



OBSERVAÇÕES DAS ALTERAÇÕES MICROESTRUTURAIS DE UM AÇO FUNDIDO DIN - X120Mn12 APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS ATRAVÉS DA TÉCNICA DE METALOGRAFIA COLORIDA¹

Ivaldo Assis do Nascimento²
Assis Moura Nascimento³
André Luis de Brito Baptista⁴
Leandro André Chaves Baptista⁵

Resumo

A observação metalográfica é um meio bastante poderoso para prever ou explicar as propriedades e o comportamento de uma peça metálica, já que permite conhecer a estrutura do material, i.e. , os seus constituintes micro-estruturais (fases), bem como a morfologia e a distribuição destes. A metalografia colorida tem como objetivo depositar finos filmes de interferência na superfície do metal, através da reação química entre esta superfície e um reagente metalográfico adequado. No presente trabalho observou-se a influência de diferentes tratamentos térmicos na microestrutura do aço em estudo utilizando-se da metalografia colorida somando-se um ensaio de dureza

Palavras-Chave: Aço; Metalografia; Microestrutura.

OBSERVATIONS OF MICROSTRUCTURAL CHANGES OF A CAST STEEL DIN - X120MN12 AFTER HEAT TREATMENT BY COLORED METALLOGRAPHY TECHNIQUE

Abstract

The metallographic observation is a very powerful means to predict or explain the properties and behavior of a metal part, since it allows to know the structure of the material, ie, their micro-structural constituents (phases) and the morphology and distribution of these The color metallography aims to deposit thin films interference metal surface through chemical reaction between this surface and a reagent metallographic appropriate. In this study we observed the influence of different heat treatments on the microstructure of steel in a study using color metallography of adding to a hardness test.

Key words: Steel; Metallography; Microstructure.

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

² Engenheiro Mecânico - Diretor Técnico e Coordenador da Divisão de Ensino e Pesquisa da Spectru Ltda

³ Técnico de Desenvolvimento Especializado em Sistemas Informatizados. - Responsável Técnico pela Divisão de Informática e Informações Tecnológicas da Spectru Instrumental Científico Ltda.

⁴ Técnico Industrial Metalúrgico Especializado – Técnico Metalurgista da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda / Universidade Federal Fluminense e Técnico de Pesquisa e Desenvolvimento da Divisão de Metalurgia da Spectru Instrumental Científico Ltda. Graduando em Administração de Empresas da FASF – Faculdade Sul Fluminense do Instituto de Cultura Técnica de Volta Redonda

⁵ ETPC/VR – Escola Técnica Pandiá Calogeras – Curso de Eletrônica - Pesquisador Independente. Programa Universidade/Empresa/Escola



1 INTRODUÇÃO

Tubos centrifugados de paredes extraforte são usados para montagem das arvores de exploração e condução de petróleo e gás em águas profundas, devido os mesmos suportar grandes condições de pressão, desgaste e corrosão. O aço manganês austenítico atende estes requisitos.

As mudanças que aconteceram com os materiais, principalmente com os aços, é que tornaram essencial a utilização da metalografia para verificar características e defeitos estruturais.

As propriedades físicas e mecânicas dos aços são fortemente influenciadas pela sua microestrutura, fazendo do exame metalográfico uma necessidade para a perfeita análise e compreensão destas propriedades.

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. O ataque que proporciona tons coloridos na micrografia e, conseqüentemente, melhor contraste para análise das fases e constituintes presentes baseia-se na deposição de um filme fino sobre a superfície da amostra, cuja espessura é função da composição.

O objetivo fundamental de um tratamento térmico é aprimorar as características mecânicas de um aço submetendo o mesmo a ciclos de aquecimento e resfriamento.

No presente trabalho observou-se a influência de diferentes tratamentos térmicos na microestrutura do aço em estudo utilizando-se da metalografia colorida somando-se um ensaio de dureza.

2 TRATAMENTO TEÓRICO

2.1 O Aço Hadfield

O aço Hadfield tem a propriedade de apresentar, mediante tratamento térmico adequado, uma estrutura puramente austenítica na temperatura ambiente. Neste estado, possui alta tenacidade, baixa dureza (cerca de 200 HB) e é virtualmente amagnético.

Outra importante característica deste aço é sua alta capacidade de encruamento superficial, que permite adquirir elevada dureza na superfície por meio de deformação a frio sem que a tenacidade do núcleo seja afetada. A dureza pode atingir valores de ordem de 550 HB nas camadas periféricas e o aço apresenta então uma lata resistência ao desgaste. Em muitos casos, o encruamento é produzido pelas condições de trabalho, através de solicitações de impacto e/ou de compressão. Entretanto, quando se requer que a peça já entre em serviço com a dureza final, é necessário realizar um encruamento prévio. Nos dois casos tem-se também um acúmulo de tensões residuais.

Deve-se notar que ainda mesmo no estado encruado o aço tipo Hadfield só apresenta uma efetiva resistência ao desgaste quando está submetido a solicitações capazes de produzir continuamente novas camadas encruadas para substituir as pequenas partículas inevitavelmente removidas pelas próprias condições de serviço.

Quando a peça esta sujeita a um processo de simples abrasão, sem que ocorra simultaneamente o encruamento, o aço tipo Hadfield sofre um desgaste

comparável ao de um aço qualquer, processo que pode ser evitado mudando a microestrutura base para uma multiconstituída por tratamento térmico sem queda de outras propriedades.

2.2 A Metalografia Colorida

A metalografia é utilizada para a verificação e constatação de fases presentes na microestrutura dos materiais. A precisão dos resultados depende não só do conhecimento prévio das estruturas, mas também de uma superfície bem preparada.

Para que uma micrografia ofereça bons resultados é necessário fazer a escolha do local de onde serão retiradas as amostras a serem analisadas, execução do corte, embutimento, lixamento, polimento, lavagem, secagem, ataque e observação ao microscópio. O que se vê ao microscópio são diferenças cristalinas e mecânicas evidenciadas em função da dissolução seletiva, ou da coloração seletiva do ataque químico. O papel do reagente químico neste ponto é de causar uma corrosão nos locais de maior energia e desordem, que são os contornos de grãos. Para que o ataque seja considerado de boa qualidade deve deixar uma imagem clara, limpa e nítida que não ofereça dúvidas a quem as analisa. Quando se faz uso do ataque colorido este serve para realçar fases diferentes, mostrando-as de cores diferentes, em função da composição de cada constituinte.

As técnicas desenvolvidas mais utilizadas são as que se utilizam do processo de corrosão controlada. Essa técnica consiste em uma corrosão controlada dada pelas diferenças de potencial eletroquímicos que ocorre devido às diferentes áreas e composições químicas.

Os reagentes, em todos os tipos de ataque metalográfica, atuam do mesmo modo, isto é, atacam e dissolvem lentamente o metal. A maneira pela qual o reagente ataca depende do propósito do material, isto é, se ele consiste em um constituinte único no qual todas as partes do metal são exatamente da mesma composição química, ou se ele é de natureza complexa, quando existem diversos constituintes diferentes, cada um diferindo dos outros nessa composição química.

No caso em que um metal puro está sendo atacado metalograficamente, o ataque químico do reagente não se faz uniformemente em todos os grãos da superfície exposta, mas verifica-se que ele se processa sobre cada grão de um modo seletivo ao longo de determinados planos cristalográficos. Resulta disto que a velocidade de ataque varia de acordo com a orientação dos grãos na superfície, sendo evidente um contraste de grãos.

Este contraste é devido ao fato de que os planos, que são paralelos no mesmo grão, não são necessariamente paralelos aos planos nos grãos vizinhos. Nos casos em que uma liga composta de dois ou mais constituintes estruturais estiver sendo atacada, o reagente é escolhido de modo a ser seletivo em seu ataque. O resultado é usualmente um ataque parcial e o desgaste de um constituinte, enquanto que o outro permanece sem ser afetado. Isto permite que certos constituintes fiquem em relevo e produzam, quando observados pelo microscópio, o que se pode ser chamado um efeito de sombra. As partes não afetadas aparecerão em cores brilhantes, enquanto que outras, em planos inferiores, aparecerão escuras.

A metalografia convencional dos aços realizada com reagentes de ataque comuns, tais como nital, picral e o reagente de Vilella, 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.⁽¹⁻³⁾

O contraste colorido em microscopia ótica pode ser obtido através de métodos de deposição de filmes de interferência ou através de métodos óticos. Nos métodos de deposição de filmes de interferência, filmes com espessura entre 40 nm – 500 nm são depositados na amostra devido à reação química entre a sua superfície e um reagente metalográfico adequado. Este método apresenta excelentes resultados na coloração seletiva dos grãos e pode ser realizado à temperatura ambiente.

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, sendo também 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.⁽⁴⁻⁶⁾

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.

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 proporções.⁽⁷⁻⁹⁾

Com o surgimento do aço de alta resistência e com microestrutura multifásica complexa somente o ataque químico com nital não é suficiente para revelar distintamente todas as fases que encontramos neste tipo de estrutura.

Le Pera trabalhou no melhoramento de contrastes utilizando vários ataques, sendo que o que lhe forneceu melhores resultados foi o que se baseava no metabissulfito de sódio, chegando assim a uma mistura, 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. Com este ataque, a martensita aparece branca, a bainita aparece preta e a ferrita aparece marrom e em muitos casos, os contornos de grão não são fortemente delineados. Neste ataque verifica-se que a composição química do material tem forte influência sobre a estrutura que será revelada e os contornos de grão não ficam sempre bem evidentes; este último problema resolve-se com um pré-ataque de nital a 2%.⁽¹⁰⁾

3 MATERIAL, MÉTODO E RESULTADO

No presente trabalho executou-se tratamentos térmicos como mostrado na Figura 1, em um aço com a composição química: C – 1,15%, Si - 0,50%, Mn - 13,0% P - 0,065% e S – 0,030%, verificando a dureza Vickers e a microestrutura resultante.

A preparação metalográfica foi de acordo com a norma ASTM E3,⁽¹¹⁾ a revelação seguiu a ASTM E407⁽¹²⁾ e o registro das fotomicrografias foi de acordo com a ASTM E883.⁽¹³⁾

O material em estudo foi lixado com carbeta de silício base água granas 220, 500, 800, 1.000 e 1.200. Em seguida limpo em ultrassom durante 20 min. Imerso em acetona. O polimento foi com alumina 1 e 0,3 microns.

O ataque metalográfico, para a revelação somente, foi por imersão durante 30 seg. à 1 minuto em solução de mistura 1:1 de nital 3% e picral 4% (este ataque tem a finalidade de facilitar a deposição e fixação dos compostos corantes). Logo após imergiu-se a amostra na solução corante de 50 ml de água destilada, 25 g de tiosulfato de sódio e 1 g de metabissulfito de potássio – reagente 1, durante 3 minutos.

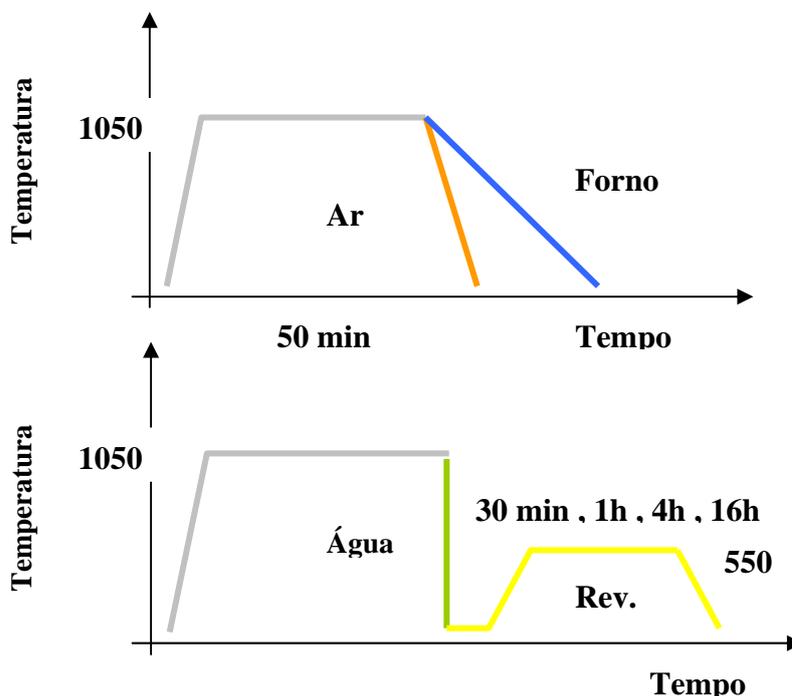


Figura 1 – tratamentos térmicos realizados no aço.

A dureza é vista no gráfico da Figura 2.

As fotomicrografias do material após tratamento térmico são mostradas nas Figuras 3 (a) até (n). Ocorre um aumento de dureza devido ao aparecimento de carbonetos intergranulares formação de pacotes de estruturas agregadas de carbonetos e ferrita.

Este ganho na dureza seria interessante, desde que respeitada a espessura do material para evitar fragilidade, no tocante a empregar o mesmo onde não ocorre trabalho mecânico suficiente para transformar a austenita em martensita.

O microconstituente ferrita + carbonetos é considerado perlita, assim pode-se em alguns casos ser deletéria para as propriedades tribológicas (desgaste) enquanto a presença de filmes de carbonetos em CG ou agulhas de carboneto são catastróficas para a tenacidade.

A técnica de metalografia a cores permitiu uma perfeita leitura das estruturas do material podendo fazer uma correlação clara com a variação da dureza.

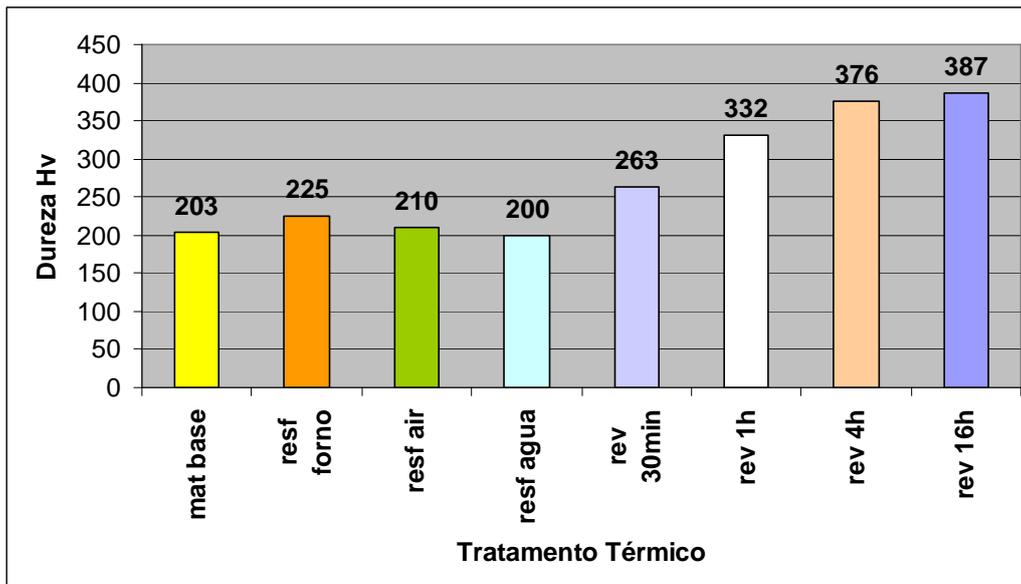


Figura 2 – Dureza X Tratamento térmico.

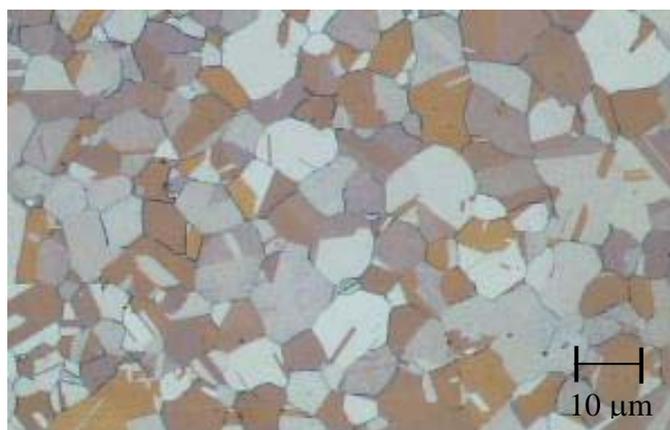


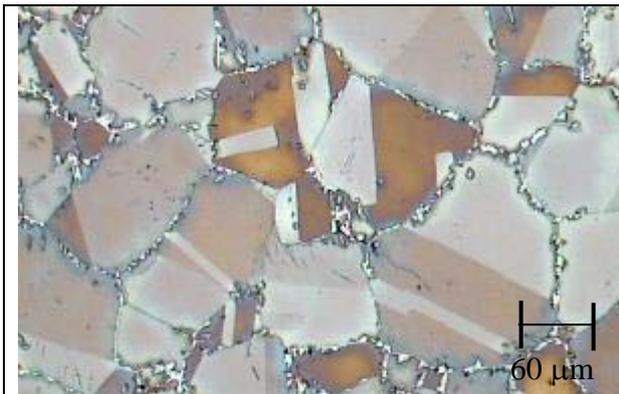
Figura 3 (a) – Aço Classe 60 de ASTM A 515/70 , X120Mn12, 13401 Microestrutura composta de 100% de Austenita - 500x (material de partida).



Fig(b) – amostra resfriada na água 200X (somente austenita).



Fig (c) – resfriamento ao ar 1.000X (austenita + carboneto intergranular).



Fig(d) – resfriada no forno 100X (austenita + rede de cementita no contorno de grão + pacote de agregado fino de carb. e ferrita).



Fig (e) – resfriada no forno 1.000X (austenita + rede de cementita no contorno de grão + pacote de agregado fino de carb. e ferrita).

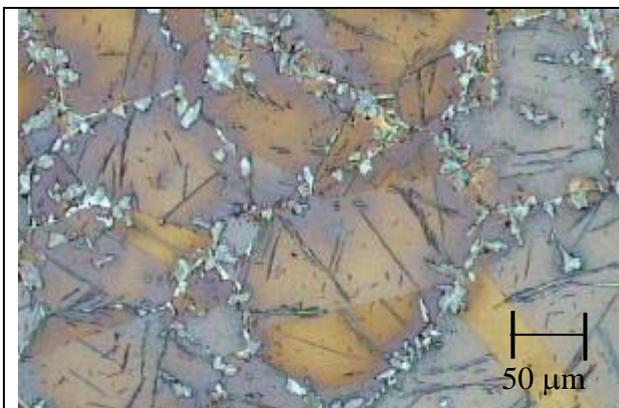
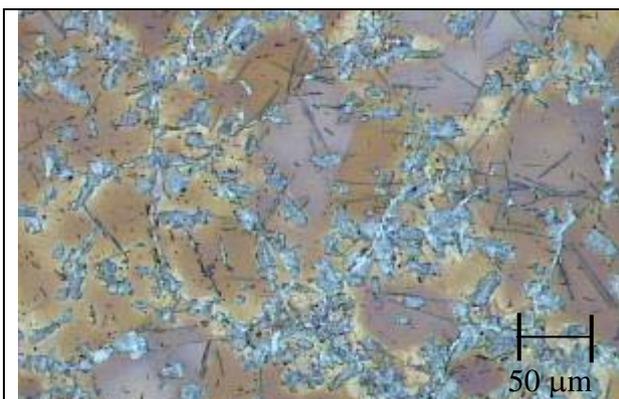


Fig (f) – resfriada em água e revenida 550°C/30min 200X (austenita + rede de cementita no contorno de grão + pacote de agregado fino de carb. e ferrita + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos).



Fig(g) – resfriada em água e revenida 550°C/30min 1.000X (austenita + rede de cementita no contorno de grão + pacote de agregado fino de carb. e ferrita + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos).



Fig(h) – resfriada em água e revenida 550°C/1h 200X (austenita + rede de cementita no contorno de grão + pacote de agregado fino de carb. e ferrita + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos + martensita).



Fig(i) – resfriada em água e revenida 550°C/1h 1.000X (austenita + rede de cementita no contorno de grão + pacote de agregado fino de carb. e ferrita + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos + martensita).



Fig(j) – resfriada em água e revenida 550°C/4h 200X (austenita + pacote de agregado fino de carb. e ferrita + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos + martensita).



Fig (l)– resfriada em água e revenida 550°C/4h 1.000X (austenita + pacote de agregado fino de carb. e ferrita (acicular e lamelar) + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos + martensita).

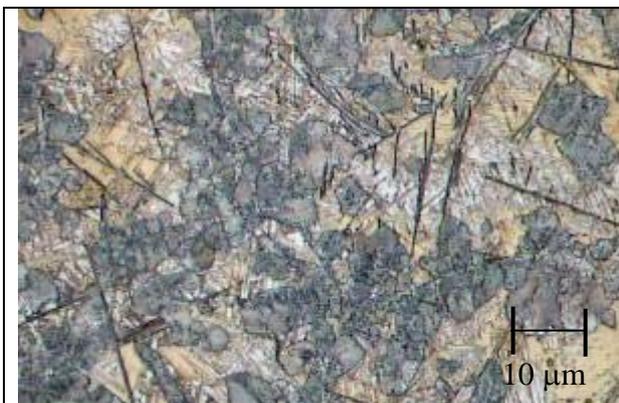


Fig (m)– resfriada em água e revenida 550°C/16h 500X (austenita + pacote de agregado fino de carb. e ferrita (acicular) + perlita + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos + martensita).



Fig (n)– resfriada em água e revenida 550°C/16h 1. 000X (austenita + pacote de agregado fino de carb. e ferrita (acicular) + perlita + precipitação no grão de agulhas finas de carbonetos + martensita).

4 CONCLUSÃO

A técnica de preparação somada ao reagente adequado possibilitou uma boa revelação das microestruturas, satisfazendo assim as expectativas de previsão do comportamento do material durante uso, com base na interação microestrutura propriedades mecânicas e tecnológicas

A metalografia colorida é uma ferramenta valiosa e rápida para a identificação dos vários microconstituintes, deve-se no entanto executar a análise por microscopia ótica com ataque convencional e microscopia eletrônica de varredura, além dos ensaios mecânicos. Após várias experiências e mantendo a reprodutibilidade, adota-se uma determinada formulação de agente corante para identificar um ou mais microconstituintes na estrutura em estudo.

Deve-se ressaltar que o desempenho da solução de tingimento sofre influência do material de análise (metal), do modo de preparação da solução, das condições da solução (fresca ou usada), do tempo de ataque e do modo de preparação dos cp's.



O ganho de dureza com a transformação de fase por tratamento térmico deve ser adaptada a geometria da peça e espessuras dos componentes para evitar fragilidade. Permite a utilização do componente em trabalhos de pouco impacto onde não ocorre a formação de martensita por deformação, evitando a concentração de tensões que degenera o aço a longo prazo.

REFERÊNCIAS

- 1 VUROBI, JR S. ; CINTHO, O. M. - Utilização de metalografia colorida e contraste por interferência diferencial (dic) na caracterização microestrutural de um aço sae 4118h modificado - 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- 2 ELISEI C.C.A., ABDALLA A.J., HASHIMOTO T.M., PEREIRA M.S. - Utilização de metalografia colorida na identificação dos microconstituintes de um aço microligado - 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- 3 JÚNIOR, S. V. ; CINTHO, O. M. - Técnicas metalográficas para caracterização microestrutural dos aços - II Encontro de Engenharia e Tecnologia dos Campos Gerais – 14 e 15 de agosto de 1009
- 4 NASCIMENTO, I. A.; BAPTISTA, A. L. B.- A utilização da metalografia colorida na avaliação microestrutural do alumínio e ligas - São Paulo/SP-BR. ABM. 2005. :2245-2251. in: ABM 60. Belo Horizonte, MG. BR. 25-28 JUL.05. – obra editada em cdrom. resumo impresso em abm ca60
- 5 PAULA, A. S.; LIMA, K. R. S. ; BRAGA, W. S. ; MARUJO, L. G. ; BAPTISTA, A. L. B. – A Metalografia Colorida de Aços - São Paulo/SP-BR. ABM. 1999. :1287-1295. in: ABM 54. São Paulo, SP. BR. 25-29 JUL.99. -editado em cd rom
- 6 ARAUJO, V. H. L.; MATTOS, G. B.; BAPTISTA, A. L. B. ; RIBAS, P. R. F. - Avaliação do Tamanho de Grão da Microestrutura de Aço If Via Metalografia Colorida e Análise de Imagens Digitalizadas.- São Paulo/SP-BR. ABM. 2001. :621-630. in: ABM 56. Belo Horizonte, MG. BR. 16-19 JUL.01. - editado em cdrom.
- 7 ARAUJO, V. H. L. ; MATTOS, G. B. ; BAPTISTA, A. L. B. ; RIBAS, P. R. F. – A Utilização de Metalografia Colorida na Identificação dos Microconstituintes de Solda em Aço Microligado, A. São Paulo/SP-BR. ABM. 2001. :582-583. in: ABM 56. Belo Horizonte, MG. BR. 16-19 JUL.01. - editado em cdrom.
- 8 MATTOS, G. B. ; ARAUJO, V. H. L. ; BAPTISTA, A. L. B. ; RIBAS, P. R. F. – A metalografia colorida utilizada em análise microestrutural de materiais para estampagem empregados na indústria automobilística – São Paulo/SP-BR. ABM. 2001. :435-441. in: ABM 56. Belo Horizonte, MG. BR. 16-19 JUL.01. - editado em cdrom.
- 9 NASCIMENTO, I. A. ; BAPTISTA, A. L. B. – Estudo dos Estados Intragranulares de um Aço IF Laminado a Quente Via Metalografia Colorida - São Paulo/SP-BR. ABM. 2002. :2037-2045. in: ABM 57. São Paulo, SP. BR. 22-25 JUL.02. - editado em cdrom.
- 10 NASCIMENTO, I. A. ; BAPTISTA, A. L. B. - A Metalografia Colorida de Materiais Especiais - São Paulo/SP-BR. ABM. 2002. :2021-2027. in: ABM 57. São Paulo, SP. BR. 22-25 JUL.02. - editado em cdrom.
- 11 ASTM E – 3 - Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens , Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01 – 2010
- 12 ASTM E – 407 - Standard Practice for Microetching Metals and Alloys, Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01 – 2010
- 13 ASTM E – 883 - Metallographic Photomicrography, Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01 – 2010