

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL 17-4 PH FABRICADO PELO PROCESSO L-PBF E TEMPERADO A 1040°C

Iasmin Maciel Vieira da Silva, iasmin.maciels@gmail.com¹⁻²
André Rocha Pimenta, andre.pimenta@ifrj.edu.br¹⁻²

¹ Laboratório de Instrumentação e Simulação Computacional – LISCOMP, Instituto Federal do Rio de Janeiro – IFRJ, Rua Sebastião Lacerda, s/no, centro, Paracambi – RJ, Brasil,

² Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPG- EM, Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UERJ, Rua Fonseca Teles, 121, São Cristóvão, Rio de Janeiro – RJ, Brasil,

Resumo. O objetivo deste trabalho é averiguar no aço inoxidável 17-4 PH fabricado por manufatura aditiva em tecnologia L-PBF as diferenças microestruturais entre o material como recebido e tratado termicamente por têmpera a 1040°C. Para tal, foram empregadas as técnicas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raio X e ensaio de microdureza Vickers. Foi concluído que a qualidade de fabricação do material foi insuficiente, que o material como recebido possui fração de austenita retida e que o tratamento térmico foi bem-sucedido ao eliminar a austenita retida.

Palavras chave: Manufatura aditiva. Aço Inoxidável 17-4 PH. Microestrutura. Tratamento térmico.

Abstract. The aim of this work is to verify the microstructural difference of the 17-4 PH stainless steel as produced by additive manufacturing by L-PBF technology and as heat-treated at 1040°C. For this purpose, the techniques optical microscopy, scanning electron microscopy, X-Ray diffraction and Vickers microhardness test were applied. It was concluded that the manufacturing quality of the material is insufficient, the material as received has a fraction of retained austenite and the heat treatment was successful in eliminating the retained austenite.

Keywords: Additive Manufacturing. 17-4 PH Stainless Steel. Microstructure. Heat treatment.

1. INTRODUÇÃO

O processo de manufatura aditiva (AM) abrange tecnologias que, por meio da deposição progressiva de material, criam objetos a partir de um modelo. Este processo de produção visa fabricação econômica de produtos de baixo volume para aplicações especializadas, possibilitando a fabricação de produtos de geometrias complexas, que não seriam viáveis por processos de manufatura convencionais (Haghdadi et al. 2021).

O processo de manufatura aditiva tem sido intensamente estudado na manufatura de componentes metálicos. Aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação (PH) são comumente utilizados como material de base para manufatura aditiva devido a sua boa soldabilidade, sua microestrutura martensítica/austenítica, e por apresentar alta resistência mecânica e a corrosão (Mahmoudi et al. 2017). O aço 17-4 PH é um aço inoxidável endurecível por precipitação amplamente utilizado em processos de manufatura aditiva. Trata-se de um material de microestrutura martensítica, possivelmente com pequena fração de ferrita δ , de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), a presença de aproximadamente 3wt% de cobre (Cu) na liga, garante o endurecimento por precipitação na matriz martensítica (Cheruvathur, Lass, e Campbell 2016). O aço inoxidável 17-4 PH combina alta resistência mecânica, tenacidade e resistência a corrosão, tornando-o adequado para trabalho em ambientes altamente corrosivos nos quais a resistência mecânica também é uma prioridade, possuindo aplicação em diversos setores como na indústria aeroespacial, química e petroquímica (Yadollahi et al. 2017).

As tecnologias de manufatura aditiva são, em geral, classificadas de acordo com o mecanismo de funcionamento e o tipo de material empregado. Assim, para a liga 17-4 PH, existem dois processos mais comuns de deposição: *Laser and Electron-beam Powder-Bed Fusion* (PBF), e *Directed Energy Deposition* (DED) (Mahmoudi et al. 2017). A tecnologia PBF é uma das tecnologias mais utilizadas para a produção de peças finais, permitindo a criação de peças com alta complexidade geométrica. Em contraste, o processo DED é mais comumente empregado no reparo e revestimento grandes objetos (Bettencourt 2024).

O processo PBF, que significa fusão em leito de pó, envolve a utilização do material em partículas formando um leito de pó sobre o qual um laser ou feixe de elétrons é incidido fornecendo energia para a fusão do material. O *Laser Powder-Bed Fusion* (L-PBF), é uma classe do processo em leito de pó que opera por meio da fusão de pó metálico a partir de um feixe de laser de alta energia, sendo também conhecido por outras nomenclaturas, como DMLS, e *Selective laser melting* (SLM). O processo L-PBF é o mais comumente estudado na manufatura aditiva com o aço 17-4 PH. Esta tecnologia, aliada às propriedades do material, permite a criação de peças de geometria complexa para aplicações em ambientes corrosivos, como invólucros de bombas e eixos e lâminas de turbinas a vapor (Mahmoudi et al. 2017).

No processamento por L-PBF, a câmara é aquecida com um gás inerte, o pó metálico é aplicado à placa também aquecida, então o laser funde as partículas de metal que posteriormente solidificam formando uma camada, este processo de deposição é repetido sucessivamente até que o modelo esteja fabricado. Desta maneira, um desafio encontrado no estudo da manufatura aditiva de ligas metálicas é a variação microestrutural. Devido à alta temperatura em que o material é exposto, à taxa de solidificação e aos ciclos de aquecimento e resfriamento criados pelas deposições subsequentes de camadas, a manufatura aditiva é capaz de produzir microestruturas diferentes, com propriedades mecânicas e de corrosão particulares, o que normalmente não ocorreria por meio de processos fabricação tradicionais. O processamento por manufatura aditiva pode afetar a evolução microestrutural, como a morfologia de solidificação, estrutura de grãos, estabilidade da microestrutura, segregação de elementos de liga, defeitos e inclusões. Segundo os autores (Cheruvathur, Lass, e Campbell 2016), é esperado que a microestrutura do material 17-4 PH fabricado por manufatura aditiva apresente principalmente uma estrutura dendrítica CCC (martensita e/ou ferrita) com alguma fração de fase CFC (austenita retida), que pode chegar até 50% e é considerada indesejada devido a suas propriedades inferiores à martensita.

Além das alterações microestruturais, o processo de manufatura aditiva pode representar um desafio em relação à textura do material como produzido, e defeitos internos. É comum a presença de porosidade, cavidades, delaminação e formação de bolhas. Tais defeitos podem ser induzidos pelo processo de deposição, retenção de gás no material e parâmetros de operação mal ajustados como baixa energia do laser (Haghdadi et al. 2021). Os poros e descontinuidades se mostram mais prejudiciais às propriedades de desgaste, resistência à fadiga e à corrosão. Como observado no trabalho de (Yadollahi et al. 2017) em que a resistência a fadiga do aço 17-4 PH é analisada, as descontinuidades na superfície do material funcionam como locais de iniciação de múltiplas trincas, também indica que a maioria das fraturas se inicia de regiões não fundidas. Além disso, os poros podem atuar como locais de formação de pites quando expostos a ambiente corrosivo (Haghdadi et al. 2021; Duan et al. 2020).

Em decorrência dos impactos negativos do processo de manufatura aditiva por L-PBF sobre a microestrutura e o desempenho do aço inoxidável 17-4 PH, os produtos fabricados podem passar por tratamento térmico posterior, visando recuperar total ou parcialmente a estrutura e, conseqüentemente, as propriedades do material. No entanto, devido à quantidade de fatores que influenciam as transformações e as propriedades do material, a compreensão deste processo em aços inoxidáveis PH ainda é insuficiente, que dificulta ao fabricante prever o comportamento da peça fabricada no pós-processamento e regime de trabalho (LeBrun et al. 2015; Mahmoudi et al. 2017).

Nesse sentido, é necessário compreender a evolução microestrutural resultante do processo de manufatura aditiva do aço inoxidável 17-4 PH, e como o tratamento térmico posterior pode recuperar a microestrutura do material, obtendo propriedades previsíveis e mais próximas às do material fabricado convencionalmente. Assim, o objetivo deste trabalho é averiguar um aço inoxidável 17-4 PH fabricado por manufatura aditiva por tecnologia L-PBF, avaliando sua estrutura no estado como fabricado e após tratamento térmico de têmpera, avaliando a qualidade da fabricação e investigando a influência do tratamento térmico sobre o material.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo, foi empregado o aço inoxidável 17-4 PH recebido na condição produzida por manufatura aditiva, pelo método L-PBF.

O tratamento térmico foi realizado na amostra a fim de fornecer energia para mudanças microestruturais que serão posteriormente avaliadas. O tratamento térmico de têmpera foi realizado a 1040°C por 40 minutos, seguido de resfriamento em água.

Para as análises em microscopia, as amostras passaram por preparação metalográfica, que consistiu em lixamento e polimento em pasta de diamante de 6, 3 e 1 µm. A etapa de caracterização da microestrutura foi feita nas amostras na condição como recebida e na condição temperada, visando a quantificação e comparação da microestrutura nos dois estados, e a caracterização do material foi realizada através de microscopia e ensaio de difração de raio X (DRX). A microscopia ótica (MO) foi realizada num aparelho da marca Olympus modelo GX51, com a amostra sem ataque químico, e teve objetivo de verificar a porosidade da amostra como recebida. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi feita com equipamento da marca Hitachi modelo TM4000, visando a caracterização da microestrutura, através da identificação das fases por morfologia. A análise por MEV foi feita com as amostras previamente atacadas com o ataque químico Vilella (5 mL HCl, 95 mL etanol, 1 g ácido pícrico), com o objetivo de revelar os microconstituintes. Além disso, foi empregada a técnica de DRX, também com o objetivo de permitir a identificação das fases presentes na microestrutura e quantificar o percentual destas fases. Os ensaios foram realizados em um equipamento da marca Rigaku, modelo Miniflex II com tubo de Cu, varredura de 40 a 120 ° com passo de 0.05°. Foi realizada a quantificação na amostra como

recebida e no estado temperado, a fim de verificar as mudanças causadas pelo tratamento térmico na microestrutura. A análise deste ensaio se deu pelo software HighScore, posteriormente, os gráficos de DRX foram plotados no software Origin. O percentual das fases presentes na microestrutura foi quantificado através dos resultados da técnica de DRX, por meio do software de análise HighScore, no qual foram calculados o percentual das fases e o erro. Foi realizada a quantificação na amostra como recebida e no estado temperado, a fim de verificar as mudanças causadas pelo tratamento térmico na microestrutura.

O ensaio de microdureza foi feito pelo ensaio Vickers, foi utilizado o microdurômetro da marca Innovatest modelo Falcon 400, com penetrador de diamante com as forças de 0,490 N (5gf) e 4,903 N (500 gf). Para permitir a visibilidade das fases, a amostra polida foi submetida ao ataque químico Vilella. O objetivo deste ensaio foi diferenciar as fases de estrutura CCC, ferrita e martensita, através da dureza, assim, após feitas as identações, a amostra foi analisada em MEV para melhor identificar as medidas das identações devido a suas dimensões, e as possíveis fases nas quais se encontram. As medidas das diagonais foram feitas através do software Fiji (Schneider, Rasband, e Eliceiri 2012), e o cálculo da dureza foi feito conforme a norma ABNT NBR ISO 6507-1 (ABNT 2008). A utilização da carga de 0,490 N resulta em indentações muito pequenas, na ordem de 4 μm , difíceis de medir utilizando o sistema ótico do microdurometro. Desta forma demandando que as medidas sejam realizadas com o apoio do MEV. Esta metodologia foi descrita por (Moreira et al. 2024). O ensaio com força de 4,903 N foi feito nas amostras como recebida e temperada, e teve como objetivo comparar os valores nos dois estados, o cálculo dos valores de microdureza com esta força foi realizado pelo próprio equipamento.

A quantificação da porosidade foi feita com objetivo de avaliar a qualidade da peça fabricada. Esta etapa foi feita através das imagens em microscopia óptica, utilizando a técnica de processamento digital de imagens (PDI) (Gonzales e Woods 2017; Paciornik e Mauricio 2004). Para a análise por PDI, foi utilizado o software Fiji (Schneider, Rasband, e Eliceiri 2012), 4 regiões foram analisadas na amostra na condição como recebida, então foi calculada a média e desvio padrão.

3. RESULTADOS

A Fig.1 apresenta a imagem do material produzido obtida por microscopia óptica, é possível observar a presença de poros no material, a porosidade foi quantificada por PDI em uma média de 2,93%, com desvio padrão de $\pm 0,35$. A Fig. 2 apresenta o material na condição como recebido observado em microscopia óptica submetido ao ataque químico Vilella, nesta figura é identificável a estrutura dendrítica do material, característica do processo de manufatura aditiva por tecnologia L-PBF. A Fig. 3 apresenta a microestrutura do material, em imagem obtida através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a amostra previamente submetida ao ataque químico Vilella em modo SE. Nesta imagem é possível observar aparentemente duas fases, uma com a superfície lisa e outra de superfície mais rugosa. Foi realizado o ensaio de microdureza das fases do material como recebido através do ensaio Vickers. A média da dureza da fase de aparência rugosa é de $236,1 \text{ HV}_{0,005} \pm 23,5$, enquanto a da fase de aparência lisa é de $242,6 \text{ HV}_{0,005} \pm 49,6$. A média da microdureza da amostra como recebida foi de $321,1 \text{ HV}_{0,500} \pm 8,4$. A quantificação das fases foi feita por DRX utilizando a ficha cristalográficas códigos 253959 para fase CFC e 1100108 para fase CCC, o resultado deste ensaio para a amostra como recebida é exposto no gráfico na Fig. 4, e indica que a amostra no estado como fabricado apresenta 96,1% de fase CCC e 3,9% de fase CFC.

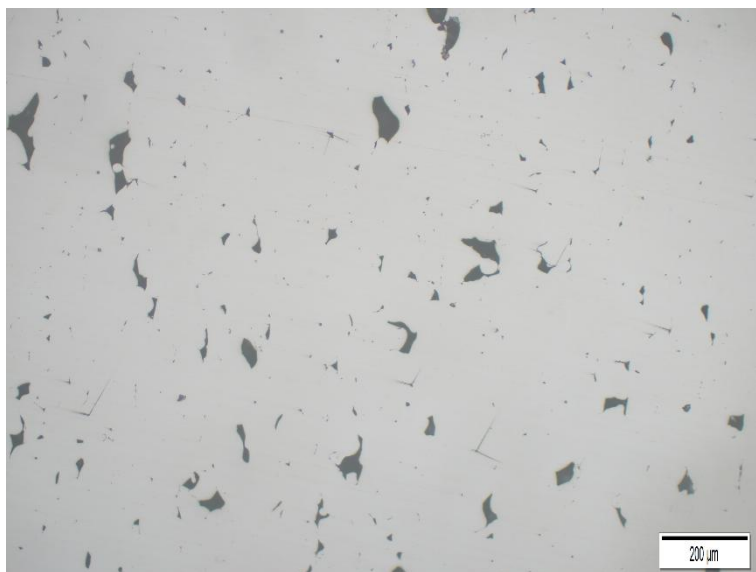


Figura 1. Imagem por MO do material como recebido; sem ataque químico.



Figura 2. Imagem por MO do material como recebido com ataque químico Vilella

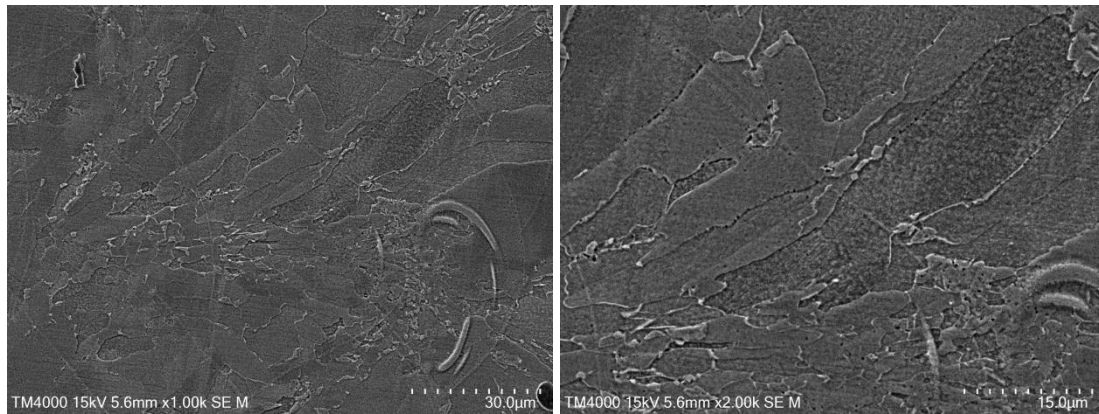


Figura 3. Imagem obtida em MEV do material como recebido

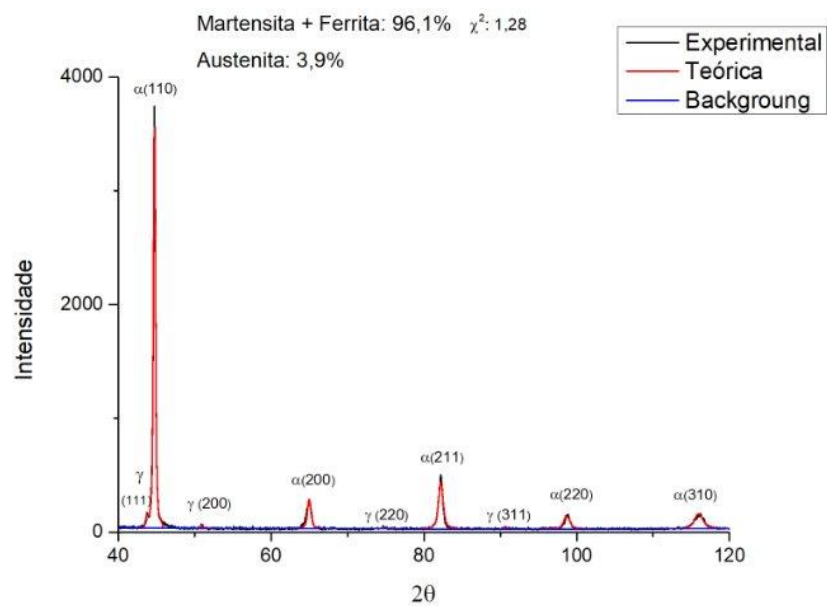


Figura 4. Gráfico do ensaio de DRX do material como recebido

A Fig. 5 apresenta a imagem obtida por MEV do aço após ser submetido a tratamento térmico de têmpera a 1040°C por 40 minutos, com aproximações de 1000x e 2000x. A imagem possibilita visualizar microestrutura de forma mais homogênea. Os resultados de DRX, observados na Fig. 6 demonstram que amostra temperada é composta 100% de fase CCC, não indicando a presença de fase CFC. A média da microdureza da amostra temperada foi calculada em $339,1 HV_{0,500} \pm 6,8$.

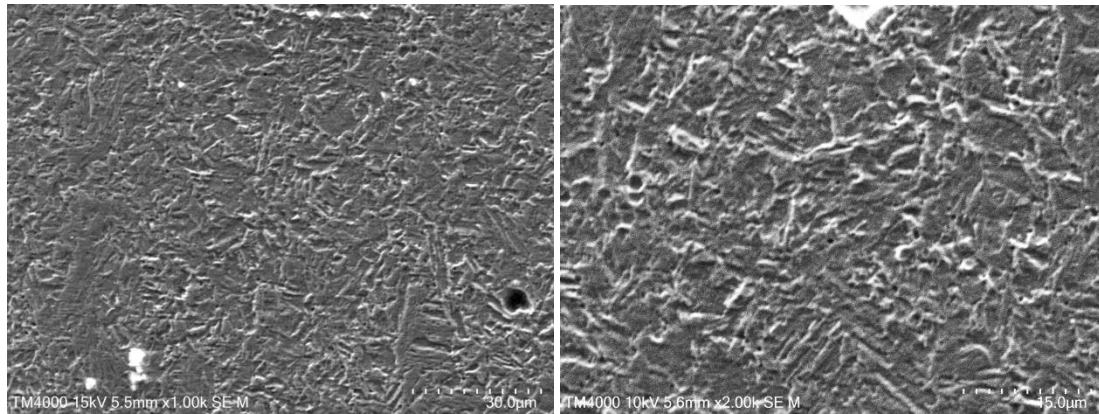
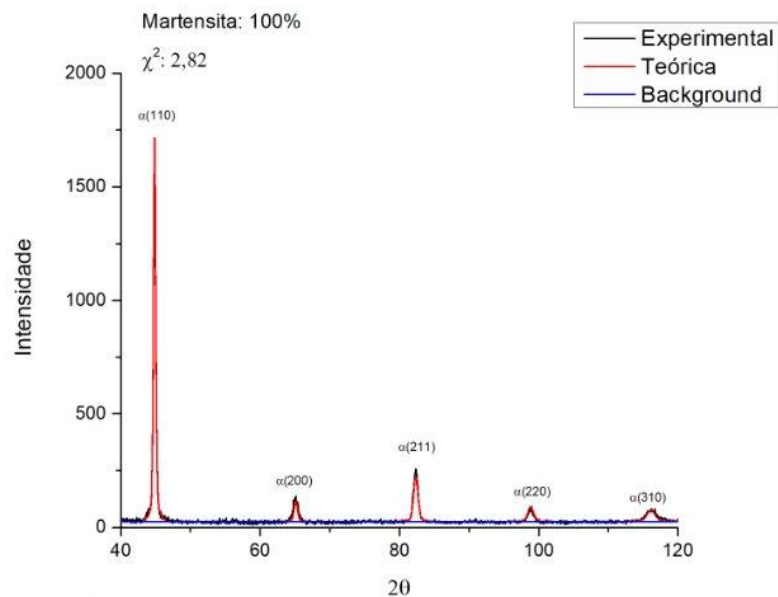


Figura 5. Imagem obtida em MEV do material após tratamento térmico de têmpera



6. Gráfico de DRX do material no estado temperado

4. DISCUSSÃO

O material foi representado por duas amostras, exibindo suas características nos estados como recebido e tratada termicamente por têmpera a 1040°C e 40 minutos. Foi abordada a qualidade da peça fabricada averiguada em MO, e a microestrutura do material antes e após tratamento térmico através de duas metodologias: DRX e MEV. A análise por MO foi adotada para avaliar a qualidade peça fabricada, sendo apresentada na Fig. 1. A análise da imagem indica na superfície fabricada a presença significativa de poros, que foram quantificados por processamento digital de imagem em 2,93% através do software Fiji. A morfologia não esférica dos poros observados indica que a causa do defeito não foi por retenção de gás da atmosfera de L-PBF no material, mas sim induzidos pelo processo em decorrência da falta de fusão. Quando mal ajustada, a densidade de energia de laser aplicada deixa partículas de pó presas no material fabricado, resultando em uma superfície de textura porosa. A presença de poros, principalmente os induzidos por processo, é considerada indesejada por causar redução nas propriedades do material, e pode ser evitada com um melhor ajuste nos parâmetros de processo (Haghdadi et al. 2021).

A difração de raio X (DRX) é uma técnica que permite detectar a estrutura cristalina dos constituintes presentes (Cullity 2001), permitindo identificar e quantificar a fração de austenita presente com boa confiabilidade. Para o material na condição como recebido, os resultados de DRX indicam a presença de austenita, como observado na Fig. 4. Isto é associado às transformações microestruturais que ocorrem no material durante o processamento L-PBF, em que a transformação em martensita não é completa gerando frações de austenita retida. Os resultados de DRX também indicam que o tratamento térmico foi bem-sucedido no sentido de remover a fração de austenita retida, como pode ser observado pelo gráfico da amostra temperada indicado na Fig. 6, apresentando 100% de fase CCC. Este ensaio, no entanto, não permitiu diferenciar as frações de martensita e ferrita, pois estas fases possuem a mesma estrutura cristalina (CCC).

A microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi um método adotado por conferir boa resolução e ampliação, visando avaliar a morfologia das fases presentes na microestrutura do material, foi observado, no estado como recebido, grãos com aparência lisa e grãos de aparência rugosa, como demonstra a Fig. 3. O ensaio de microdureza com 0,490 N (5gf) foi aliado à análise de MEV com o objetivo de verificar a diferença entre os grãos observados. Entretanto, os resultados deste ensaio revelam não haver diferença significativa de dureza entre os grãos analisados, indicando não se tratar de grão de ferrita e martensita, já que essas fases possuem durezas muito diferentes (Bhadeshia e Honeycombe 2006). O ensaio de microdureza utilizando 4,903 N (500 gf), realizado nas duas amostras, resultou em valores de microdureza muito próximos, indicando que a microestrutura do material apresenta predominantemente a mesma fase em ambos os estados. A comparação dos valores de microdureza é apresentada no gráfico da Fig. 7. Também não foi possível observar a austenita em MEV. Para uma melhor observação dos microconstituintes, é indicado o emprego de métodos mais avançados como difração de retroespalhamento de elétrons (EBSD), permitindo uma análise mais detalhada da microestrutura (Yadollahi et al. 2017).

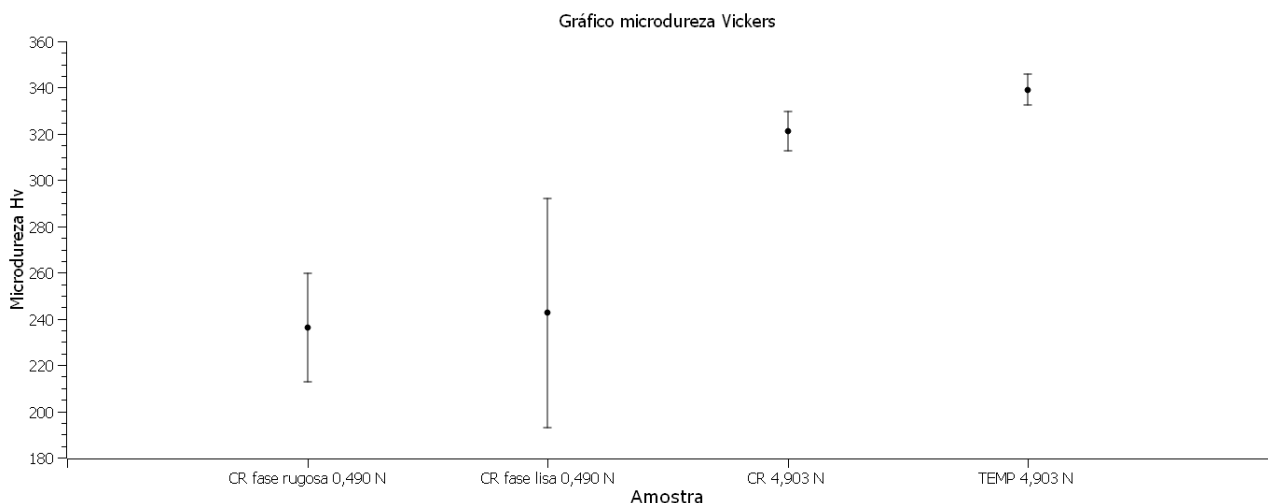


Figura 7. Gráfico de comparação dos resultados de microdureza. CR = amostra como recebida; TEMP = amostra após tratamento térmico de têmpera.

5. CONCLUSÃO

Através da microscopia óptica, pode-se concluir que pelo menos um dos parâmetros de processo da fabricação por manufatura aditiva não foi bem ajustado, resultando em uma porosidade que certamente afeta negativamente as propriedades do material.

Os ensaios de DRX permitem concluir que o material fabricado por manufatura aditiva por L-PBF apresenta uma fração de austenita retida. Além disso, pode-se concluir que o tratamento térmico atingiu o objetivo de remover a fração de austenita retida e homogeneizar a microestrutura.

Os resultados de microdureza Vickers permitem concluir que apesar da aparência heterogênea ao MEV, a microestrutura do material como recebido apresenta apenas uma fase CCC. Também é possível concluir que a fase predominante do material nos dois estados analisados é a mesma, uma vez que a diferença nos valores de microdureza das amostras não é significativa. Considerando o tratamento térmico de têmpera aplicado, muito provavelmente trata-se de martensita.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao IFRJ pela bolsa de Iniciação Científica e taxa de bancada fornecida no Edital PIBIC 2025.

7. REFERÊNCIAS

- ABNT. 2008. *6507-1 Metallic materials - Vickers hardness test. Part 1: Test method*. Associação Brasileira de Normas Técnicas.
- Bettencourt, Christopher J. 2024. “Mechanical Properties and Microstructure of Multi-Materials Fabricated Through a Combination of LPBF and DED Additive Manufacturing Techniques”. Dissertação de mestrado, Utah: Utah State University.
- Bhadeshia, H. K. D. H., e R. W. K. Honeycombe. 2006. *Steels: microstructure and properties*. 3rd ed. Amsterdam; Boston: Elsevier, Butterworth-Heinemann.
- Cheruvathur, Sudha, Eric A. Lass, e Carelyn E. Campbell. 2016. “Additive Manufacturing of 17-4 PH Stainless Steel: Post-Processing Heat Treatment to Achieve Uniform Reproducible Microstructure”. *JOM* 68 (3): 930–42. <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1754-4>.
- Cullity, B.D. 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3º ed. Londres: Pearson Education Limited.
- Duan, Zhiwei, Cheng Man, Chaofang Dong, Zhongyu Cui, Decheng Kong, Li Wang, e Xin Wang. 2020. “Pitting Behavior of SLM 316L Stainless Steel Exposed to Chloride Environments with Different Aggressiveness: Pitting Mechanism Induced by Gas Pores”. *Corrosion Science* 167 (maio):108520. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108520>.
- Gonzales, R C, e R E Woods. 2017. *Digital image processing*. Pearson.
- Haghdadi, Nima, Majid Laleh, Maxwell Moyle, e Sophie Primig. 2021. “Additive Manufacturing of Steels: A Review of Achievements and Challenges”. *Journal of Materials Science* 56 (1): 64–107. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-05109-0>.
- LeBrun, Tyler, Takayuki Nakamoto, Keitaro Horikawa, e Hidetoshi Kobayashi. 2015. “Effect of Retained Austenite on Subsequent Thermal Processing and Resultant Mechanical Properties of Selective Laser Melted 17–4 PH Stainless Steel”. *Materials & Design* 81 (setembro):44–53. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.05.026>.
- Mahmoudi, Mohamad, Alaa Elwany, Aref Yadollahi, Scott M. Thompson, Linkan Bian, e Nima Shamsaei. 2017. “Mechanical Properties and Microstructural Characterization of Selective Laser Melted 17-4 PH Stainless Steel”. *Rapid Prototyping Journal* 23 (2): 280–94. <https://doi.org/10.1108/RPJ-12-2015-0192>.
- Moreira, Mateus T S, Bruno S Paiva, Frederico G B Lacerda, e André R Pimenta. 2024. “Metodologia para medição de microdureza Vickers em materiais metálicos com microestrutura extremamente refinada”. Em *XXX Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica*. ABCM. <https://doi.org/10.26678/ABCM.CREEM2024.CRE2024-0086>.
- Paciornik, S, e M H P Mauricio. 2004. “Digital Imaging”. Em *ASM handbook vol9 Metallography and microstructures*. Ohio: ASM International.
- Schneider, Caroline A, Wayne S Rasband, e Kevin W Eliceiri. 2012. “NIH Image to ImageJ: 25 Years of Image Analysis”. *Nature Methods* 9 (7): 671–75. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>.
- Yadollahi, Aref, Nima Shamsaei, Scott M. Thompson, Alaa Elwany, e Linkan Bian. 2017. “Effects of Building Orientation and Heat Treatment on Fatigue Behavior of Selective Laser Melted 17-4 PH Stainless Steel”. *International Journal of Fatigue* 94 (janeiro):218–35. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.03.014>.

8. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.