



# COMPARAÇÃO DOS METÓDOS DE METALOGRAFIA APLICADO AO AÇO ABNT 4340 E ANÁLISE DE SUAS PROPRIEDADES MECÂNICAS<sup>1</sup>

*Tatiana Maia Cavalcanti<sup>2</sup>  
Igor Jefferson Cabral de Araújo<sup>3</sup>  
Bismarck Luiz Silva<sup>3</sup>*

## Resumo

A metalografia consiste numa técnica de estudo da microestrutura dos mais diversos tipos de materiais. A revelação dos grãos é feita a partir do ataque químico, geralmente corrosivo, que permite visualização em escala cinza. Para alguns materiais o processo convencional de metalografia pode não ser tão simples para a visualização do material. Logo, uma técnica alternativa para facilitar a revelação é a Metalografia Colorida. Este método baseia-se na deposição de um filme fino sobre a superfície a ser revelada, cuja espessura é dependente do tipo/composição do material. Conseqüentemente um melhor contraste é visualizado no microscópio para uma eventual metalografia quantitativa/qualitativa. O aço ABNT 4340 é comumente usado na indústria automobilística na fabricação de eixos, sendo também utilizado na construção naval. Normalmente é fornecido tratado e possui microestruturas multifásicas. O objetivo desse trabalho é fornecer um comparativo entre a metalografia convencional e colorida do aço citado, juntamente com informações de suas propriedades mecânicas, como: dureza e resistência à tração.

**Palavras-chave:** Metalografia colorida; ABNT 4340; Microestrutura; Propriedades mecânicas.

## COMPARING METALLOGRAPHY'S METHODS APPLIED TO STEEL ABNT 4340 AND ANALYSIS OF MECHANICAL PROPERTIES

### Abstract

The metallography is a technique to study the microstructure of several types of materials. The revelations of the grains are made from chemical attack, often corrosive, which allows viewing in gray scale. For some ones the conventional metallography may not be easy to visualization. Therefore, an alternative technique to facilitate the revelation is Color Metallography. This method is based on the deposition of a thin film on the surface to be revealed, whose thickness depends on the type/composition of the material. Accordingly a better contrast is displayed under a microscope for a possible quantitative/qualitative metallography. The AISI 4340 steel is commonly used in the automotive industry for the manufacture axes, also being used in shipbuilding. Usually it is treated and has provided multiphases microstructures. The aim of this paper is to provide a comparison between conventional and color metallography of steel mentioned, together with details of their mechanical properties such as hardness and tensile strength.

**Key words:** Color Metallography; ABNT 4340; Microstructure; Mechanical Properties

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.*

<sup>2</sup> *Graduando Engenharia Mecânica (UFRN).*

<sup>3</sup> *Graduando Engenharia de Materiais (UFRN)*



## 1 INTRODUÇÃO

Segundo Voort<sup>(1)</sup> a delimitação ou definição nítida da verdadeira microestrutura dos materiais é de grande importância na caracterização da composição e das propriedades dos materiais. Para muitos materiais, a microestrutura é revelada somente com a aplicação de um reagente apropriado. Neste caso, o uso da metalografia como meio de verificação de características e defeitos micro/macro estruturais é o mais difundido, em vista do crescente uso e evolução dos materiais metálicos. A técnica baseia-se num processo de corrosão controlada resultado de ação eletrolítica entre superfícies com diferença de potencial. Uma infinidade de soluções químicas usadas para ataque foram desenvolvidas primeiramente por tentativa e erro, é de grande ajuda ter uma noção mínima sobre o comportamento do material. De uma forma geral, os reagentes atuam da mesma maneira, isto é, ele dissolve lentamente o metal durante o ataque.

O ataque químico é o responsável pelo contraste da amostra a ser analisada devido ao fato de que os planos, que são paralelos no mesmo grão, não são obrigatoriamente paralelos aos planos nos grãos vizinhos. Na ocasião de uma liga que apresenta dois ou mais constituintes microestruturais a ser atacado, o reagente é escolhido de modo a ser seletivo em seu ataque, ou seja, a solução irá reagir somente com um dos constituintes do material.<sup>(2)</sup> O resultado é um ataque parcial e o desgaste de um constituinte, enquanto que o outro permanece sem ser afetado. A revelação microestrutural tradicional emprega, em geral, solução corrosiva de ácido em álcool produzindo imagens fotográficas em tons aproximadamente cinza, resultado da corrosão diferencial que ocorre, nos contornos de grão, nas interfaces entre fases e, também, das diferentes taxas de corrosão das diversas fases.<sup>(3)</sup>

O Nital (solução de ácido nítrico e álcool etílico) é o reagente mais utilizado na prática metalográfica, sendo indicado para aços em geral. Torna-se mais eficiente em materiais bifásicos. Le Pera<sup>(4)</sup> estudou o aperfeiçoamento de contrastes utilizando múltiplos ataques, entretanto o que apresentou melhores resultados foi o que se baseava no metabissulfito de sódio, chegando assim a uma solução química que forneceu ótimos resultados, 1% de metabissulfito de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) diluído em água e 4% de ácido pícrico ( $\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO})_3\text{OH}$ ) diluído em álcool etílico. Neste ataque observa-se que a composição química do material tem enorme influência sobre a estrutura que será revelada e os contornos de grão não ficam sempre bem evidentes; este último problema é sanado com um pré-ataque de Nital a 2%. Com este ataque, a martensita revela-se branca, a bainita aparece preta e a ferrita aparece marrom e, em muitos casos, os contornos de grão não são fortemente delineados.<sup>(3)</sup> O tempo de ataque é bastante variável e depende diretamente da composição química do aço, mas de uma forma geral, usualmente é utilizado ataques entre 10 e 20s. Com o pré-ataque já tendo sido realizado, o ataque posterior é interrompido com álcool etílico seguido de um jato de ar quente para secagem da amostra. Para obtenção de resultados precisos, é aconselhável não só o conhecimento prévio das estruturas, mas também de uma superfície bem preparada. Os aços multifásicos, que tem como principais componentes ferrita, bainita, austenita e martensita, são utilizados em larga escala na indústria automobilística, sendo a força motriz desse uso crescente a economia de combustível, juntamente com considerações de segurança. Comparado a outros materiais, tais como o alumínio e magnésio, metais leves ou plásticos e compósitos, os aços de alta resistência apresentam vantagens adicionais como redução de peso e que o tratamento é semelhante ao do aço carbono convencional. Assim, os custos de



fabricação global não vai ser aumentado para além do benefício de redução de peso, que é exatamente o oposto de todos os outros materiais concorrentes.

Os aços multifásicos TRIP pode ser propício para a segurança do automóvel devido às suas propriedades mecânicas como resistência e alongamento expansivo, o que significa que certamente pode absorver a energia de impacto no momento de um acidente de automóvel. Mais importante, ele agora está sendo usado para aplicação em aços de absorção de impactos com altos níveis de dureza.<sup>(5)</sup>

Aços multifásicos possuem um grande leque de combinação entre as microestruturas, existindo a possibilidade de se alterar a composição final, por deformação mecânica, transformando a austenita retida em martensita, com melhoria adicional na resistência. Os aços ultra resistentes são assim chamados por possibilitar resistências mecânicas elevadas, no estado temperado e revenido. No entanto, apresentam neste estado, baixa tenacidade. No caso do aço AISI 4340, a obtenção de estrutura multifásica permite boa combinação de resistência e tenacidade, ampliando o potencial de utilização, além de melhorar o desempenho em aplicações tradicionais.<sup>(6)</sup> Entre os aços classificados de alta resistência, os chamados aços multifásicos, com efeito, TRIP (*TRIP-assisted multiphase steels*) apresentam um melhor equilíbrio entre resistência e ductilidade graças às estruturas multifásicas complexas e o efeito TRIP, que consiste na transformação da austenita retida em martensita induzida por deformação mecânica. A composição química e as rotas de processamento dos aços multifásicos são projetadas para a retenção de maior fração da austenita retida, dentro de uma microestrutura multifásica para que o efeito TRIP seja significativo. A estrutura multifásica pode ser obtida por tratamentos térmicos que devem se realizadas em dois estágios: o primeiro estágio consiste de um aquecimento intercrítico (como para os aços bifásicos) durante o qual um volume controlado de austenita é formado junto com a ferrita intercrítica. O segundo estágio consiste no resfriamento até a faixa de temperatura de transformação bainítica, e a manutenção desta temperatura. Durante este estágio, parte da austenita se transforma em bainita, enquanto a austenita residual não transformada em bainita, pode tornar-se suficientemente estabilizada pelo carbono rejeitado pela ferrita bainítica, não se transformando em martensita durante o resfriamento final, até a temperatura ambiente. O aço AISI/SAE 4340 é usado comercialmente desde 1955 como um aço de alta resistência. Atualmente, é empregado em aplicações estruturais críticas, na indústria aeroespacial e de energia nuclear.<sup>(7)</sup> Também podemos citar aplicações deste na fabricação de parafusos, pinos e elementos de fixação em geral; engrenagens, pinhões, eixos e componentes de máquinas, bielas e virabrequim para motores. O aço AISI/SAE 4340 possui alta temperabilidade somada a alta ductilidade, uma grande resistência e razoável tenacidade, além de apresentar boa soldabilidade. Apresenta também alta resistência à fadiga, e é freqüentemente utilizado em situações severas de serviço, muitas vezes sujeitas a cargas altas.

O objetivo desse trabalho é fornecer um comparativo entre a metalografia convencional e colorida do aço AISI/SAE 4340, juntamente com informações de suas propriedades mecânicas, como: dureza e resistência à tração.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os dois corpos-de-prova selecionados para a caracterização microestrutural foram preparados no Laboratório de Caracterização de Materiais – LCM da Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN. O seccionamento da barra com 32 mm de

diâmetro, de aço ultra resistente de baixa liga, do tipo AISI/SAE (Devemos padronizar a nomenclatura) 4340 tratado termicamente, foi realizado utilizando uma serra manual, com corte realizado na seção transversal. Após o corte, as amostras foram embutidas a frio.

As amostras foram lixadas sequencialmente por lixas de granulometria 80, 180, 240, 400, 600 e 1.200 em lixadeiras manuais com refrigeração a água. Com as amostras lixadas e limpas, elas foram polidas com solução de alumina 1  $\mu\text{m}$ . O polimento foi realizado em politrizes rotativas, tornando assim a superfície a ser analisada pronta para o ataque químico. Ao passar de uma lixa para outra a amostra foi rotacionada em 90° para visualização da eliminação dos riscos provocados pela lixa anterior. O polimento das amostras do aço AISI/SAE 4340 foi realizado com alumina Arotec - 1  $\mu\text{m}$ .

Em seguida, as amostras sofreram uma série de ataques químicos, com intenção de revelar a microestrutura do material, no aspecto da metalografia colorida. Os reagentes corrosivos atacam quimicamente a superfície da amostra, através de um processo de corrosão controlada, resultante da diferença de potencial eletrolítico entre as áreas da superfície atacada <sup>(1)</sup>. Um amplo conjunto de microestruturas foi registrado por meio da utilização do Microscópio Óptico, marca Olympus, modelo GX51.

No trabalho foram realizados múltiplos ataques na tentativa de obter diferentes microestruturas. O primeiro ataque foi com Nital 2%, em função da necessidade de separar as fases de ferrita e austenita retida das fases martensíticas e bainíticas, e logo em seguida foi feito o ataque utilizando solução aquosa de 10% de metabissulfito de sódio com água destilada. Esse reagente funciona isolando a austenita retida das demais fases. Desse modo, as amostras foram polidas novamente a fim de comparar a ação do Nital 2% em relação ao Nital 5%. Após o registro das novas imagens, as amostras foram atacadas com os seguintes reagentes: Metabissulfito de Sódio I, Datta e Gokhale e o reagente LePera. Para o ataque com LePera, a amostra deve passar por um pré ataque utilizando Nital para revelação do contorno de grão. O pré ataque pode variar entre 2 e 5s. O ataque utilizando o reagente LePera proporciona tons diferentes para diferenciação da microestrutura. A Tabela 1 mostra a composição de cada reagente utilizado no presente trabalho.

**Tabela 1:** Reagentes utilizados para revelação da microestrutura do aço ABNT 4340 (2011)

REAGENTE	COMPOSIÇÃO
Nital 2%	2 ml de Ác. Nítrico + 98 ml de Álcool Etilico
Nital 5%	5 ml de Ác. Nítrico + 95 ml de Álcool Etilico
Metabissulfito I	1 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ + 100 ml de $\text{H}_2\text{O}$ Destilada
Metabissulfito II (Datta e Gokhale)	20 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ + 100 ml de $\text{H}_2\text{O}$ Destilada
LePera	Solução I: 1 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ + 100 ml de $\text{H}_2\text{O}$ Destilada Solução II: Ác. Pítrico 4% + 100 ml de Álcool Etilico Mistura 1:1

A diferença principal entre os dois reagentes envolvendo metabissulfito de sódio consiste em que o primeiro (Metabissulfito I) colore as fases de ferrita e perlita, enquanto o segundo (Metabissulfito II) diferencia a ferrita e a martensita, essencialmente em aços multifásicos. Ou seja, o segundo reagente obrigatoriamente para resultados satisfatórios deve ser aplicado em aços que sofrem efeito TRIP. Enquanto o primeiro poderia ser simplesmente utilizado em um aço bifásico.

A Tabela 2 resume todos os reagentes e os tempos utilizados nas duas amostras do aço em estudo.

**Tabela 2:** Resumo de reagentes usados em cada amostra e seus respectivos tempos de ataque (2011)

AMOSTRA	REAGENTE	TEMPO (s)
Transversal	Nital 2%	150 s
Transversal	Metabissulfito I	150 s
Transversal	Nital 2% + LePera	2 s + 10 s
Transversal	Nital 5%	15 s
Transversal	Nital 5%	10 s
Transversal	Metabissulfito II	45 s
Transversal	Metabissulfito II	75 s
Longitudinal	Metabissulfito I	150 s
Longitudinal	Nital 2% + LePera	5 s + 45 s
Longitudinal	Nital 5%	15 s
Longitudinal	Nital 5%	10 s
Longitudinal	Metabissulfito II	45 s
Longitudinal	Metabissulfito II	75 s

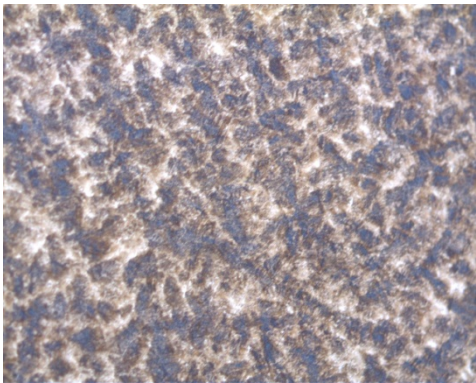

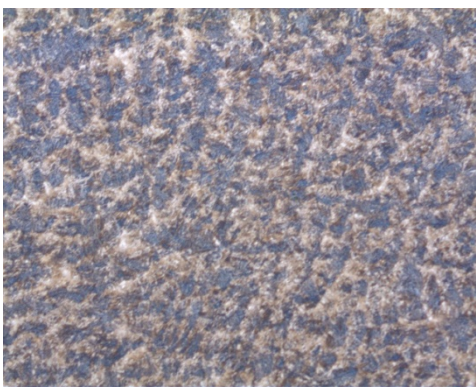




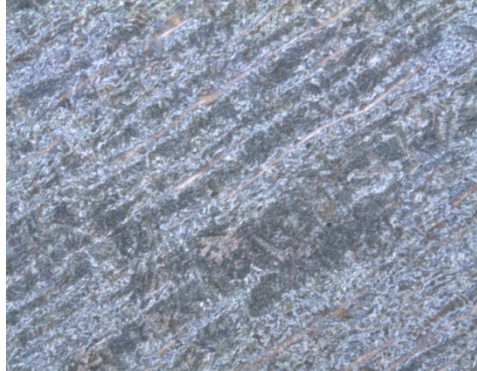
A realização dos registros das micrografias foi efetuada em campo claro, com resolução de 640 x 480 pixels e aumentos que variaram entre 200x e 500x. Para cada amostra foram capturadas em média 15 imagens, visando uma seleção posterior.


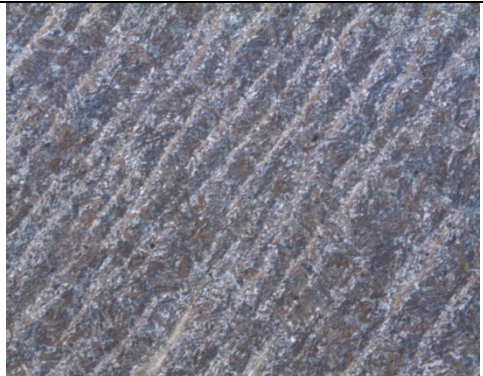



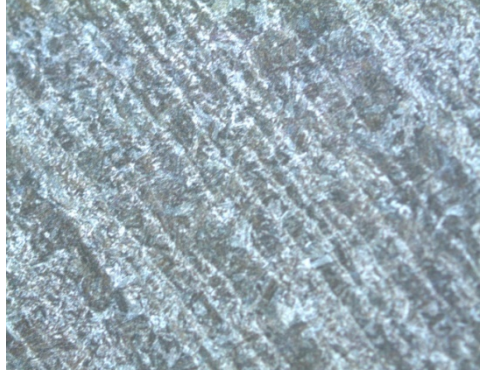
No ensaio Rockwell a menor carga foi fixada em 10 kgf. A aplicação de uma carga menor como um ponto de partida no ensaio serve para eliminar os efeitos de afundamento, pois quando a carga menor é aplicada quando a dureza é determinada, os efeitos da recuperação elástica são reduzidos. O durômetro utilizado foi da marca Pantec, modelo PASN-RS.

### 3 RESULTADOS

A Tabela 3 mostra as diversas microestruturas obtidas com os diferentes ataques químicos.

**Tabela 3: Micrografias do aço em estudo com aumento de 200x (2011)**

LONGITUDINAL	TRANSVERSAL	REAGENTE + TEMPO	AUMENTO
		<b>Datta e Gokhale – 45seg</b>	<b>200x</b>
		<b>Datta e Gokhale – 75seg</b>	<b>200x</b>
		<b>Nital 5% - 10s</b>	<b>200x</b>
		<b>Nital 5% - 15s</b>	<b>200x</b>

		<b>LePera + Nital</b> <b>2% - 2s +</b> <b>10seg</b>  <b>LePera + Nital</b> <b>2% - 5s +</b> <b>45seg</b>	<b>200x</b>
		<b>Metabissulfito</b> <b>I - 150s</b>	<b>200x</b>
		<b>Nital 2% -</b> <b>150s</b>	<b>200x</b>

A Tabela 4 mostra os valores obtidos de dureza Rockwell C. Pode-se observar que o valor médio da dureza do aço multifásico 4340 está em torno de 66 HRC, sendo um valor característico desse material quando tratado termicamente (tratamento intercrítico).

**Tabela 4:** Valores de dureza Rockwell C obtidos para o aço 4340 (2011)

<b>MEDIDAS</b>	<b>HRC</b>
1	65
2	68
3	65
4	70
5	65
6	66
7	60
8	69
<b>MÉDIA</b>	66
<b>DESVIO PADRÃO</b>	3,1



## 4 DISCUSSÃO

É perfeitamente comum se variar a proporção do reagente de acordo com a composição química do material com se trabalha. LePera <sup>(4)</sup> usou 1:1 na caracterização de um aço bifásico de alta resistência, com teor de carbono baixo e resultou numa estrutura em tons diferenciados que variavam entre marrom, branco e preto. Através de tentativa e erro, foram encontrados os tempos ideais para os respectivos ataques realizados. E notou-se que algumas amostras respondiam melhor, em termos de contraste e visualização, a ataques por imersão e outras utilizando algodão.

Para o aço estudado fez-se possível notar esses diferentes tons, porém, as regiões mais escuras não apresentaram coloração preta e sim azulada. As regiões brancas representam a austenita retida e martensita. Onde se observa um tom de marrom mais escuro, tem-se bainita e em tons mais claros se obtém a ferrita. Os reagentes de metabissulfito proporcionaram um excelente contraste nas amostras, e é notório também que o ataque usando Nital 2% é mais preciso, principalmente na seção transversal.

## 5 CONCLUSÃO

Os ataques químicos usados neste trabalho obtiveram sucesso em revelar a microestrutura do aço AISI/ABNT 4340 e distinguir microestruturas com fases complexas como as apresentadas neste trabalho, a ferrita, a bainita e a martensita. Este sucesso deve-se também ao uso de reagentes diferenciados, como o LePera e o metabissulfito. O ataque com nital revelou a microestrutura geral do aço. Os reagentes que proporcionam o ataque colorido da microestrutura dos aços. Assim, a técnica de caracterização microestrutural de aços multifásicos com diferentes reagentes, associada com microscopia óptica torna-se atrativa pela simplicidade do processo, aliado ao custo baixo.

## REFERÊNCIAS

- 1 VOORT, G. F. V. Metallography, principles and practice. McGraw-Hill. 1984
- 2 AMERICAN SOCIETY FOR METALS – ASM. Steel - Products. In: \_\_\_\_\_. Properties and Selection: Irons and Steels - Metals Handbook. 9th Edition. Metals Park, Ohio: ASM, 1990.
- 3 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.
- 4 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.
- 5 TOMITA, Y.; OKAWA, T. Effect of Microstructure on Mechanical Properties of Isothermally Bainite-Transformed 300M Steel. Materials Science and Engineering A, n. 172, p. 145-151, April. 1991.
- 6 LIU, C.; Bhole, S.; NORTHWOOD, D. The effects of ferrite content and morphology on the mechanical properties and room temperature creep of quenched and tempered SAE 4340 steel. JSME International Journal, Series A, v. 46, n. 3, p. 272-277. 2003.
- 7 LEE, K. Y. Tensile Properties of different chemical compositions for TRIP assisted multiphase steel for automobile structures. International Journal of Automotive Technology, vol. 9, n. 1, pp. 87-93. 2008.