

# CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA DE UM AÇO SAE 4118H MODIFICADO<sup>1</sup>

Selauco Vurobi Júnior<sup>2</sup>  
Oswaldo Mitsuyuki Cintho<sup>3</sup>

## Resumo

A caracterização metalográfica de um aço SAE 4118H modificado foi realizada através de metalografia convencional e metalografia colorida por meio de microscopia ótica e eletrônica de varredura. Amostras do aço foram tratadas isotermicamente a 400° C em banho de metal fundido após austenitização a 840° C, e temperadas em salmoura agitada após austenitização a 930° C. Após preparação metalográfica padrão, as amostras foram atacadas com soluções convencionais de Nital 2%, Picral 4%, e com reagentes que proporcionam a deposição de filmes de sulfeto sobre as fases anódicas do aço. Amostras do aço no seu estado normalizado também foram atacadas. Para a realização da microscopia eletrônica de varredura, as amostras foram atacadas com solução de Nital 2% durante 30s. O ataque colorido com o reagente Behara revelou a diferença de orientação entre os grãos de ferrita, mostrou que longos tempos de imersão fazem com que os grãos fiquem com a mesma coloração e que também produzem linhas de ataque nos grãos ferríticos. As ripas de martensita foram bem destacadas pelos reagentes utilizados, o reagente de Le Pera evidenciou a presença de ferrita na amostra tratada isotermicamente e a microscopia eletrônica de varredura auxiliou na distinção entre a martensita e a bainita do aço SAE 4118H modificado.

**Palavras-chave:** Metalografia colorida; Filmes de sulfeto; Microestrutura.

## METALLOGRAPHIC CHARACTERIZATION OF A MODIFIED SAE 4118H STEEL

### Abstract

Metallographic characterization of modified SAE 4118H steel was made by conventional and color metallography techniques by optical and scanning electron microscopy. Steel specimens were isothermally treated at 400° C in a melt metal bath after austenitization at 840° C; and quenched in agitated brine after austenitization at 930° C. After standard metallographic preparation, specimens were etched with conventional 2% Nital, 4% Picral solutions, and with reagents that deposit sulfide films over steel anodic phases. Normalized steel specimens also were etched. For the scanning electron microscopy samples were etched with 2% Nital solution during 30s. Tint etching with Behara's reagent disclosed orientation difference among ferrite grains, long immersion periods produce equal coloration contrast among grains and also produce line-etch pattern on ferritic grains. The martensite laths were well emphasized by the used reagents, Le Pera's reagent emphasized the presence of ferrite in isothermally heated specimen and the scanning electron microscopy contributed to distinguish between martensite and bainite of the modified SAE 4118H steel.

**Key words:** Tint etching; Sulfide films; Microstructure.

<sup>1</sup> Contribuição técnica apresentada na 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

<sup>2</sup> Mestrando Universidade Estadual de Ponta Grossa

<sup>3</sup> Universidade Estadual de Ponta Grossa – Departamento de Engenharia de Materiais.

## 1 INTRODUÇÃO

A metalografia convencional dos aços realizada com reagentes de ataque comuns, tais como, nital e picral, geralmente revela a microestrutura com um contraste em branco e preto, onde às vezes a distinção entre alguns microconstituintes pode-se tornar difícil e confusa. A fim de melhor revelar as fases e conseguir maior precisão na identificação destas, os metalografistas utilizam métodos para obtenção de metalografias coloridas, que proporcionam a retirada de maiores informações sobre a microestrutura das amostras.<sup>(1,2)</sup>

Um dos métodos é a deposição de filmes de interferência com espessura entre 40-500nm, que são formados pela reação química entre a superfície da amostra e um reagente metalográfico adequado. Este método apresenta excelentes resultados na coloração seletiva dos grãos e pode ser realizado à temperatura ambiente.<sup>(1-5)</sup> Os raios de luz ao atingirem a amostra coberta pelo filme são refletidos da superfície do filme e da superfície do metal. A coloração da microestrutura é uma consequência da interferência causada na luz refletida pela amostra e pelo filme, e é controlada pela espessura do filme. Conforme a espessura do filme aumenta, a interferência produz diferentes cores na seguinte seqüência: amarela, vermelha, violeta, azul e verde.<sup>(1-4,6)</sup> A Figura 1 ilustra a representação esquemática do sistema ar-filme-metal que causa o efeito da interferência na luz.<sup>(2,6)</sup>

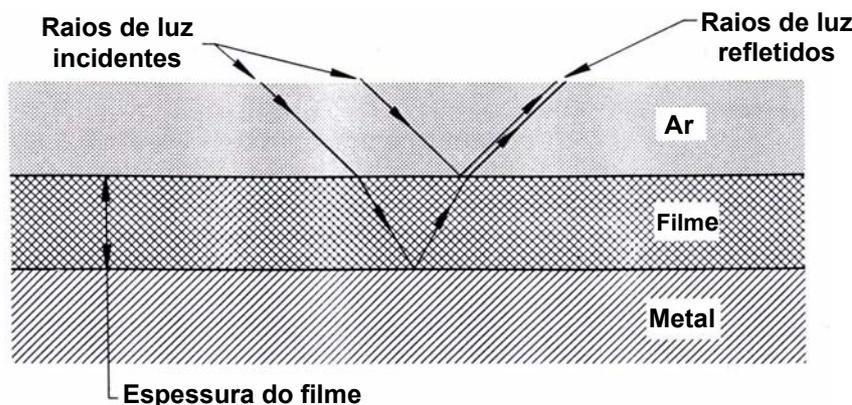


Figura 1. Representação esquemática do sistema de interferência formado entre ar-filme-metal.<sup>(2,6)</sup>

Os reagentes para ataque colorido podem depositar o filme de interferência sobre as fases anódicas ou catódicas. Porém, a maioria deles colore as fases anódicas e são geralmente soluções ácidas diluídas em água ou álcool. Os reagentes são equilibrados quimicamente para que o filme produzido na superfície da amostra seja estável, diferentemente do que ocorre com os reagentes usuais onde os produtos da corrosão são dissolvidos na solução durante o ataque. O filme formado sobre as fases pode variar sua espessura em função da orientação cristalográfica enquanto cresce, deixando os grãos com colorações variadas.<sup>(1-4)</sup> Alguns reagentes foram desenvolvidos para depositar um filme fino de sulfeto sobre as fases anódicas de uma grande variedade de metais e

ligas. Estes reagentes são baseados em soluções aquosas ou alcoólicas de metabissulfito de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ), metabissulfito de potássio ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) e tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) em várias quantidades.<sup>(1-5,7,8)</sup>

Além da metalografia colorida, a microscopia eletrônica de varredura por meio do contraste por elétrons secundários, também pode ser utilizada para a melhor distinção entre as fases presentes na microestrutura dos aços. Para isto, é necessária a criação de uma topografia na superfície da amostra entre as diferentes fases, através de ataque químico. O reagente nital é bem adequado para isto, pois preferencialmente ataca a ferrita, não atacando a austenita e a cementita.<sup>(9)</sup>

O presente trabalho buscou a caracterização metalográfica de um aço SAE 4118H modificado, com soluções convencionais de nital e picral, e com soluções que proporcionam a coloração dos grãos. O aço foi analisado no estado normalizado, temperado e após tratamento isotérmico a 400° C. A análise da microestrutura via microscopia eletrônica de varredura, após ataque em solução de nital, também foi realizada a fim de correlacioná-la com as observações obtidas por microscopia ótica.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizadas amostras cilíndricas com 9mm de diâmetro e 25mm de comprimento de um aço SAE 4118H modificado. O termo *modificado* refere-se ao fato deste aço conter maior porcentagem do elemento de liga manganês (0,90 a 1,30%) que o aço SAE 4118H (0,60 a 1,00%). As peças temperadas foram inicialmente austenitizadas a 930° C em atmosfera de vácuo durante 15 minutos, seguida de têmpera em salmoura agitada. As amostras tratadas isotermicamente foram austenitizadas a 840° C também em atmosfera de vácuo por 15 minutos, sendo transferidas para um banho da liga Sn60-Pb40 fundida a 400° C. As amostras permaneceram por 20 segundos no banho e a seguir foram resfriadas rapidamente até a temperatura ambiente também em salmoura agitada. Após embutimento em resina poliéster as amostras foram lixadas e, polidas com suspensões de alumina 1 e 0,3 $\mu\text{m}$ , de acordo com o procedimento metalográfico padrão. Na seqüência foram atacadas com os reagentes da Tabela 1, durante os tempos indicados. Amostras no estado normalizado, como se encontravam antes dos tratamentos realizados, também foram atacadas.

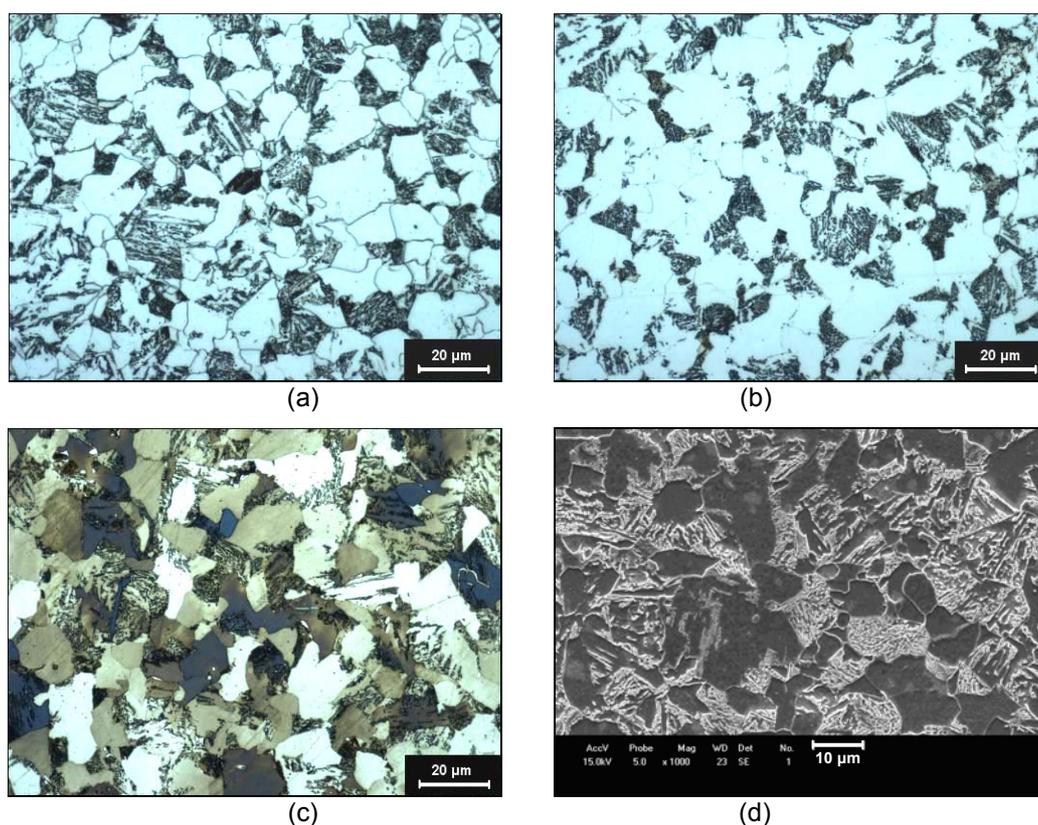
**Tabela 1.** Reagentes e tempos utilizados para ataque das amostras.

Reagente	Composição	Tempo
Nital 2%	2ml de $\text{HNO}_3$ em 98ml de álcool etílico (95%) (10)	15 s
Picral 4%	4g de ácido pícrico em 100ml de álcool etílico (95%) (10)	2 min
Behara	3g de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ , 10g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ em 100ml de água destilada (1-4,7,8,10)	1 a 15 min
Le Pera	Solução aquosa de 1% de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ misturada com uma solução de Picral 4%, na proporção de 1:1 (1,9,11,12)	10 a 50 s
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ 1%	1g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ em 100ml de água destilada (2-4,7,10)	10 min

Durante cada ataque as amostras foram mergulhadas nas soluções com a face voltada para cima sendo movidas vagarosamente. Para ataques coloridos as amostras devem ser imersas na solução e nunca devem ser esfregadas, a fim de que a deposição do filme não seja prejudicada.<sup>(1,3,4)</sup> Após ataque as amostras foram lavadas com água e depois com álcool etílico, sendo posteriormente secas com ar quente forçado.<sup>(1-4,11,12)</sup> As amostras analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura foram submetidas a um ataque com solução de nital 2% durante 30 segundos, a fim de se criar uma topografia na superfície da amostra para a formação das imagens por elétrons secundários.<sup>(9,13)</sup> Após os ataques realizados as amostras foram observadas em um microscópio óptico OLYMPUS BX-51 com câmara de vídeo para captura de imagens digitais através do programa IMAGE PRO-PLUS 5.1. As imagens de MEV foram obtidas com um microscópio eletrônico de varredura SHIMADZU SS-550 com EDX.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

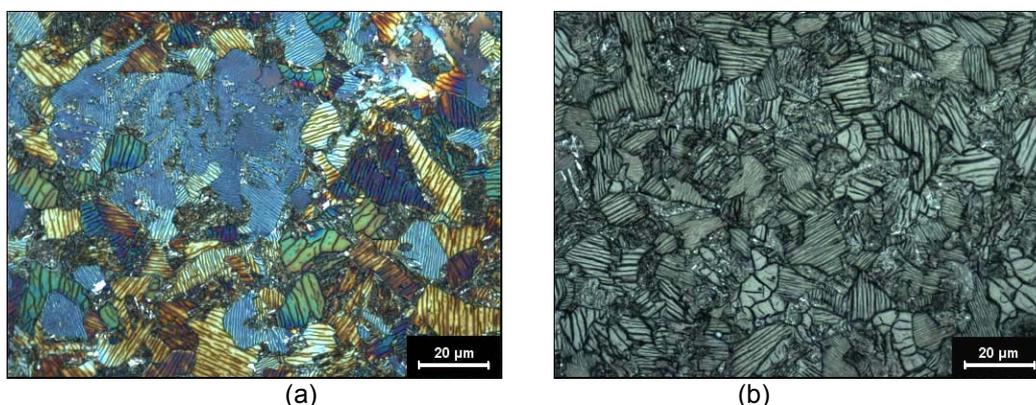
As Figuras 2(a), 2(b) e 2(c) apresentam respectivamente os ataques realizados com nital 2%-15s, picral 4%-2min e Behara-1min no aço SAE 4118H modificado, no estado normalizado. A Figura 2(d) apresenta a imagem de MEV com ataque em nital 2%-30s. A barra nas micrografias indica o aumento das imagens.



**Figura 2.** Micrografias no estado normalizado do aço SAE 4118H modificado, atacado com os seguintes reagentes: (a) Nital 2%-15s. (b) Picral 4%-2min. (c) Behara-1min. (d) Imagem de MEV da amostra atacada com Nital 2%-30s.

Como podemos observar, os ataques com nital e picral revelaram a microestrutura do aço SAE 4118H modificado, formada por ferrita e perlita, com um contraste em preto e branco. Os dois ataques têm efeitos similares na revelação da microestrutura, a maior diferença reside na forma com que atacam os contornos de grão da ferrita. O nital revela os contornos de grãos ferríticos de forma mais efetiva que o picral.<sup>(10)</sup> O ataque realizado com o reagente Behara proporcionou uma coloração variada dos grãos de ferrita. Os filmes de sulfeto produzidos por reagentes metalográficos são sensíveis à orientação dos grãos. Como consequência dessa sensibilidade, os filmes são formados com diferentes espessuras. Variações na espessura do filme produzem diferentes cores,<sup>(1-4,7)</sup> sendo assim, a variação da coloração dos grãos de ferrita indica que há diferentes orientações entre eles. A imagem de MEV apresentada pela Figura 2(d) evidencia o relevo criado na superfície da amostra pelo ataque com nital 2% durante 30s. Ao contrário do que ocorreu com a cementita, a ferrita foi corroída pela solução, ficando em baixo relevo e destacando as lamelas de cementita da perlita.<sup>(9)</sup>

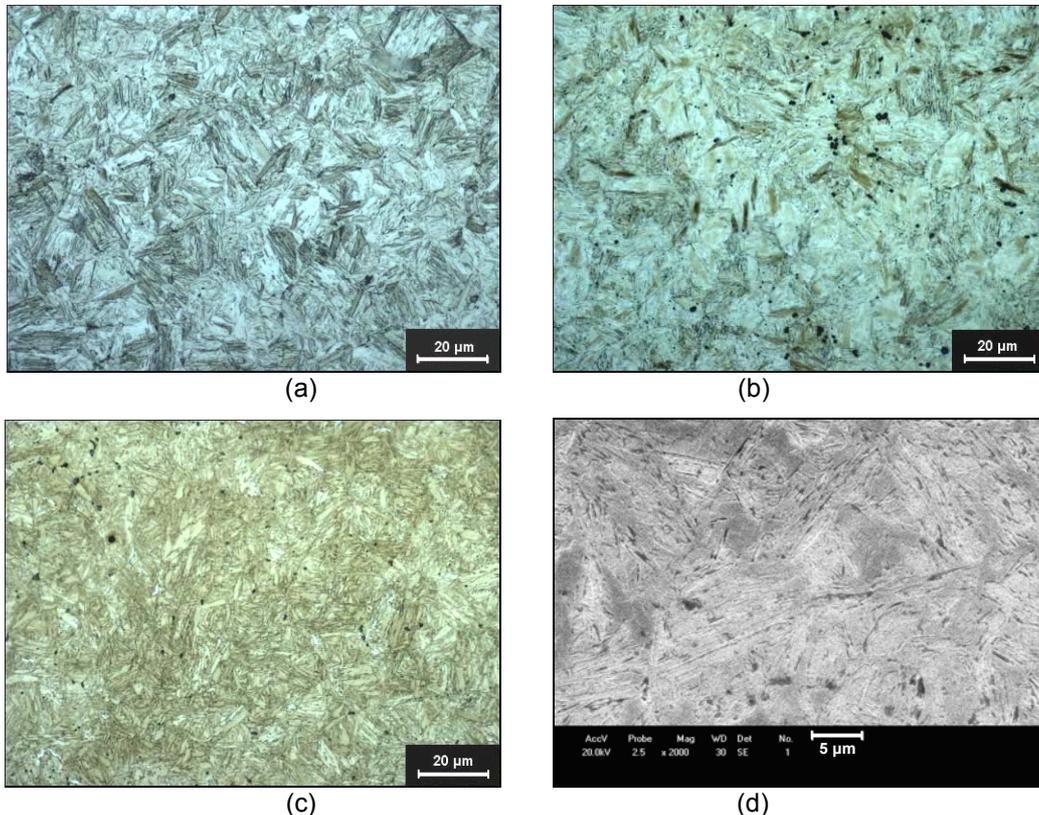
Além da variação na espessura dos filmes de sulfeto de acordo com orientação cristalográfica, a espessura também varia em função do tempo de imersão da amostra no reagente. Com o aumento do tempo de ataque a coloração dos grãos varia até o momento em que o filme se torna tão espesso que os grãos ficam com a mesma coloração.<sup>(1,2)</sup> Este efeito pode ser observado comparando-se as microestruturas do aço SAE 4118H modificado, apresentadas pelas Figuras 2(c), 3(a) e 3(b). Vale lembrar que as três imagens correspondem à microestrutura do aço normalizado. Outro efeito do tempo prolongado de imersão é a formação de linhas de ataque nos grãos de ferrita,<sup>(1,2)</sup> como mostram as Figuras 3(a) e 3(b).



**Figura 3.** Micrografias óticas no estado normalizado do aço SAE 4118H modificado, atacado por tempos prolongados com o reagente Behara. (a) 4 min. (b) 15 min.

De acordo com Ray e Dhua,<sup>(1)</sup> observações microscópicas a elevadas resoluções indicam que estas linhas são causadas por micro trincas geradas no filme, devido ao excessivo aumento na sua espessura. Ainda segundo eles, a ocorrência destas linhas em certas direções para cada grão de ferrita, está possivelmente relacionada com a orientação desses grãos.

As Figuras 4(a), 4(b) e 4(c) apresentam respectivamente os ataques realizados com nital 2%-15s, picral 4%-2min e metabissulfito de sódio 1%-10min no aço 4118H modificado, após têmpera. A Figura 4(d) apresenta a imagem de MEV após ataque com nital 2% durante 30s.

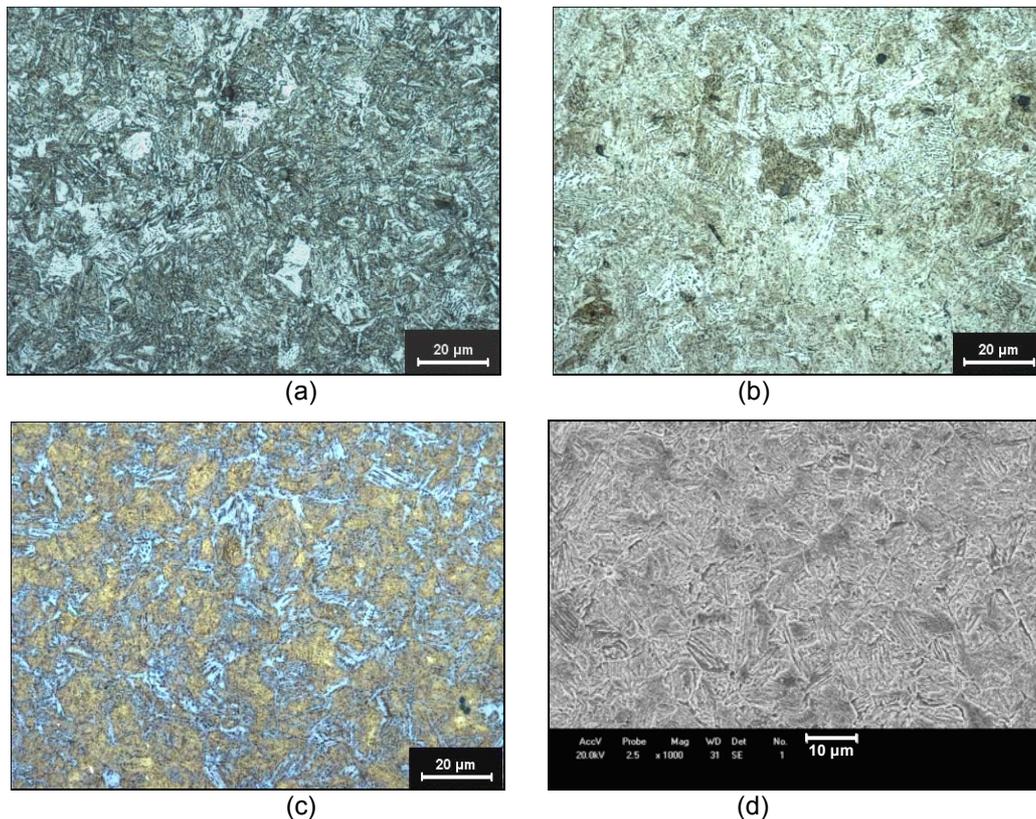


**Figura 4.** Micrografias do aço SAE 4118H modificado, após têmpera, atacado com: (a) Nital 2%-15s. (b) Picral 4%-2min. (c) Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 1%-10min. (d) Imagem de MEV da amostra atacada com Nital 2% durante 30s.

A martensita dos aços baixo carbono se apresenta na forma de agulhas ou ripas e pode ser revelada com soluções de nital e picral entre outras.<sup>(10)</sup> As soluções aquosas de metabissulfito de sódio podem tingir ou colorir as agulhas ou ripas.<sup>(2-4,7)</sup> Como mostram as Figuras 4(a), 4(b) e 4(c) os ataques com nital, picral e metabissulfito de sódio, respectivamente, apresentaram resultados satisfatórios na revelação da estrutura martensítica do aço SAE 4118H modificado. Quando atacada com nital e analisada por meio da microscopia eletrônica de varredura, maiores informações da morfologia da martensita foram destacadas,<sup>(13)</sup> como mostra a Figura 4(d).

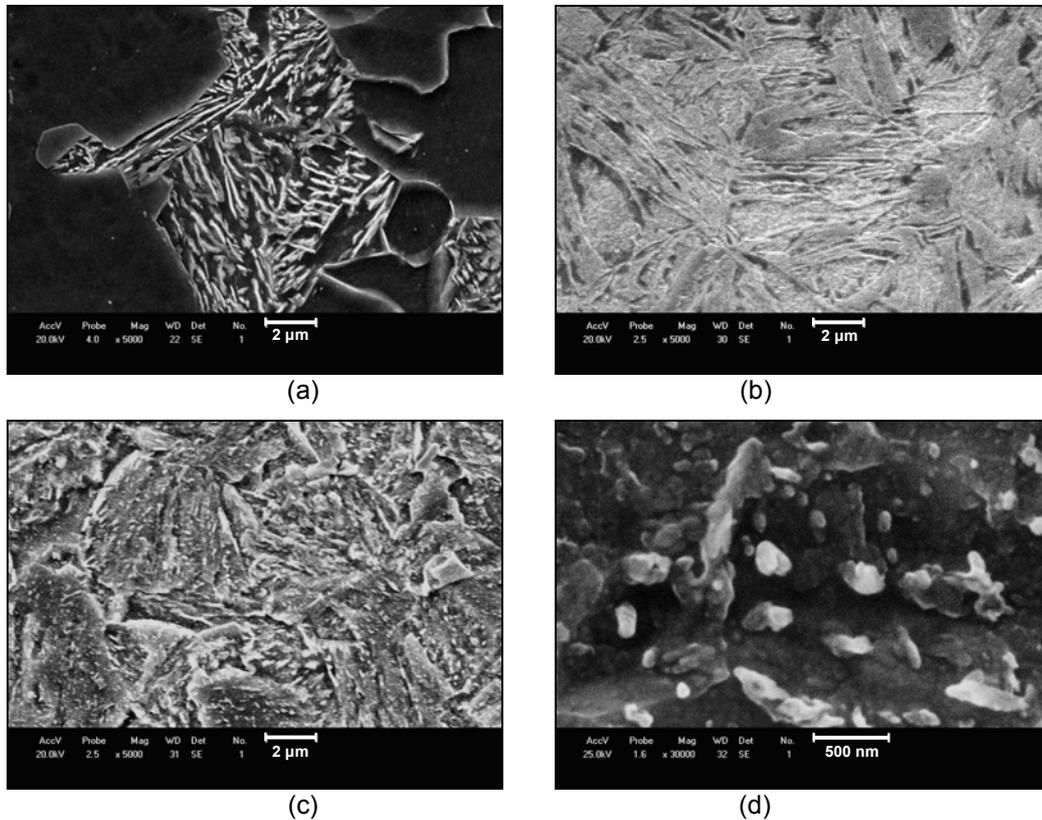
Le Pera<sup>(11,12)</sup> desenvolveu um reagente que apresenta excelentes resultados na diferenciação entre ferrita, bainita e martensita nos aços de baixa liga e elevada resistência. Em amostras atacadas com este reagente, a ferrita aparece azul, a bainita marrom, e a martensita aparece branca.<sup>(9,11,12)</sup>

A comparação entre as Figuras 5(a), 5(b) e 5(c) demonstra a utilidade do reagente de Le Pera na caracterização da microestrutura mista do aço SAE 4118H modificado, apresentando ferrita e bainita. Como descrito anteriormente, esta amostra foi tratada isotermicamente a 400° C após ser aquecida a 840° C por 15 minutos. Na temperatura de 840° C este aço se encontra no campo bifásico formado por austenita e ferrita do diagrama Ferro-Carbono. Conseqüentemente, após resfriamento e tratamento a 400° C haverá a presença de ferrita residual que não se transformou em austenita durante o aquecimento do aço dentro do campo bifásico. A presença de grãos de ferrita pode ser sugerida pelas regiões brancas das microestruturas das Figuras 5(a) e 5(b). O ataque com o reagente de Le Pera, mostrado na Figura 5(c), reforça esta hipótese através das regiões em azul na microestrutura revelada.<sup>(9)</sup> Ao analisarmos a imagem de MEV da Figura 5(d), observamos uma microestrutura apresentando carbeto precipitado no interior dos grãos. De acordo com Horn e Berentzen,<sup>(13)</sup> a presença destes carbeto indica que estes grãos são de bainita que se formou durante tratamento isotérmico a 400° C.



**Figura 5.** Micrografias do aço SAE 4118H modificado, após ser tratado isotermicamente, atacado com: (a) Nital 2%-15s. (b) Picral-2min. (c) Le Pera-30s. (d) Imagem de MEV da amostra atacada com Nital 2% durante 30s.

As Figuras 6(a), 6(b) e 6(c) apresentam respectivamente as fotos obtidas via microscopia eletrônica de varredura do aço SAE 4118 H modificado, nos estados normalizado, temperado e tratado is termicamente a 400° C. A Figura 6(d) mostra em detalhe os carbeto s precipitados na bainita.



**Figura 6.** Imagens de MEV do aço atacado com Nital 2% durante 30s, submetido aos seguintes tratamentos térmicos: (a) Normalizado (b) Temperado em salmoura agitada (c) Tratado is termicamente a 400° C (d) O mesmo tratamento de (c) mostrando com maior resolução os carbeto s presentes na bainita.

Comparando-se as imagens da Figura 6 nota-se que as diferentes microestruturas do aço SAE 4118H modificado, obtidas pelos tratamentos térmicos realizados, puderam ser facilmente diferenciadas por meio da microscopia eletrônica de varredura. A diferenciação entre martensita e bainita torna-se relativamente mais fácil quando feita via MEV. Os elevados aumentos possíveis com esta técnica permitem a visualização das diferenças morfológicas existentes entre estes constituintes. Como, por exemplo, o fato da martensita não-revenida não apresentar carbeto s precipitados no interior de suas ripas como ocorre com a bainita.<sup>(13)</sup>

## 4 CONCLUSÕES

A caracterização metalográfica realizada no aço SAE 4118H modificado utilizando diferentes reagentes possibilitou a obtenção de diferentes informações referentes à sua microestrutura. O ataque colorido com o reagente Behara revelou a diferença de orientação entre os grãos de ferrita do aço no estado normalizado.

O aumento gradativo do tempo de ataque mudou a cor dos grãos ferríticos até que todos apresentassem a mesma coloração. Longos tempos de imersão produziram linhas de ataque nos grãos de ferrita.

As agulhas de martensita do aço temperado foram bem destacadas pelos reagentes utilizados. O reagente de Le Pera evidenciou a presença de grãos de ferrita em meio à bainita, após o tratamento isotérmico a 400° C. A distinção entre martensita e bainita foi facilitada pelas imagens obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura, após ataque com nital 2% durante 30 segundos.

## REFERÊNCIAS

- 1 RAY, A.; DHUA, S. K. Microstructural manifestations in color: same applications for steels. **Materials Characterization**, v. 37, p. 1-8, 1996.
- 2 BEHARA, E.; SHPIGLER, B. **Color Metallography**. Metals Park, Ohio, American Society for Metals, 1977.
- 3 VANDER VOORT, G. F. Tint Etching. **Metal Progress**, v. 127, n. 4, p. 31-41, March 1985.
- 4 VANDER VOORT, G. F. Color etching. In: **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. ASM Internacional, v. 9, p. 139-142, January 1995.
- 5 BEHARA, E. Metallographic reagents based on sulfide films. **Practical Metallography**, v. 7, p. 242-248, 1970.
- 6 GRAY, R. J. Color metallography, methods for color metallography. In: **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. ASM Internacional, v. 9, p. 135-139, January 1995.
- 7 KILPATRICK, J. R.; BENSCOTER, A. O.; MARDER, A. R. Tint etching improves resolution and contrast of microstructures. **Metal Progress**, v. 100 p. 79-81, December 1971.
- 8 BEHARA, E. Metallographic reagents for the determination of chemical and physical heterogeneity in the microstructure of iron and steels. **Practical Metallography**, v. 4, p. 416-420, 1967.
- 9 GIRAULT, E.; JACQUES, P.; HARLET, P.; MOLS, K.; HUMBEECK, J. V.; AERNOUDT, E.; DELANNAY, F. Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels. **Materials Characterization**, v. 40, p. 111-118, 1998.
- 10 BESCONTER, A. O. Carbon and Alloy Steels. In: **ASM Handbook - Metallography and Microstructures**. ASM Internacional, v. 9, p. 165-196, January 1995.
- 11 LE PERA, F. S. Improved etching technique for determination of percent martensite in high-strength dual-phase steels. **Metallography**, v. 12, n. 2, p. 263-268, 1979.
- 12 LE PERA, F. S. Improved etching technique to emphasize martensite and bainite in high-strength dual-phase steel. **Journal of Metals**, v. 32, p. 38-39, 1980.
- 13 HORN, E.; BERENTZEN, F. The use of electron microscopy to distinguish between martensite and lower bainite. **Practical Metallography**, v. 11, p. 323-335, 1974.