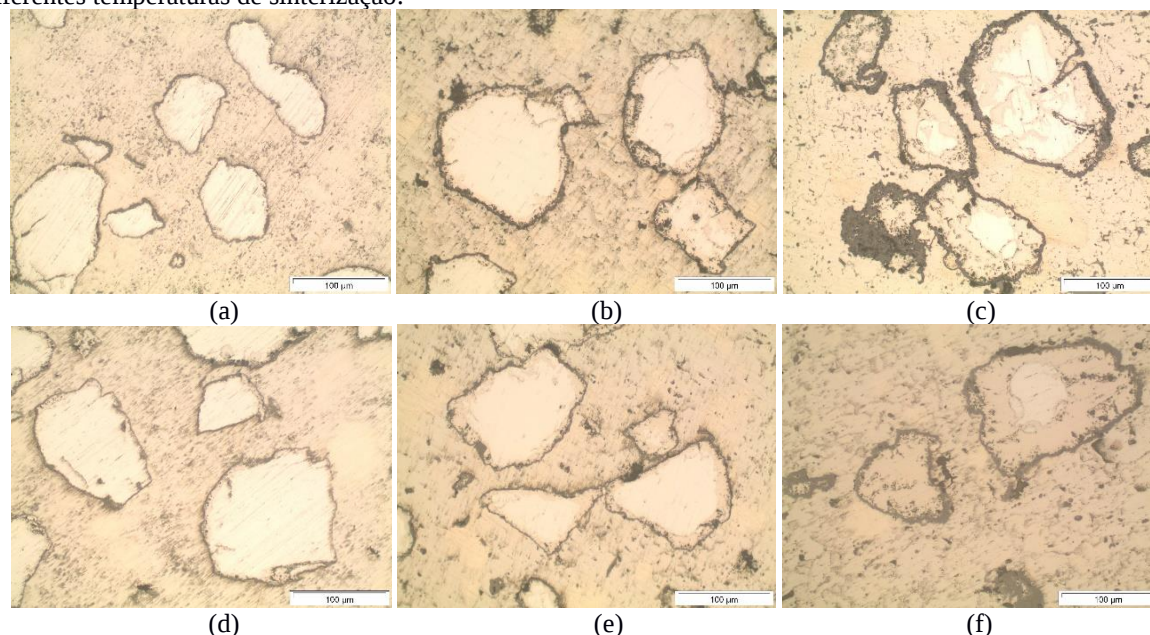


Figura 6. Microestruturas das amostras compactadas a 509,6MPa. a) AISI 304 (900°C); b) AISI 304 (1000°C); c) AISI 304 (1100°C); d) AISI 316L (900°C); e) AISI 316L (1000°C); f) AISI 316L (1100°C). (Autoria própria, 2018).

As amostras apresentaram bom coalescimento das partículas e grãos com formatos e tamanhos parecidos como nas amostras anteriores, nota-se uma diminuição da porosidade mais evidente para essa pressão, enquanto o aumento da temperatura mais uma vez aumentou o número de poros em ambos os aços de forma similar. As amostras sinterizadas em maiores temperaturas (1100°C) apresentaram, em todas as pressões, uma quantidade superior de defeitos (porosidade), observados nas partes mais escuras. Esses defeitos possivelmente são causados pela aplicação de elevadas temperaturas e pelo não controle da atmosfera durante a sinterização das amostras, como também a realização da moagem com baixa energia.

2.2.2 Microdureza

As medições de microdureza foram efetuadas nos grãos mais claros e que apresentavam uma maior uniformidade, ou seja, nos grãos que visavam apresentar um maior grau de coalescência das partículas. Foram feitas 20 medições para cada amostra e calculadas as médias das microdurezas na escala Vickers e desvios padrões como são mostradas na Tabela 2.

Tabela 2. Valores das médias em Vickers (HV), desvios padrões e variâncias das microdurezas. (Autoria própria, 2018).

Aço Inoxidável AISI 304				Aço Inoxidável AISI 304			
Amostra	Microdureza (HV)	Desvio Padrão	Variância	Amostra	Microdureza (HV)	Desvio Padrão	Variância
1	142,15	13,91	193,49	10	152,8	16,74	280,23
2	168,65	10,92	119,25	11	177,45	17,94	321,84
3	187,75	18,35	336,92	12	193,7	15,03	225,9
4	161,2	15,1	228,01	13	192,5	11,86	140,66
5	167,1	12,7	161,29	14	175,9	20,21	408,44
6	193,3	16,31	266,02	15	195,05	17,13	293,44
7	213,7	28,28	799,76	16	210,4	20,95	438,9
8	202,35	21,86	477,86	17	198	18,01	324,36
9	215,4	25,59	654,85	18	215,1	35,92	1290,24

Para o aço 304, as amostras que foram produzidas com a pressão de 254,8MPa resultaram em um crescimento de microdureza considerável com o aumento da temperatura, destaque para a amostra 7 que apresentou uma maior média de microdureza, porém obteve a maior variância por não apresentar uma proximidade nos valores medidos causados pela presença de maiores defeitos acarretados pela temperatura de

1100°C, como visto na microscopia óptica. Nas amostras com pressões de compactação de 382,2MPa e 509,6MPa também obtiveram maiores microdurezas em maiores temperaturas, com destaque para a amostra 9 com temperatura de 1100°C que obteve o maior valor. Esse crescimento de dureza com o aumento da temperatura pode ser observado na Figura 7.

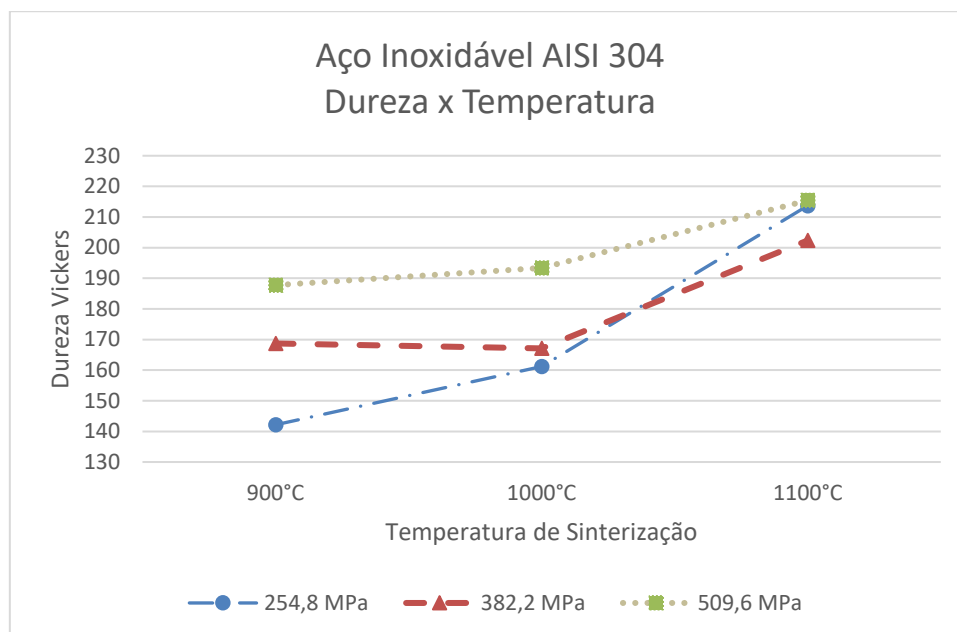


Figura 7. Valores de microdureza (HV) do Aço Inoxidável AISI 304 em função da temperatura. (Autoria própria, 2018).

Para o aço 316L, ocorreu um crescimento de microdureza de forma semelhante ao do aço 304. Nas amostras prensadas a 254,8MPa, houve um grande crescimento das microdurezas com o aumento da temperatura de sinterização, tendo a amostra 16 com o maior valor de média. Da mesma forma aconteceu nas amostras com pressões de 382,2MPa e 509,6MPa, um crescimento das retas com o aumento da temperatura, com exceção da amostra 14 que obteve uma queda de microdureza da temperatura de 900°C para a de 1000°C. Essa diminuição pode estar associada à falta de experiência do operador no momento da realização das medições. A amostra 18 apresentou a maior média de microdureza, em contrapartida esta obteve a maior variância das amostras, possivelmente causada pelo maior número de defeitos provenientes de elevada temperatura de sinterização, no caso de 1100°C. Esse crescimento com a elevação da temperatura pode ser observado no gráfico da Figura 8.

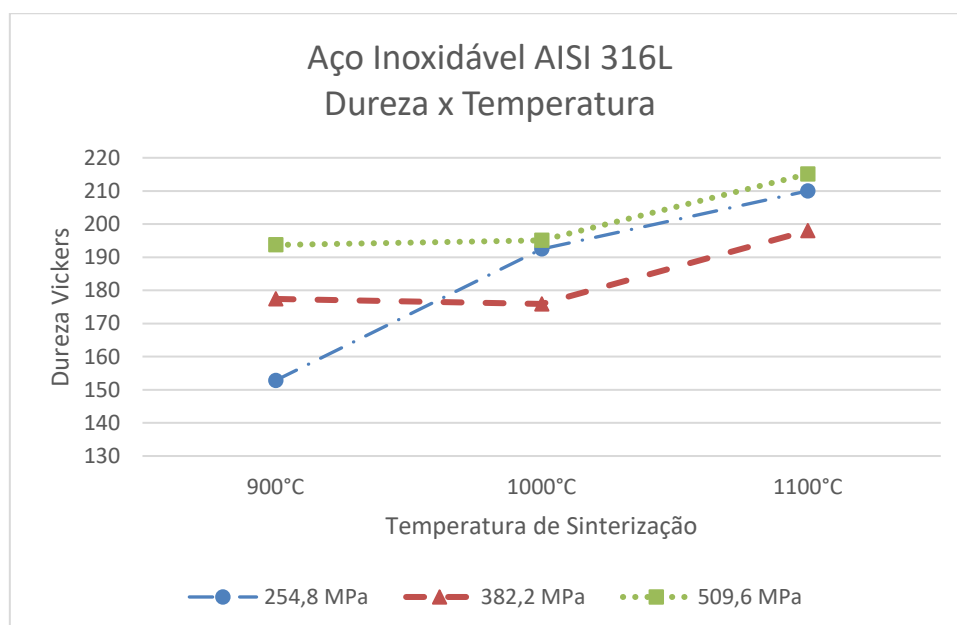


Figura 8. Valores de microdureza (HV) do Aço Inoxidável AISI 316L em função da temperatura. (Autoria própria, 2018).

Em relação as pressões de compactação, no aço 304, a microdureza também tendeu a aumentar com a elevação da pressão. Para as amostras sinterizadas a 900°C tiveram um aumento considerável a medida que se acresceu a faixa de pressão, com destaque para a amostra 3 compactada a 509,6MPa, com uma dureza média de 187,75HV. Na faixa de 1000°C também aconteceu uma elevação nos valores de dureza. Por fim, na temperatura de 1100°C, houve uma pequena queda de microdureza na pressão de 382,2MPa, porém voltou a ser aumentada na pressão de 509,6MPa atingindo a maior média de 215,4HV na amostra de número 9. Esse aumento de microdureza com a elevação da pressão pode ser observado na Figura 9.

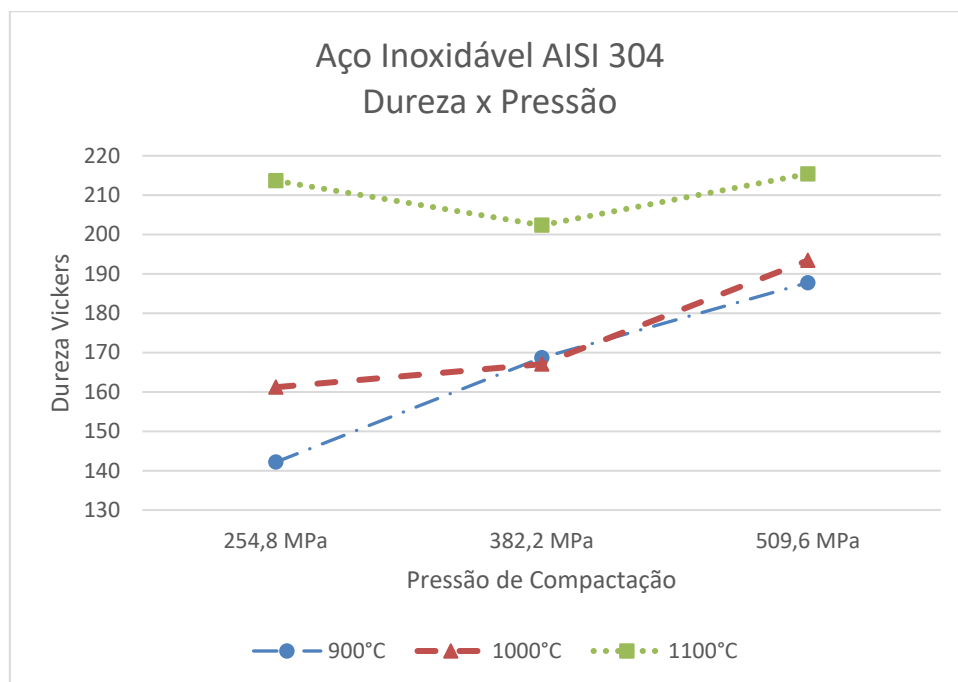


Figura 9. Valores de microdureza (HV) do Aço Inoxidável AISI 304 em função da pressão. (Autoria própria, 2018).

De forma semelhante aconteceu no aço 316L, a média de microdureza das amostras voltaram a sofrer um aumento com a elevação da pressão de compactação, com exceção das amostras 14 e 17 que apresentaram uma diminuição da microdureza, possivelmente causados por erros durante a medição e a falta de experiência do operador. A amostra 18 obteve o maior valor de microdureza, compactada a uma pressão de 509,6MPa e temperatura de sinterização de 1100°C. Esse aumento, para o aço 316L, pode ser observado na Figura 10.

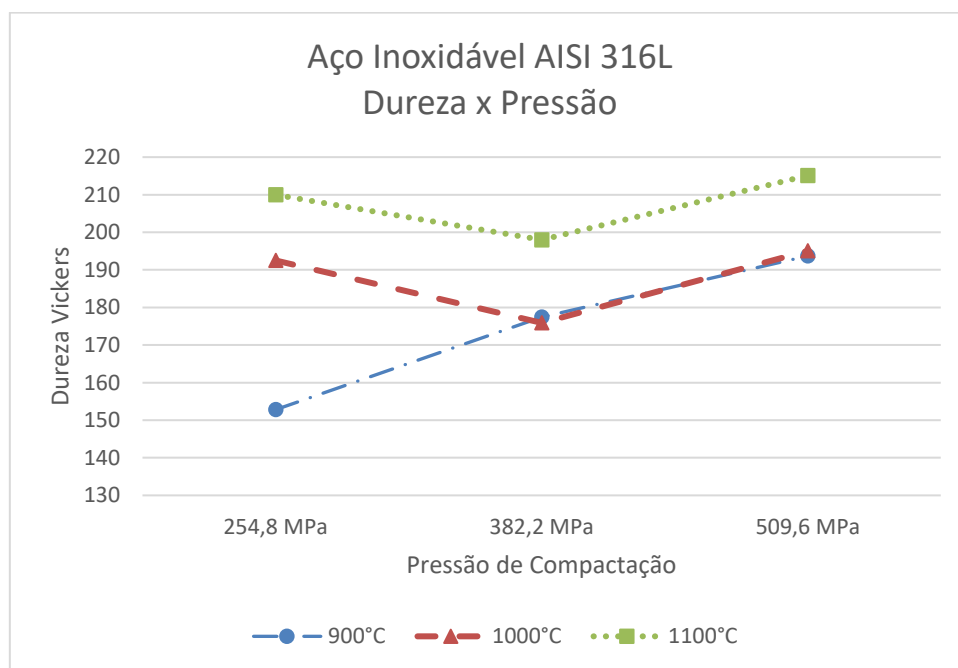


Figura 10. Valores de microdureza (HV) do Aço Inoxidável AISI 316L em função da pressão. (Autoria própria, 2018).

Através da análise dos gráficos, em ambos os aços AISI 304 e 316L, é possível notar que a temperatura e pressão agiram de forma semelhante, ou seja, com o aumento destas, as microdurezas dos aços também aumentaram. Porém, com o aumento da temperatura o crescimento da microdureza se mostrou mais evidente nas amostras dos dois aços, influenciando assim de maneira mais relevante em relação ao aumento de pressão. Como o aumento da temperatura gerou uma maior porosidade e consequentemente maiores defeitos nas amostras, as amostras sinterizadas a 1100°C apresentaram maiores desvios padrões e variâncias nas medições de microdureza.

3. CONCLUSÕES

Através da análise dos resultados obtidos das amostras, pode-se concluir que na microscopia óptica o processamento apresentou bons resultados quando analisado o coalescimento das partículas, em ambos os aços. O aumento da pressão de compactação resultou, de maneira notória, uma diminuição da porosidade enquanto esta foi agravada com o aumento da temperatura, possivelmente causado pelo efeito degradante da atmosfera. Uma atmosfera inerte ou um controle da atmosfera seria uma possível solução para diminuir esse efeito, diminuindo os defeitos e porosidade, e aumentando a qualidade final do material produzido, assemelhando-se mais com os Aços Inoxidáveis 304 e 316L fabricados pelo método convencional (fundição).

As amostras, no ensaio de microdureza, apresentaram uma média mais elevada e com menor dispersão de valores nos grãos claros, por ter menor porosidade, do que na matriz. A ampliação de temperatura e pressão resultou em um aumento de microdureza tanto no Aço Inoxidável 304 quanto no 316L, os quais obtiveram valores bastante semelhantes para os mesmos parâmetros. O crescimento da microdureza se mostrou mais evidente com o aumento da temperatura em ambos os aços, apresentando maior influência do que com o aumento da pressão.

4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CHIAVERINI, Vicente. Metalurgia do Pó. 4. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001. 326 p.
- [2] GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. A metalurgia do pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental. 1. ed. São Paulo: Metallum Eventos Técnicos, 2009.
- [3] SENATORE, Marcelo; FINZETTO, Leandro; PEREA, Eduardo. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. Rem: Revista Escola de Minas, [s.l.], v. 60, n. 1, p.175-181, mar. 2007. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0370-44672007000100027>.
- [4] GERDAU (Brasil). Aço Inoxidável Gerdau-304. Disponível em:
< <https://www.gerdau.com/pt/produtos/aco-inoxidavel-gerdau-304#ad-image-0> >. Acesso em: 06 abr. 2018.
- [5] GERDAU (Brasil). Aço Inoxidável Gerdau-316L. Disponível em:
<<https://www.gerdau.com/pt/produtos/aco-inoxidavel-gerdau-316l#ad-image-0>>. Acesso em: 06 abr. 2018.
- [6] ASTM INTERNATIONAL. Organization, Standard Specification for Stainless Steel Bars and Shapes1: A276/A276M – 17. [S.l.]: ASTM International, 2017. 8 p. Disponível em:
<https://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?A276+17#t00001>. Acesso em: 09 abr. 2018.
- [7] ASTM INTERNATIONAL. Organization. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials: E384 – 17. [S.l.: s.n.], 2017. 40 p. Disponível em:
<https://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?E384+17>. Acesso em: 09 abr. 2018.