

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE ESTRUTURAS BAINÍTIAS/MARTENSÍTICAS EM AÇO SAE 4340¹

Gisélia Alves de Souza²
Cristina de Carvalho Ares Elisei³
Antônio Jorge Abdalla⁴
Tomaz Manabu Hashimoto⁵
Marcelo dos Santos Pereira⁵

Resumo

Este trabalho investiga os constituintes de um aço médio carbono e baixa liga (SAE4340) com estrutura bainítica/martensítica, obtida através de tratamento isotérmico em baixas temperaturas (336°C), utilizando-se da microscopia óptica e de processamento metalográfico com os reagentes Nital, LePera e LePera modificado para análise qualitativa das fases presentes. O ataque químico com nital foi eficiente na identificação da fase bainita, revelada com coloração marrom escuro ou preta, porém tornou difícil a distinção entre as fases martensita e austenita. Da mesma forma, através do ataque químico LePera foi possível a observação da fase bainita na coloração marrom escuro ou preta e o constituinte martensita-austenita com tonalidade clara.

Palavras-chave: Caracterização microestrutural; Bainita; Martensita; SAE 4340.

DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION OF STRUCTURES BAINITE/MARTENSITE IN SAE 4340 STEEL

Abstract

This work investigated the microstructures of a medium carbon and low alloy steel (SAE4340) with mixed structure bainite/martensite, obtained through isothermal treatment in low temperatures (336°C), by optical microscopy and metallographic methods with the etchants Nital, LePera and LePera Modified for qualitative analysis of the present phases. The chemical attack with Nital was efficient in the identification of the bainite, revealed with brown darkness or black coloration; however it turned difficult the distinction between the martensite and retained austenite. In the same way, through the chemical attack LePera was possible the observation of the bainite in the brown darkness or black coloration and the martensita-austenita in the clear or straw-colored.

Key words: Microstructural characterization; Bainite; Martensite; SAE 4340.

¹ *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

² *Mestrando – Departamento de Materiais e Tecnologia - FEG/UNESP*

³ *Doutorando, Departamento de Materiais e Tecnologia - FEG/UNESP*

⁴ *Pesquisador Doutor, Instituto de Estudos Avançados – IEAv/CTA*

⁵ *Professor Livre Docente, Departamento de Materiais e Tecnologia - FEG/UNESP*

1 INTRODUÇÃO

No contexto de aços de alta resistência e ultra-alta-resistência, a microestrutura do aço tem significativa influência nas propriedades mecânicas, tornando a análise metalográfica de suma importância para o conhecimento e aprimoramento de características do material.

Segundo Bramfitt e Lawrence,⁽¹⁾ dentre os vários métodos conhecidos na análise metalográfica, os processos químicos para a identificação ou segregação dos constituintes do material são os mais utilizados, os quais podem ser divididos em dois grupos, com base em seus princípios ativos: os ataques químicos corrosivos e os ataques químicos denominados *Tint Etching*. 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⁽²⁾. De maneira distinta aos ataques químicos corrosivos, os ataques *Tint Etchings*, produzem um fino filme estável (normalmente com espessura entre 40 e 500 nm), que é depositado seletivamente em diferentes áreas na superfície da amostra, dependendo da sua natureza anódica ou catódica e da solução química utilizada.⁽²⁾ A espessura do filme controla a coloração produzida através da interferência da luz branca emitida pelo microscópio óptico.

O ataque químico com reagente nital mostra-se eficiente ao delinear contornos de grãos da ferrita e produz maior contraste da bainita e martensita, ou seja, torna essas estruturas mais escuras, diferenciando as estruturas ferrita e perlita das fases martensita, bainita e austenita, quando visualizadas em microscópio óptico. Entretanto, segundo Pereira,⁽³⁾ somente sua utilização não é satisfatória para identificação de determinadas fases, principalmente em aços com estrutura mais complexa. Técnicas complementares, inseridas dentro do conceito de reagentes coloridos (*Tint Etchant*), auxiliam na identificação dos diferentes microconstituintes na investigação através da microscopia óptica, como o ataque químico com o reagente LePera, que segundo LePera,⁽⁴⁾ revela as estruturas bainita, ferrita e o constituinte M-A (martensita e austenita).

Dessa forma, este trabalho investiga os constituintes de um aço médio carbono e baixa liga com estrutura bainítica/martensítica, utilizando-se da microscopia óptica e de processamento metalográfico com os reagentes químicos Nital, LePera e LePera modificado para identificação e análise qualitativa das fases presentes.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Amostras do aço SAE4340 foram submetidas a tratamentos isotérmicos em um forno banho de sal, para obtenção de uma estrutura mista de bainita e martensita. Realizou-se o aquecimento das amostras até a região de austenitização, à temperatura de 850°C por 1800 segundos, seguido de tratamento isotérmico a temperatura de 336°C, permanecendo nesta temperatura por intervalos de tempos de 60 segundos, 120 segundos, 300 segundos e 1.800 segundos, com posterior resfriamento em água. As rotas de tratamentos térmicos estão representadas na Figura 1 e foram denominadas como condição 1, 2, 3 e 4, respectivamente, em relação aos tempos de permanência no patamar isotérmico de 60 segundos, 120 segundos, 300 segundos e 1.800 segundos, representados na Tabela 1.

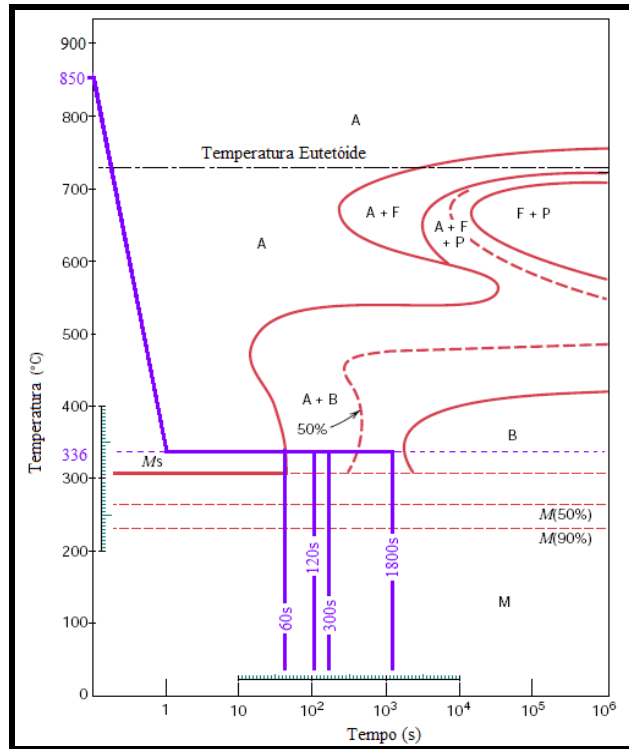


Figura 1. Representação esquemática do tratamento isotérmico realizado para obtenção de estruturas bainíticas/martensíticas.⁽⁵⁾

Tabela 1 Denominação das condições de Tratamentos Térmicos.

	Temperatura de Austenitização	Temperatura Isotérmica	Período de permanência patamar isotérmico
Condição 1	850°C	336°C	60s
Condição 2	850°C	336°C	120s
Condição 3	850°C	336°C	300s
Condição 4	850°C	336°C	1.800s

As amostras foram preparadas para uma análise metalográfica convencional: seccionamento com disco de corte abrasivo a úmido; embutimento a quente com resina baquelite, lixamento (granulometria 100 mesh a 2.000 mesh) e polimento com suspensão de sílica coloidal (OP-U Suspension). Posteriormente, as amostras foram submetidas aos ataques químicos com reagente nital, reagente LePera e reagente LePera modificado, realizados separadamente.

A proporção utilizada na preparação do reagente Nital foi de 2% de ácido nítrico (HNO₃) e 98% de álcool etílico. O tempo de exposição do reagente na superfície da amostra entre 8 segundos e 10 segundos foi suficiente para que a microestrutura apresentasse um contraste adequado para a observação através da microscopia óptica. A forma de aplicação deste ataque foi através de esfregação.

O reagente LePera é composto da mistura, em partes iguais, de duas soluções: solução I: 1% de metabissulfito de sódio diluído em água destilada e solução II: 4% de ácido pícrico diluído em álcool etílico. A preparação do reagente LePera, ou seja, a mistura dessas duas soluções foi feita imediatamente antes de seu uso, e as sobras foram descartadas, sendo preparado novo reagente para cada ataque. A aplicação do

reagente foi realizada por imersão, agitando suavemente a amostra na mistura, durante um tempo de 5 segundos a 7 segundos. A interrupção do ataque químico foi feita em água corrente, seguida de álcool etílico e secagem com jato de ar frio.

Foi também utilizado um procedimento de ataque químico com o reagente LePera Modificado, neste caso, composto pela mistura das soluções I e II, que constituem o reagente LePera, porém na proporção de 1:2, respectivamente. Este procedimento foi aplicado especificamente para a condição 4 de tratamento térmico.

Após cada ataque químico as amostras foram analisadas por microscopia óptica. As imagens foram capturadas em campo claro, sem filtros ou luz polarizada, através de um microscópio óptico, marca Nikon, modelo Nikon EIPHOT 200, acoplado a um PC e a uma câmera Diagnostic Model 4.2, usando-se o software SPOTBASIC.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Ataque Químico com Reagente Nital

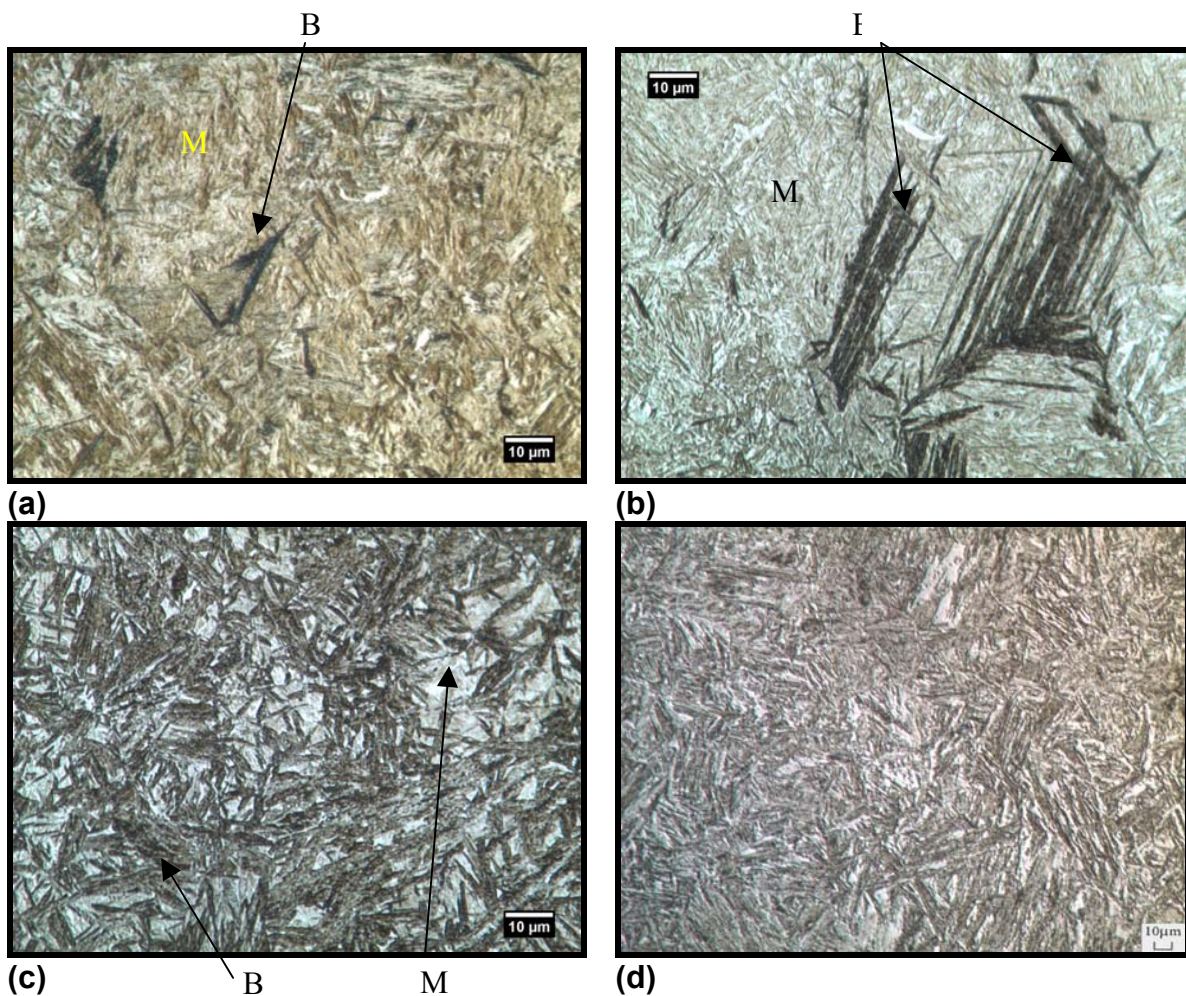


Figura 2. Ataque com Nital 2%. B (bainita), M (martensita). (a) Condição 1 (850°C/ 336°C/ 60s). (b) Condição 2 (850°C/ 336°C/ 120s). (c) Condição 3 (850°C/ 336°C/ 300s). (d) Condição 4 (850°C/ 336°C/ 1.800s).

O ataque químico com reagente nital 2% revelou as tonalidades preta, marrom claro e branca. Na Figura 2(a) é apresentada uma fotomicrografia óptica ilustrando a microestrutura de uma amostra após austenitização à 850° C, durante 1.800 segundos e posterior tratamento isotérmico na temperatura de 336°C, durante 60s. A bainita aparece com morfologia em forma de finas ripas isoladas, em tonalidade preta, indicada na Figura 2(a) pela letra B (bainita). Percebe-se também a formação de feixes de pequenas ripas paralelas de bainita, em diferentes orientações cristalográficas. As ripas de bainita estão dispersas em uma matriz constituída de regiões com tonalidade marrom claro, caracterizada como martensita e representada com a letra M.

Na Figura 2(b) é ilustrada uma fotomicrografia obtida através do reagente nital 2%, de uma amostra submetida à austenitização à 850°C por 1.800 s e subsequente tratamento isotérmico à 336°C, durante 120 s. Percebe-se que, conforme aumenta o período de permanência no patamar isotérmico, à temperatura de transformação bainítica, é visível um aumento da quantidade de estruturas pretas, representando um crescimento da estrutura bainita, em feixes de ripas paralelos, assim como finas ripas isoladas e novos pontos de nucleação dessa estrutura.

Na Figura 2(c) é apresentada uma fotomicrografia de uma amostra submetida à Condição 3 de tratamento térmico, ou seja, austenitização à 850°C e subsequente tratamento isotérmico à temperatura de 336°C, durante 300s. Percebe-se considerável aumento da estrutura bainítica com predominância de aglomerados de ripas paralelas, crescendo em diferentes orientações cristalográficas e poucas ripas finas isoladas.

Na Figura 2(d) é apresentada uma fotomicrografia de uma amostra submetida ao tratamento térmico na Condição 4, ou seja, austenitização à 850°C, durante 30 minutos, seguido de tratamento isotérmico à 336°C, durante 1.800 s. Nesta condição, percebe-se que quase toda a microestrutura é formada pela estrutura bainítica. A morfologia da estrutura é de grossos feixes de ripas de bainita, dispostos em diferentes orientações cristalográficas, que aparecem na coloração marrom escuro. Entre os feixes de ripas de bainita aparecem pequenas regiões em coloração mais clara que correspondem a martensita e a austenita retida, porém, nesta condição, torna-se difícil a distinção entre essas fases.

Baseando-se nas rotas de tratamentos térmicos efetuadas, não se espera a presença da estrutura ferrita, porém esta estrutura pode aparecer em quantidades residuais. As regiões brancas podem representar a austenita retida e estas quantidades residuais da fase ferrita, entretanto, a técnica de ataque com reagente nital não se mostrou apropriada para distinguir estas estruturas.

O ataque com nital apresentou pouca nitidez entre as duas regiões em tonalidades marrom claro e branca, tornando difícil a distinção entre as fases martensita e as fases austenita retida e/ou ferrita e, sendo necessários outros tipos de ataques químicos para uma identificação eficaz entre essas fases.

O ataque com reagente nital 2% em microestruturas que apresentem alta porcentagem de área da estrutura bainita, revela esta estrutura não mais na tonalidade preta, conforme foi observado nas Condições 1 e 2, mas em tonalidade marrom escuro, observada na condição 3 e 4. Ataques realizados com maior tempo de exposição ao reagente nital 2%, a fim de revelar a estrutura bainítica em tonalidade mais escura, conforme o padrão alcançado nas condições 1 e 2, faz com que a fotomicrografia obtida apresente pouca nitidez, dificultando a identificação dos microconstituintes.

3.2 Ataque Químico com Reagente LePera

O reagente LePera está inserido dentro do conceito de ataques químicos *Tint Etching*, os quais produzem um fino filme que é depositado seletivamente sobre a superfície da amostra, desta forma, a técnica de aplicação considerada mais adequada para o reagente LePera foi através da imersão da amostra na solução para assegurar um depósito uniforme e efetivo do filme químico sobre a superfície da amostra. O reagente LePera mostrou-se extremamente sensível às variações que envolvem o processo de ataque químico e portanto, de difícil reprodutibilidade. A preparação do reagente LePera, ou seja, a mistura das soluções I e II, foi realizada imediatamente antes da realização do ataque, não sendo possível o reaproveitamento do reagente para ataques subsequentes.

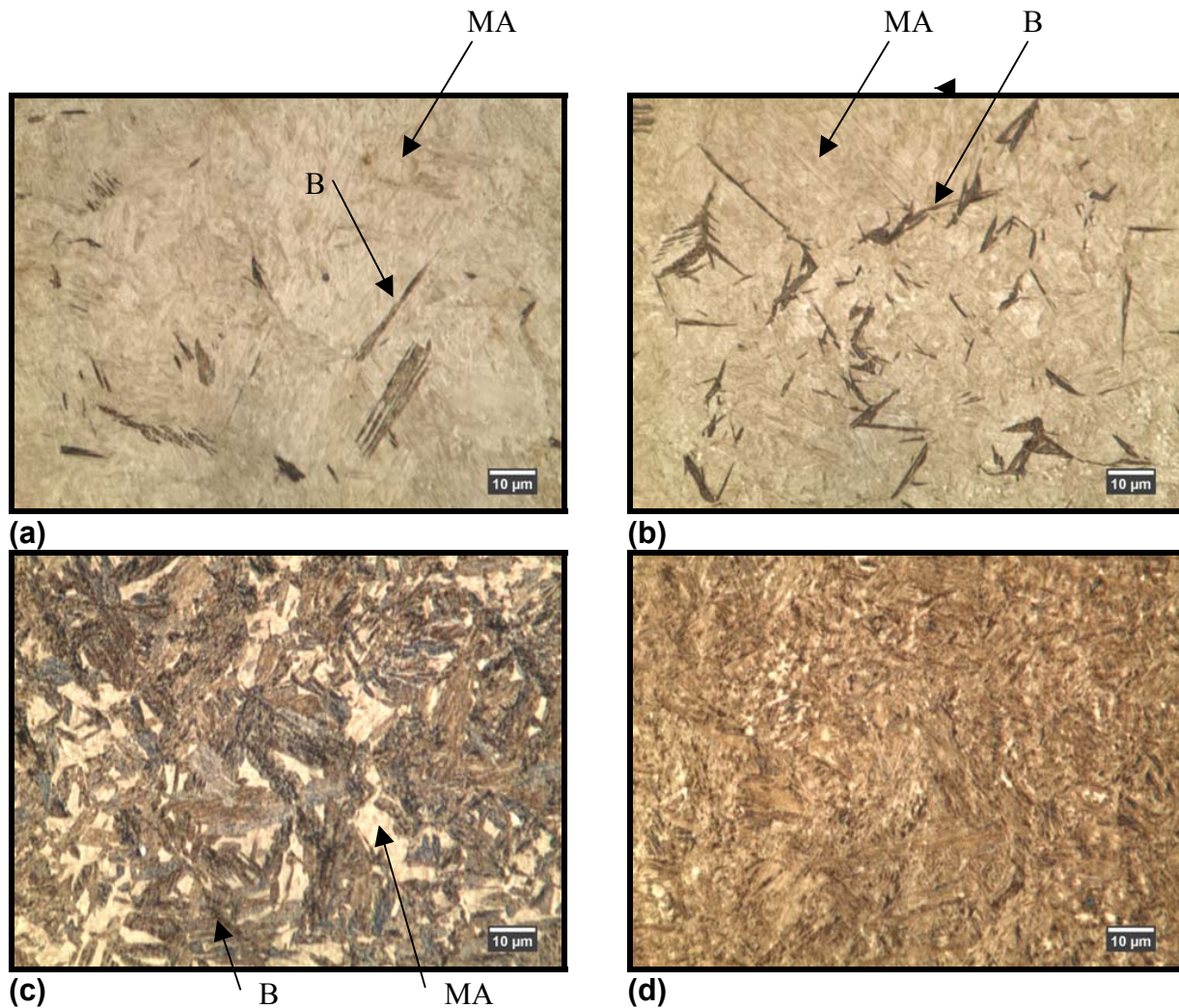


Figura 3 Ataque com reagente LePera. B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida). (a) Condição 1 (850°C/ 336°C/ 60s). (b) Condição 2 (850°C/ 336°C/ 120s). (c) Condição 3 (850°C/ 336°C/ 300s). (d) Condição 4 (850°C/ 336°C/ 1.800s).

As Figuras 3(a), 3(b), 3(c) e 3(d) representam as fotomicrografias obtidas de amostras atacadas quimicamente com reagente LePera, que foram submetidas ao tratamento térmico de austenitização à 850° C e subsequente tratamento isotérmico à temperatura de 336°C, nos tempos de permanência de 60 s, 120 s, 300 s e 1800 s, respectivamente. Na Figura 3(a), Condição 1 de tratamento térmico, o ataque com reagente LePera revelou a estrutura bainita em tonalidade marrom escura, com morfologia de finas ripas ou feixes de ripas paralelas dispersas em uma matriz com tonalidade clara, caracterizada como o constituinte martensita e austenita retida.

Nas Condições 2 e 3, à medida que aumenta o tempo de permanência no patamar isotérmico (de 120s para 300s) percebe-se, visualmente, um aumento significativo da porcentagem de área da estrutura bainita, que é revelada pelo ataque químico LePera na coloração marrom escuro. Da mesma forma, percebe-se uma diminuição das regiões com tonalidade clara, caracterizadas como o constituinte martensita e austenita retida (MA). Comparando as duas condições, observam-se pequenas alterações na morfologia da estrutura bainítica, de finas ripas e pequenos feixes de ripas paralelas (Figura 3(b)) para grossos aglomerados de feixes de ripas paralelas em diferentes orientações e praticamente inexistência de finas ripas isoladas (Figura 3(c)).

Na Figura 3(d), Condição 4 de tratamento térmico, percebe-se que a microestrutura é constituída quase que totalmente pela estrutura bainita, que aparece na coloração marrom.

O ataque com reagente LePera permitiu, de maneira eficiente, a distinção entre a fase bainítica (B), revelada na coloração preta ou marrom escuro, e o constituinte martensita e austenita retida (MA), caracterizado pelas regiões claras nas micrografias, estando em conformidade com a literatura.⁽⁶⁻⁸⁾ Porém, o ataque químico com reagente LePera para a condição com maior tempo de permanência no patamar isotérmico (1.800s), Condição 4, apresentou pouca nitidez entre a fase bainítica e o constituinte martensita e austenita retida.

No ataque químico com reagente LePera, a porcentagem de fração de área da fase bainita influencia na coloração do ataque apresentada por essa estrutura. O ataque químico com reagente LePera em amostras que apresentem alta porcentagem de fração de área da estrutura bainítica, revela a bainita em tonalidade mais clara de marrom do que as amostras constituídas de baixa porcentagem dessa estrutura.

Através deste ataque químico foi possível verificar que a estrutura ferrita não está presente em nenhuma das condições de tratamento térmico.

3.3 Ataque Químico com Reagente LePera Modificado

O ataque químico com reagente LePera apresentou pouca nitidez entre a fase bainítica e o constituinte martensita e austenita retida para a condição 4 de tratamento térmico (Figura 3(d)), dificultando uma identificação precisa dessas fases. Nota-se que esta condição apresenta maior período de permanência no patamar isotérmico (1800s) e conseqüentemente maior porcentagem da fase bainita. Algumas modificações no processo de ataque químico, utilizando-se a proporção de 1:2 respectivamente para as soluções I e II, que constituem o reagente LePera, foram aplicadas especificamente à amostra submetida à condição 4 de tratamento térmico. Este procedimento revelou regiões nitidamente brancas (constituinte MA) e regiões na tonalidade marrom (bainita),

permitindo melhor distinção entre a fase bainítica e o constituinte MA, mostrada na Figura 4.

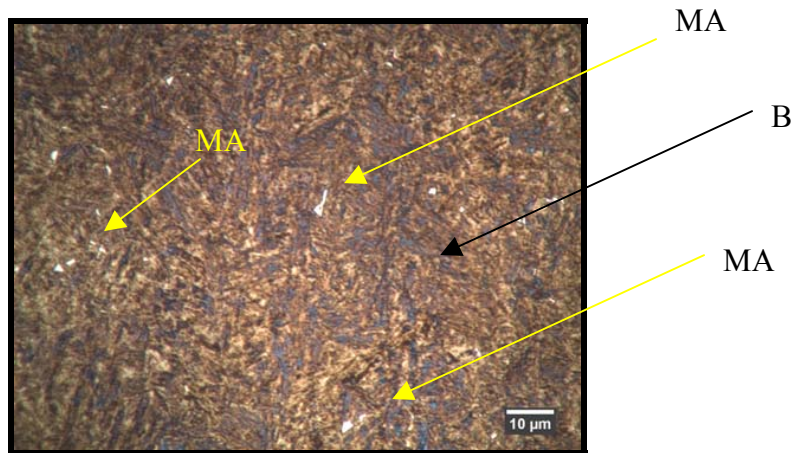


Figura 4 Ataque com reagente LePera Modificado. Condição 4 (850°C/336°C/1.800s). B (bainita), MA (constituente martensita e austenita retida).

4 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos neste trabalho, na caracterização microestrutural do aço SAE 4340, pode-se extrair-se as seguintes conclusões:

- O ataque químico com reagente Nital 2% mostrou-se eficiente ao revelar a estrutura bainita, porém torna difícil a distinção entre as fases martensita e a fase austenita retida, sendo necessários outros tipos de ataques químicos para uma identificação eficaz entre essas fases.
- O ataque químico com reagente LePera pode distinguir a estrutura bainita e o constituinte MA (martensita e austenita retida), porém para estruturas que apresentem alta porcentagem da fase bainita, o reagente LePera Modificado é mais adequado para a distinção entre essas fases, pois apresentou maior nitidez entre a bainita e o constituinte MA.
- No ataque químico com reagente LePera, assim como no ataque químico com Nital, a porcentagem de fração de área da fase bainita influencia na coloração do ataque apresentada por essa estrutura.

Agradecimentos

À CAPES, pelo apoio financeiro; à empresa PROTERM – Projetos e Tecnologia em Tratamentos Térmicos, pela realização dos tratamentos térmicos.

REFERÊNCIAS

- 1 BRAMFITT, B. L.; LAWRENCE, S. J. Metallography and Microstructures of Carbon and Low-Alloy Steels. In: ASM Handbook. **Metallography and Microstructures**. . Metals Park, Ohio: ASM, 2004. V.9, p.608-627.
- 2 VOORT, Vander. Microstructure. In: __. **Metallography Principles and Practice**. New York: McGraw-Hill.1984. p.165-266.
- 3 PEREIRA, M. S. **Caracterização Microestrutural e Mecânica de um Aço Multifásico, em Consonância com o Projeto ULSAB - AVC**. 2004. 98f. Tese (Livro Docência em Engenharia Mecânica – Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2004.
- 4 LEPERA, F. S. Improved Etching Technique for the Determination of Percent Martensite in High-Strength Dual-Phase Steels. **Metallography**, n.12, p.263-268. 1979.
- 5 CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5ª. Edição. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2002. 589p.
- 6 LEPERA, F. S. Improved Etching Technique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel. **Journal of Metals**, p. 38-39, 1980.
- 7 DE, A.K.; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K. Color Tint-Etching for Multiphase Steels. **Advanced Materials & Processes**, p.27-30, 2003.
- 8 GIRAULT, E.; JACQUES, P.; HARLET, Ph.; MOLS, K.; HUMBEECK, J. V.; AERNOUDT, E.; DELANNAY, F. Metallographic Methods for Revealing the Multiphase Microstructure of TRIP-Assisted Steels. **Materials Characterization**. N.40, p.111-118. 1998.