

INSTITUTO FEDERAL DE SANTA CATARINA

RHAFANEL BEPLER

COMPARAÇÃO DA REVELAÇÃO ENTRE REAGENTES METALOGRAFICOS
MONOCROMÁTICOS E DE COLORAÇÃO NOS AÇOS
SAE 1045, 4140, 52100, 304 E 420

Jaraguá do Sul

Julho 2016

RHAFANEL BEPLER

COMPARAÇÃO DA REVELAÇÃO ENTRE REAGENTES METALGRÁFICOS
MONOCROMÁTICOS E DE COLORAÇÃO NOS AÇOS
SAE 1045, 4140, 52100, 304 E 420

Monografia apresentada ao
Curso Superior de
Tecnologia em Fabricação
Mecânica do Câmpus
Geraldo Werninghaus do
Instituto Federal de Santa
Catarina para a obtenção
do diploma de Tecnólogo

Orientador: Alexandre
Galiotto

Jaraguá do Sul

Julho 2016

B481c Beppler, Rhafael

Comparação da revelação entre reagentes metalográficos monocromáticos e de coloração nos aços SAE 1045, 4140, 52100, 304 e 420 / Rhafael Beppler ; orientador Alexandre Galiotto. – Jaraguá do Sul, SC, 2016.

65 f.

Monografia (Graduação) – Instituto Federal de Santa Catarina.
Curso Superior de Tecnologia em Fabricação Mecânica

Inclui bibliografia

1. Metalografia. 2. Reagentes. 3. Aço. I. Galiotto, Alexandre. III. Instituto Federal de Santa Catarina. Curso Superior de Tecnologia em Fabricação Mecânica. IV. Título.

CDD 620.1

Catalogado por: Karla Viviane Garcia Moraes – CRB14/1002

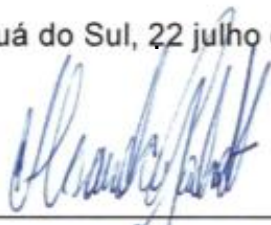
COMPARAÇÃO DA REVELAÇÃO ENTRE REAGENTES METALOGRAFICOS
MONOCROMÁTICOS E DE COLORAÇÃO NOS AÇOS

SAE 1045, 4140, 52100, 304 E 420

RHAFael BEPPLER


Este trabalho foi julgado adequado para obtenção do título de Tecnólogo e aprovado
na sua forma final pela comissão avaliadora
abaixo indicada.

Jaraguá do Sul, 22 julho de 2016.



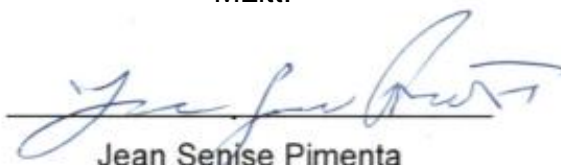
Alexandre Galiotto

Me. Eng.



Miriam Hennig

MLitt.



Jean Sepise Pimenta

Dr. Eng.



Fernando Henrique Gruber Colaço

Me. Eng.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente aos meus pais, Mauro Beppler e Silvia M. Z. Beppler pela sabedoria de jamais desistir dos meus sonhos e pela dedicação que sempre tiveram com meus estudos.

Agradeço ao apoio de minha família, em especial à minha irmã, Cristhine Beppler e ao meu cunhado Fabiano Cardoso pelo apoio e ajuda na revisão do presente trabalho e pela companhia nessa caminhada acadêmica.

Agradeço ao meu orientador, Alexandre Galiotto, que dispôs de seu tempo em minha orientação e pela amizade construída nos projetos de pesquisa.

Agradeço ao apoio de meus amigos Cléber J. Pedroso e Richard G. Borges os quais sempre estiveram presentes desde o primeiro semestre da graduação. Agradeço pelas risadas e companheirismo ao longo destes três anos e meio. Agradeço a todos os demais que passaram pela minha experiência acadêmica.

Agradeço aos meus professores de formação, em especial aos professores Marlon V. Fontanive e Fernando H. G. Colaço pela amizade e companheirismo.

E por fim, agradeço ao IFSC pelo apoio financeiro do projeto e pela formação de qualidade.

Quando se nasce pobre,
ser estudioso é o maior ato de liberdade contra o sistema.

(Autor desconhecido)

RESUMO

A metalografia é um ensaio empregado na caracterização e estudo da microestrutura dos metais, sendo a técnica mais utilizada para esse fim. Dentre os metais que podem ser analisados, estão aços, ferros fundidos e ligas não ferrosas. Neste trabalho foram selecionadas cinco ligas de aço mais utilizadas na indústria. Entende-se aço como sendo uma liga metálica contendo ferro e carbono em sua composição, além de outros elementos químicos, responsáveis por alterar as suas propriedades físico-químicas e mecânicas. Em função da composição química, os aços podem ser classificados em diferentes séries. Além de propriedades macroscópicas, a composição química pode alterar a microestrutura do material e a técnica metalográfica é a ferramenta para esta análise. Para isso, a superfície analisada deve ser condicionada, tornando-a reflexiva à luz. O emprego dos reagentes metalográficos é importante para a revelação da microestrutura, já que esses se baseiam na corrosão localizada e seletiva de regiões ou fases. Dependendo do objetivo ou das fases a serem reveladas, existem reagentes metalográficos específicos para cada uma dessas finalidades. Dessa maneira, neste trabalho foi realizada a comparação e análises metalográficas utilizando diferentes reagentes em cinco classes de aços. Os resultados comprovam e evidenciam que a correta seleção dos reagentes empregados é importante para a revelação do que se deseja observar na microestrutura. Também merece destaque o emprego dos reagentes de coloração, técnica considerada dificultosa para laboratórios de instituições e os resultados gerados por ela, possibilitando uma nova perspectiva sobre o ensaio e aumentando sua aplicação na metalografia.

Palavras-Chave: Metalografia. Reagentes. Aço.

ABSTRACT

The metallography is an essay used in the characterization and study of the microstructure of metals and the most widely used technique for this purpose. Among the metals that can be analyzed, are steel, cast iron and non-ferrous alloys. In this work we selected five steel alloys commonly used in industry. It is understood as a steel alloy containing iron and carbon in its composition and other chemicals, responsible for changing its physico-chemical and mechanical properties. Depending on the chemical composition of the steel can be classified into different sets. In addition to macroscopic properties, the chemical composition can alter the microstructure of the material and the metallographic technique is the tool for this analysis. For this, the analyzed surface must be conditioned, making it reflective to light. The use of metallographic etchants is important to reveal the microstructure, since these are based on localized corrosion and selective regions or phases. Depending on the purpose or phases to be revealed, there metallographic specific etchants for each of these purposes. Thus, this study was performed to compare and metallographic analyzes using different etchants into five classes steels. The results prove and show that the correct selection of employees etchants is important for the revelation of what you wish to observe the microstructure. Also highlighted the use of staining etchants, technical institutions considered troublesome for laboratories and the results generated by it, providing a new perspective on the test and increasing its application in metallography.

Keywords: Metallography. Etchants. Steel.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases Fe-C e as principais formações.....	16
Figura 2 – Aço SAE 1045 atacado com nital 2%. Ampliação de 1000X	17
Figura 3 - Micrografia de aço SAE 4140	19
Figura 4 - Micrografia do aço SAE 52100. Destaque para os carbonetos. Atacado com picral 5%, ampliação de 1000X	19
Figura 5 - Micrografia do aço SAE 304. Os grãos austeníticos são revelados. Atacado com ácido oxálico.....	20
Figura 6 - Micrografia do aço SAE 420. Matriz ferrítica e carbonetos dispersos. Atacado com reagente de Vilella, ampliação de 1000X	21
Figura 7- Metalografia de aço SAE 1040 atacado com picral.....	24
Figura 8 - Metalografia de uma junta soldada de aço carbono atacado com reagente Klemm's.....	26
Figura 9 - Aço SAE 1045 atacado com nital 2% e aquecido a 360 °C durante 30 min. 1000X.....	27
Figura 10 - Micrografia do aço SAE 1010. Grãos ferríticos	28
Figura 11 - Revelação da perlita formada por ferrita com coloração branca e cementita com coloração escura. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura.....	29
Figura 12 - Grãos austeníticos revelados em aço baixo carbono.....	29
Figura 13 - Martensita revelada em aço SAE 4118 temperado, ampliação de 1000X	30
Figura 14 - Grãos austeníticos de aço SAE 203	31
Figura 15 - Fluxograma das etapas realizadas	35
Figura 16 - Corte da barra no equipamento eletroerosão a fio.....	36
Figura 17 - Amostras do aço SAE 4140 seccionadas com espessura de 4mm	36
Figura 18 - Preparação dos moldes com as amostras identificadas	37
Figura 19. Amostras embutidas extraídas das formas.	38
Figura 20 - Sentido de rotação das amostras na troca de lixa.....	38
Figura 21 - À esquerda – amostra bruta, à direita – amostra lixada (grana 600)	39
Figura 22 - À esquerda – amostra polida, à direita – amostra lixada	40
Figura 23 - Produtos utilizados nos reagentes e alguns frascos utilizados para o	

ataque químico.....	41
Figura 24 - Microscópio metalográfico utilizado	42
Figura 25 - Micrografias do aço SAE 1045 atacado com a) nital 2% e b) picral 2%, ampliação de 1000X.....	44
Figura 26 - Micrografias do aço SAE 1045 atacado com a) reagente de Beraha com cloreto de cádmio e b) com Beraha 0, ampliação de 1000X	45
Figura 27 - Micrografias do aço SAE 1045 atacado com a) reagente de Klemm I e b) com cloreto férrico, ampliação de 1000X	46
Figura 28 - Micrografias do aço SAE 4140, atacado com a) nital 2% e b) picral 2%, ampliação de 1000X.....	47
Figura 29 - Micrografias do aço SAE 4140, atacado com a) reagente de Fry e b) reagente de Beraha com cloreto de cádmio, ampliação de 1000X	48
Figura 30. Micrografias do aço SAE 4140, atacado com a) reagente de Adler e b) reagente de cloreto férrico, ampliação de 1000X.	49
Figura 31 - Micrografias do aço SAE 52100, atacado com a) nital 2% e b) picral 2%, ampliação de 1000X.....	50
Figura 32 - Micrografias do aço SAE 52100, atacado com a) reagente de Fry e b) reagente de Beraha 0, ampliação de 1000X	51
Figura 33 - Micrografias do aço SAE 52100, atacado com a) reagente de Klemm I e b) reagente de cloreto férrico, ampliação de 1000X.....	52
Figura 34 - Micrografias do aço SAE 304, atacado com a) ácido oxálico e b) glicerina e água régia, ampliação de 400X.....	53
Figura 35 - Micrografias do aço SAE 304, atacado com a) HCl e b) reagente de Vilella, ampliação de 1000X	54
Figura 36 - Micrografias do aço SAE 304, atacado com a) NaOH e b) reagente de Ralph, ampliação de 1000X	55
Figura 37 - Micrografias do aço SAE 420 atacado com a) ácido oxálico e b) glicerina e água régia, ampliação de 400X.....	56
Figura 38 - Micrografias do aço SAE 420 atacado com a) reagente de Vilella e b) reagente de Marble, ampliação de 400X.....	57

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Å – Angstrom

ANSI – American National Standards Institute

ASTM – American Society For Testing And Materials

CCC – Estrutura Cúbica De Corpo Centrado

CFC – Estrutura Cúbica De Face Centrada

DIN – Deutsches Institut Für Normung

PVC – Policloreto De Vinila

SAE – Society Of Automotive Engineers

TCC – Estrutura Tetragonal De Corpo Centrado

UNS – Unified Numbering System

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
1.1	Questão central de pesquisa	14
1.1	Objetivos	14
1.1.1	Objetivo geral	14
1.1.2	Objetivos específicos.....	14
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
2.1	Aços.....	15
2.1.1	Aços carbono.....	17
2.1.1.1	<i>SAE 1045</i>	<i>17</i>
2.1.2	Aços ligados	18
2.1.2.1	<i>SAE 4140</i>	<i>18</i>
2.1.2.2	<i>SAE 52100</i>	<i>19</i>
2.1.2.3	<i>SAE 304</i>	<i>20</i>
2.1.2.4	<i>SAE 420</i>	<i>20</i>
2.2	Metalografia	21
2.2.1	Microscopia óptica.....	22
2.3	Reagentes	23
2.3.1	Reagentes monocromáticos (clássicos)	23
2.3.2	Reagentes de coloração.....	24
2.3.2.1	<i>Anodização.....</i>	<i>25</i>
2.3.2.2	<i>Filmes de interferência</i>	<i>25</i>
2.3.2.3	<i>Produção de coloração ao aquecimento</i>	<i>26</i>
2.3.2.4	<i>Deposição de filme por vapor.....</i>	<i>27</i>
2.3.3	Importância dos tipos de reagentes	27
2.3.3.1	<i>Revelação da fase ferrita.....</i>	<i>27</i>
2.3.3.2	<i>Revelação da fase perlita</i>	<i>28</i>
2.3.3.3	<i>Revelação da austenita</i>	<i>29</i>
2.3.3.4	<i>Revelação da martensita.....</i>	<i>30</i>
2.3.3.5	<i>Revelação nos aços inoxidáveis</i>	<i>30</i>
2.3.3.6	<i>Revelação com presença de elementos de liga</i>	<i>31</i>
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
3.1	Materiais.....	33

3.2	Métodos.....	34
3.2.1	Corte e extração das amostras	35
3.2.2	Embutimento	37
3.2.3	Lixamento e polimento das amostras	38
3.2.4	Ataque químico com os reagentes selecionados	40
3.2.5	Microscopia óptica.....	41
4	ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	43
4.1	SAE 1045	43
4.2	SAE 4140	46
4.3	SAE 52100	49
4.4	SAE 304	52
4.5	SAE 420	55
4.6	Síntese dos Resultados	57
5	CONCLUSÃO	58
	REFERÊNCIAS.....	60
	ANEXO A – Composição química dos aços	64
	ANEXO B – Reagentes utilizados e suas revelações	65

1 INTRODUÇÃO

A metalografia, ensaio normatizado pela norma ASTM E407-99, é a ciência que estuda e caracteriza o comportamento microestrutural e elementos constituintes dos metais, ligas e outros materiais. Apresenta-se como a mais importante técnica de análise microestrutural dos metais, sendo possível definir as fases e a orientação cristalográfica dos grãos presentes (HANDBOOK, 2004).

A metalografia não se restringe apenas ao controle de qualidade, mas também é um instrumento de pesquisa e desenvolvimento de novos materiais, sendo uma técnica de fácil utilização, simples e rápida, que permite a análise ampla do material estudado (PADILHA; ANDRADE FILHO, 2004).

Na metalografia, utilizam-se reagentes para o ataque da superfície a ser analisada. Esses reagentes têm por finalidade a corrosão localizada de certas fases do material ou a diferença de potencial de regiões da superfície (VANDER VOORT, 1984). Há diferentes tipos e técnicas de aplicação dos reagentes metalográficos, sendo que, dependendo do reagente utilizado, a revelação da microestrutura do material pode sofrer modificações.

Existem diversos materiais nos quais a metalografia é utilizada, entre eles está o aço. Definido como uma liga ferro-carbono que contém entre 0,008% e 2,11% em peso de carbono presente em sua composição, os aços podem ser classificados em dois grandes grupos: aços carbono e aços ligados (CHIAVERINI, 1998). Conforme a disposição dos elementos químicos na microestrutura do material, pode haver incidência de modificação de fases e/ou formação de fases diferentes, tais como os carbonetos, precipitações de C_xM_x , em que há a ligação química iônica de um elemento metálico ao carbono (LIMA; FERRARESI, 2009).

Diante da diversidade de aços e reagentes metalográficos disponíveis, bem como no conhecimento de que a aplicação dos reagentes pode modificar a revelação da microestrutura, surge a necessidade de se estudar e compreender o efeito dos diferentes reagentes metalográficos em alguns aços. Propõe-se no presente estudo, a utilização de diferentes reagentes metalográficos na revelação da microestrutura dos aços SAE 1045, 4140, 52100, 304 e 420, comparando-se as micrografias e a revelação obtida em cada reagente.

1.1 Questão central de pesquisa

A metalografia é um dos principais ensaios utilizados para a caracterização de materiais metálicos. Para sua realização uma série de cuidados devem ser tomados, desde o corte das amostras, lixamento, polimento e a seleção do reagente químico empregado. Entretanto, são diversos os tipos de reagentes que podem ser utilizados. Surge então a questão central de pesquisa: qual a importância da correta seleção do reagente metalográfico e qual sua influência na revelação do aço analisado levando em consideração os elementos de liga presentes no material?

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo geral

Realizar o emprego de diferentes reagentes metalográficos na revelação da microestrutura dos aços SAE 1045, 4140, 52100, 304 e 420 e comparar os resultados obtidos.

1.2.2 Objetivos específicos

- * Atacar os diferentes aços com os reagentes selecionados;
- * Revelar diferentes microestruturas do material;
- * Comparar os resultados obtidos;
- * Verificar o efeito do ataque químico de reagentes monocromáticos e de coloração;

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Para o entendimento do ensaio metalográfico, faz-se uma breve revisão dos conceitos dos materiais e métodos utilizados, definindo a metalografia, aços e reagentes metalográficos e as principais inovações e descobertas que os estudos trazem sobre o assunto.

2.1 Aços

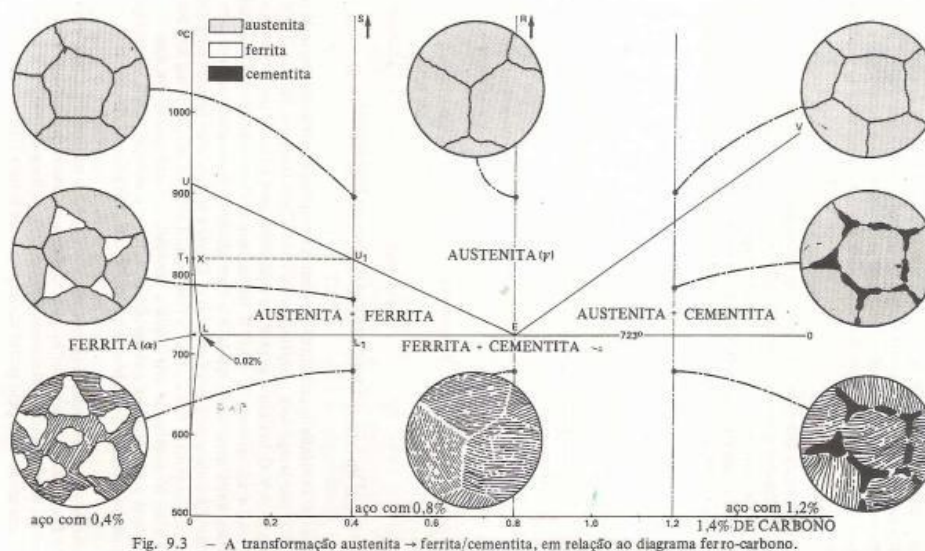
Aço é uma liga ferro-carbono que contém entre 0,008% e 2,11% em peso de carbono presente em sua composição, além de outros elementos residuais (CHIAVERINI, 1998). As principais fases e microconstituintes, aqui também chamados de fases, presentes no aço são ferrita, cementita, austenita, perlita e bainita e martensita. Essas fases necessitam de condições especiais de tempo, composição e temperatura para se formarem, conforme Callister (2002).

A Figura 1 mostra o diagrama de fases do sistema ferro-carbono, onde a ferrita é identificada com coloração branca, austenita com coloração cinza e cementita com coloração escura. O ferro puro assume duas mudanças cristalinas no aquecimento da liga antes da fusão. A primeira ocorre em temperatura estável, denominada ferrita, com estrutura cristalina CCC, enquanto a segunda, denominada austenita, assume estrutura cristalina CFC quando atinge a temperatura de 912 °C, sendo essa a fase polimórfica da ferrita. Ao ser adicionado carbono na liga metálica, outras fases se formam, entre elas a cementita, que apresenta diluição máxima de 6,70% em peso de carbono. Essas são as três fases do diagrama ferro-carbono, responsáveis pela formação das demais fases, *Ibidem*.

Estas outras fases, perlita, bainita e martensita são provenientes do processo de resfriamento da liga metálica. Sendo que a perlita é a combinação de lamelas de ferrita e cementita, quando a liga é resfriada lentamente. Já as outras duas fases são obtidas ao resfriar a liga rapidamente, onde a bainita é composta de ferrita e cementita, semelhante a perlita, entretanto apresenta matriz ferrítica com partículas alongadas de cementita dispersa. Apresenta-se geralmente em placas ou agulhas, as quais são tão finas que não podem ser observadas em microscópio óptico. A região que circunda as agulhas é a martensita, sendo essa uma estrutura monofásica de não equilíbrio resultante da não difusão do carbono. Sua formação é

competitiva com a da perlita e bainita, ocorrendo quando a liga é resfriada bruscamente, sem que ocorra a difusão do carbono e a consequente formação de ferrita e cementita, *Ibidem*.

Figura 1 - Diagrama de fases Fe-C e as principais formações



Fonte: Adaptado de van Vlack (1970)

Os aços podem ser classificados em dois grandes grupos: aços carbono, que apresentam matriz ferrítica com a presença de carbono e elementos residuais provenientes do processo de fabricação, e os aços ligados, os quais correspondem aos aços que contêm, além de ferro e carbono, elementos de liga responsáveis por alterar as características mecânicas e microestruturais de cada liga (CHIAVERINI, 1998).

Devido a problemas industriais, houve a necessidade de normatizar esses aços, atribuindo-lhes limites mínimos e máximos de composição percentual em peso dos elementos presentes (SILVA; MEI, 2010). Existem diversas normas que classificam e organizam os aços carbono e ligados, tais como ANSI, DIN, UNS e SAE, cada qual com sua respectiva nomenclatura e organização (CALLISTER, 2002). As principais normas, pertencentes ao sistema SAE, responsáveis por classificar os aços carbono e ligados são, respectivamente, SAE J403: 2000 e SAE J404: 1994. A norma brasileira que classifica os aços é a NBR NM ISO 4948-1: 2000, porém está baseada nas normas internacionais e sua classificação não é completa.

2.1.1 Aços carbono

Os aços carbono podem ser subdivididos em três subgrupos:

* aços baixo teor de carbono com limite inferior a 0,2% em peso, também conhecidos como “aço doce”;

* aços médio teor de carbono com limites entre 0,2% e 0,5% em peso;

* aços com alto teor de carbono com limite acima de 0,5% em peso.

São classificados em séries conforme a norma SAE J403: 2000, sendo que os dois primeiros numerais informam o grupo ao qual o aço pertence e os dois últimos referem-se à porcentagem em peso de carbono (CHIAVERINI, 1998).

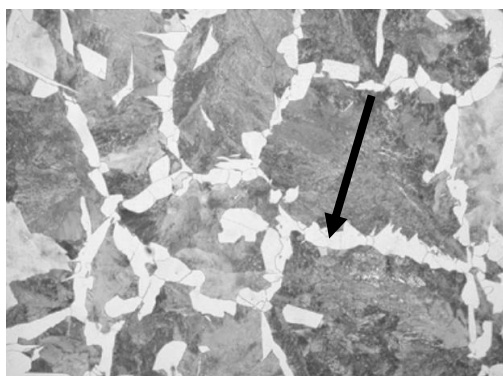
A seguir é apresentado o aço utilizado neste trabalho.

2.1.1.1 SAE 1045

O aço SAE 1045 é um aço médio teor de carbono, caracterizado como aço de construção mecânica (CHIAVERINI, 1998), com microestrutura formada por perlita e ferrita. Apresenta boa resposta ao tratamento térmico, principal método de controle da resistência mecânica. Apresenta em sua composição cinco elementos químicos além do ferro, sendo o carbono o principal deles. Também são encontrados sulfetos de manganês, responsáveis pela melhora na usinabilidade do aço (SOUZA, 1989).

Geralmente é utilizado como fornecido, tendo como principais aplicações a construção de eixos de bombas, de ventiladores e de motores elétricos onde são passíveis de desgaste por corrosão (AZEVEDO, 2002). Na Figura 2 pode ser vista a microestrutura característica do aço SAE 1045. É possível observar os grãos de ferrita (coloração branca indicada pela seta) e grãos de perlita (coloração escura).

Figura 2 – Aço SAE 1045 atacado com nital 2%. Ampliação de 1000X



Fonte: Azevedo (2002 p. 33)

2.1.2 Aços ligados

Os aços ligados podem ser subdivididos em três subgrupos:

* aços com baixo teor de liga: limites de elementos de liga abaixo de 5% em peso;

* aços com médio teor de liga: limites de elementos de liga entre 5% e 10% em peso.

* aços com alto teor de liga: limites de elementos de liga acima de 10% em peso.

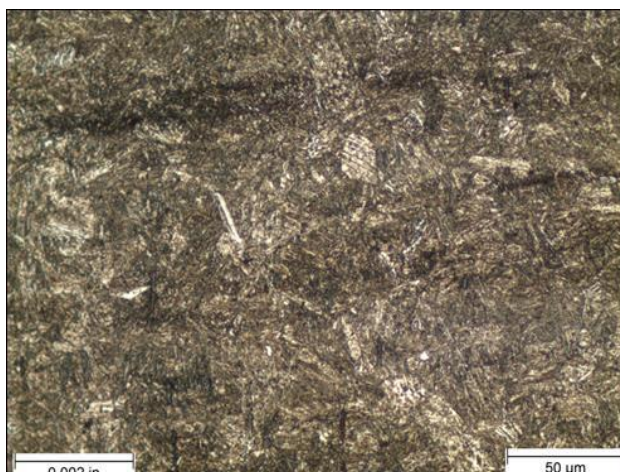
São classificados segundo a norma SAE J404: 1994, sendo que os dois primeiros dígitos informam o grupo a qual o aço pertence e os dois últimos indicam o teor de carbono presente (CHIAVERINI, 1998). Os elementos residuais continuam presentes com teores limitados segundo a norma.

2.1.2.1 SAE 4140

O aço SAE 4140 pertence à classe dos aços ao molibdênio e cromo, elementos estes com a propriedade de aumentar a temperabilidade do aço, aumento da temperatura de recristalização da ferrita trabalhada a frio e controle de propagação de trincas. Também são elementos formadores de carbonetos, responsáveis pelo aumento de resistência e dureza (SOUZA, 1989). Na Figura 3 é observada a microestrutura do aço SAE 4140 atacado com nital 5%, sendo possível observar a matriz ferrítica acicular e perlita esboroada na matriz (OCEL; PROVINES, 2015).

Apresenta má soldabilidade, porém excelente temperabilidade e boa ductilidade o que torna sua aplicação na construção mecânica muito utilizada. Geralmente empregado na construção de automóveis, equipamentos para indústria petrolífera e indústria bélica (RASMA, 2015).

Figura 3 - Micrografia de aço SAE 4140



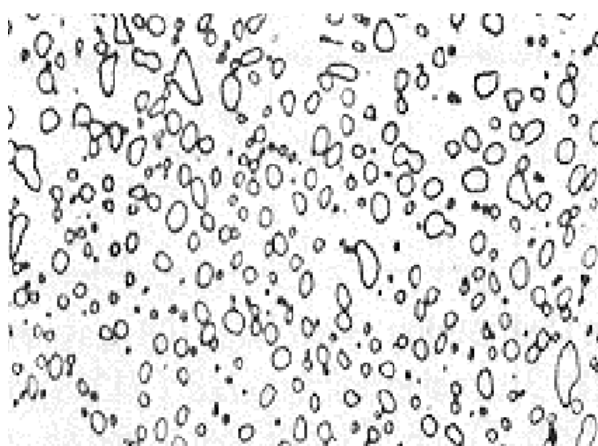
Fonte: Ocel; Provines (2015, p. 63)

2.1.2.2 SAE 52100

O aço SAE 52100 pertence à classe dos aços com cromo, responsável por conferir ao aço boa temperabilidade e resistência à corrosão (SOUZA, 1989). Com seu elevado teor de carbono, apresenta matriz perlítica com a precipitação de carbonetos de cromo, responsável por conferir dureza e resistência mecânica ao aço (CHIAVERINI, 1998) conforme observado na Figura 4.

Trata-se de um aço amplamente utilizado na fabricação de rolamentos e na indústria automotiva na condição temperado e revenido. Também é utilizado na fabricação de roletes e guia e rolos de endireitadoras de barras laminadoras (MARCOMINI; GOLDENSTEIN, 2012).

Figura 4 - Micrografia do aço SAE 52100. Destaque para os carbonetos. Atacado com picral 5%, ampliação de 1000X

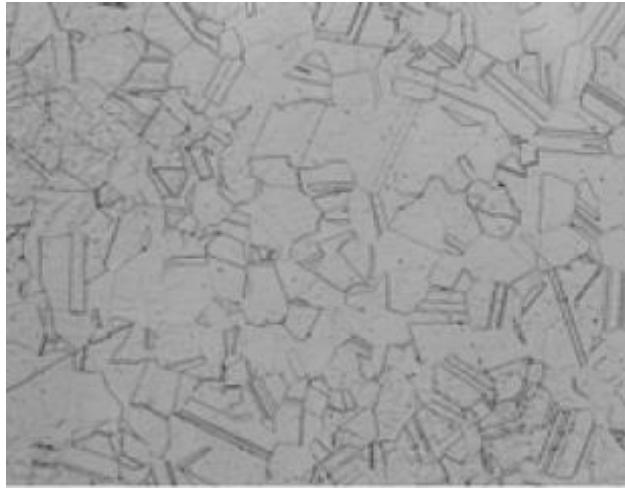


Fonte: Rajendiran (2013 p.10)

2.1.2.3 SAE 304

O aço SAE 304 pertence à classe dos aços austeníticos com presença de cromo e níquel em sua composição, responsável por conferir ao aço excelente resistência a corrosão. São classificados como austeníticos pelo fato de apresentarem em sua microestrutura grãos austeníticos estabilizados pela presença de níquel e carbono, observados na Figura 5. Estes aços não são temperáveis, podendo apresentar estrutura martensítica se deformados a frio (SOUZA, 1989).

Figura 5 - Micrografia do aço SAE 304. Os grãos austeníticos são revelados. Atacado com ácido oxálico



Fonte: Handbook (2004 p. 1623)

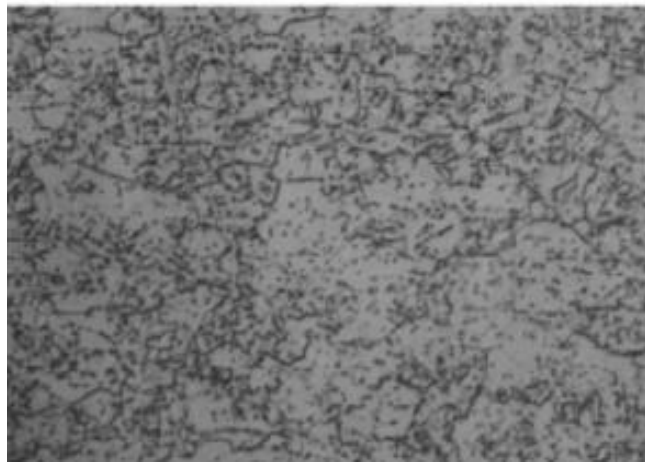
Os aços inoxidáveis austeníticos são extensamente empregados em indústria química, farmacêutica, alimentar e nuclear, destacando-se o aço SAE 304, pela estabilidade térmica, não ser ferromagnético, ductilidade e resistência a corrosão superior aos demais (CUBAKOVIC, 2000).

2.1.2.4 SAE 420

O aço SAE 420 pertence à classe dos aços inoxidáveis martensíticos, com alto teor de cromo na microestrutura, responsável por conferir ao aço resistência a corrosão, porém menor que os aços inoxidáveis austeníticos. Estes aços apresentam excelente resposta à têmpera, o que torna sua aplicação em condições que requer esforço mecânico e resistência mecânica muito utilizada. Devido a essas propriedades, o aço SAE 420 é utilizado em aplicações de cutelaria e moldes para injeção de polímeros (SOUZA, 1989).

Fornecido em estado recozido, apresenta matriz ferrítica com carbonetos dispersos, com dureza baixa, permitindo a usinagem e tratamento térmico posterior (PINEDO, 2004), possibilitando a obtenção de matriz martensítica e alta dureza. Na Figura 6 é observada a micrografia do aço SAE 420 em estado recozido, sendo possível observar a dispersão dos carbonetos na matriz ferrítica. Também são observados os contornos de grão da ferrita, identificados pelas “linhas” pretas (HANDBOOK, 2004).

Figura 6 - Micrografia do aço SAE 420. Matriz ferrítica e carbonetos dispersos. Atacado com reagente de Vilella, ampliação de 1000X



Fonte: Handbook (2004 p. 1636)

2.2 Metalografia

A metalografia é a ciência que estuda e caracteriza a microestrutura dos materiais. Tal técnica é utilizada com a aplicação de microscopia. Basicamente, existem três tipos de microscopia que são utilizadas com grande extensão na engenharia de materiais, denominadas microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão (HANDBOOK, 2004). As suas grandezas de resolução são apresentadas na Tabela 1. Dentre os tipos, a microscopia óptica é a mais utilizada na metalografia.

Tabela 1 - Resolução média das três principais técnicas de microscopia usadas na engenharia de materiais

Técnica	Resolução (Å)
Microscopia óptica (reflexão e transmissão)	3000
Microscopia eletrônica de varredura	200
Microscopia eletrônica de transmissão:	
a) réplicas	50
b) lâmina fina	3

Fonte: Hornbogen (1971), adaptado pelo autor (2016)

2.2.1 Microscopia óptica

A microscopia óptica se divide em dois tipos: de reflexão e de transmissão. Para a análise de metais, como sua penetração pelo feixe de luz é muito pequena, a microscopia de reflexão é a utilizada. Conforme Colpaert (2008) descreve, tal emprego designa-se pelo fato de ao incidir luz sob a superfície de uma amostra metálica, essa luz é refletida ao observador.

A resolução do equipamento é definida pelo comprimento de onda da luz incidida, que nesse caso é a luz visível, com comprimento que varia entre 4000 a 8000 Å. A atenção deve ser mantida para não confundir resolução com ampliação. A resolução define a menor distância entre dois pontos que pode ser medida e é nitidamente visível e enquanto que a ampliação é o aumento da imagem observada (PADILHA; ANDRADE FILHO, 2004).

A microscopia óptica pode ser aplicada com luz branca (campo claro) e luz polarizada. Quando submetida à luz polarizada, caso o material da amostra seja opticamente anisotrópico, cada grão do material aparece com uma determinada cor para uma dada posição da platina rotativa. Tal comportamento ocorre devido ao fato das propriedades ópticas do material mudarem conforme suas direções cristalográficas provenientes da anisotropia. Nos metais, esse comportamento não é observado devido a sua estrutura cristalina cúbica. Para obter superfícies opticamente coloridas em metais é necessário o ataque da superfície do material com reagente específico ou através da deposição de uma película anisotrópica de um reagente que apresente uma relação de orientação com o material-base, viabilizando sua observação por meio da luz polarizada, Ibidem.

2.3 Reagentes

Na metalografia, utilizam-se reagentes para o ataque da superfície a ser analisada (VANDER VOORT, 1984). Tais reagentes, para serem aplicados, necessitam de uma superfície plana, polida e reflexiva da amostra para garantirem o resultado desejado e total revelação do que se deseja observar (HANDBOOK, 2004). Segundo Colpaert (2008), antes de iniciar o ataque químico da superfície, deve-se selecionar o reagente a ser empregado, respeitando as normas de segurança durante o trabalho e os cuidados com o meio ambiente pela toxicidade dos produtos químicos.

Na metalografia, existem basicamente duas formas de revelação. A primeira, muito mais usada e de fácil aplicação, é a metalografia monocromática ou clássica, sem a distinção de cores sob a superfície da amostra, apenas com a coloração natural observada. Já na segunda técnica, os resultados são difíceis de ser obtidos porque requerem cuidados e equipamentos especiais, por isso esta técnica é pouco utilizada na indústria. Trata-se da metalografia colorida onde, utilizando mecanismos como luz polarizada, pode revelar características que a metalografia clássica não permitiria verificar, *Ibidem*.

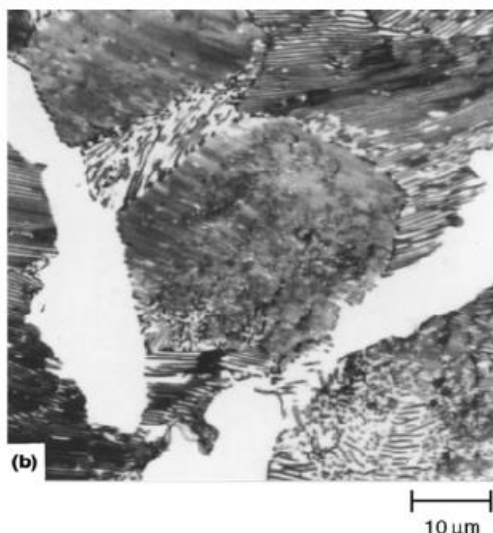
2.3.1 Reagentes monocromáticos (clássicos)

Desde o surgimento do estudo metalográfico, foi necessário o uso de reagentes químicos capaz de permitir ou facilitar a visualização da superfície do material, pois quando o material é polido, a luz reflete na sua superfície e chega ao olho humano sem distinção de cores ou texturas. Foi Henry Clifton Sorby quem conseguiu observar com distinção os grãos do aço analisado, usando como reagente o ácido nítrico diluído, seguindo os princípios do processo de decapagem, *Ibidem*.

Após tal descobrimento, o uso da metalografia começou a se intensificar com o surgimento de novos reagentes metalográficos. Porém, eles utilizavam o mesmo princípio da decapagem, ou seja, a remoção diferencial de material da superfície, tais como o uso de ácido pícrico ou os reagentes de Vilella, Murakami, etc (VANDER VOORT, 1984). Esses reagentes baseados na decapagem são considerados

clássicos e monocromáticos por apresentarem apenas o contraste entre a região corroída, a região escura do material e a região não corroída, a região clara, como pode ser observado na Figura 7.

Figura 7- Metalografia de aço SAE 1040 atacado com picral



Fonte: Handbook (2004, p.15)

Tais reagentes são classificados quanto à sua aplicação e revelação. Alguns apresentam maior afinidade com certos elementos da constituição do material. Por exemplo, o picral, mistura de ácido pícrico em álcool, apresenta grande afinidade e capacidade de corroer regiões ricas em carbono na superfície do material, além de melhorar com o tempo de revelação (BRAMFITT; BENSCOTTER, 2002). Já o nital apresenta grande afinidade por contornos de grão e deve haver cuidado com seu tempo de ataque, uma vez que escurece a superfície da amostra inviabilizando a distinção de fases (COLPAERT, 2008), isso é devido ao fato de que os átomos na região de transição entre os grãos, no caso o contorno de grão, tendem a se dissolver mais facilmente que os átomos que estão alinhados. Tal remoção faz com que essa falta de material não reflita a luz como no restante do material, formando uma linha visível ao microscópio (VAN VLACK, 1970).

2.3.2 Reagentes de coloração

Por ser uma técnica em crescente desenvolvimento e aplicação, a metalografia colorida exige alguns recursos que a metalografia clássica não requer como, por exemplo, a necessidade de reagentes especiais. A sua utilização e estudo

foram amplamente publicados nos últimos oitenta anos. A metalografia com coloração natural é utilizada em métodos clássicos, como mencionado em 2.3.1, porém suas revelações são limitadas.

A coloração pode ser criada por métodos especiais, tais como luz polarizada ou contraste de interferência diferencial, método que utiliza a diferença de altura entre os grãos analisados, sendo sua coloração muitas vezes apenas estética (HANDBOOK, 2004).

Alguns reagentes específicos foram desenvolvidos para uma lista limitada de metais. Esses reagentes, também chamados de condicionadores, são difíceis de serem utilizados e requerem amostras perfeitamente polidas e sem segregações ou inclusões na superfície (JIYANG, 2009) e geralmente são utilizados por meio de imersão da amostra no reagente ou por eletrodeposição sobre a superfície da amostra (HANDBOOK, 2004).

Há distintas técnicas possíveis de utilização desses condicionadores, as quais são diferenciadas pelo método de aplicação do reagente sobre a superfície do metal. Algumas técnicas, depois de aplicados os reagentes, requerem a adição de filtros sensibilizadores de coloração, conhecidos como disco lambda ou filtro vermelho de primeira ordem (VANDER VOORT, 2005).

As principais técnicas são brevemente apresentadas na sequência.

2.3.2.1 Anodização

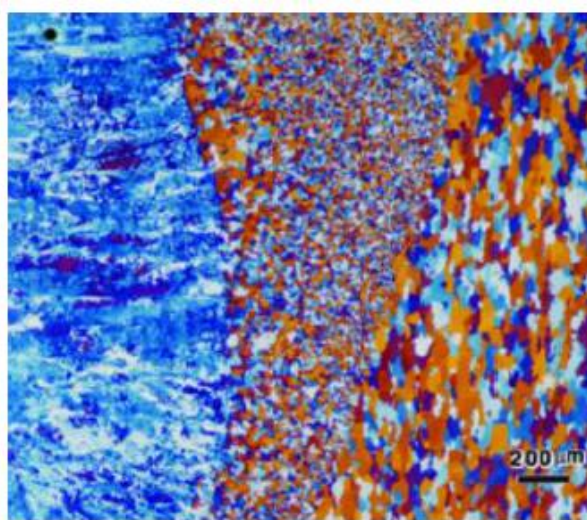
A anodização é uma técnica de corrosão da superfície do metal, formando uma camada de óxido. Para ser possível a observação colorida é necessária a adição de filtros sensibilizadores de coloração (VANDER VOORT, 2005). Essa técnica geralmente é muito aplicada em alumínio, nióbio, tântalo, titânio, entre outros. Os reagentes aplicados pertencem a classe dos reagentes desenvolvidos por Beraha, exclusivos para estes metais (HANDBOOK, 2004).

2.3.2.2 Filmes de interferência

O filme de interferência é um filme de reagente depositado na superfície do metal. A espessura óptica do filme varia entre 0,04 a 0,5 μm (PAULA, 1999). Tal filme depositado cria uma diferença de espessura conforme o tamanho, orientação e fase

do grão que se encontra abaixo do filme. Essa diferença de espessura é responsável por refletir a luz incidida sobre o metal. Como o filme está sobre o metal, a luz nele incidida é fragmentada e seu comprimento de onda é modificado, alterando assim a cor formada (JIYANG, 2009). Um dos reagentes mais empregado é o reagente de Klemm como observado na Figura 8, onde a região azulada é composta pela martensita proveniente do resfriamento rápido da solda (à esquerda) e as regiões de coloração avermelhada e alaranjada são os grãos de ferrita presentes. A mudança de coloração se deve ao tamanho de grão.

Figura 8 - Metalografia de uma junta soldada de aço carbono atacado com reagente Klemm's



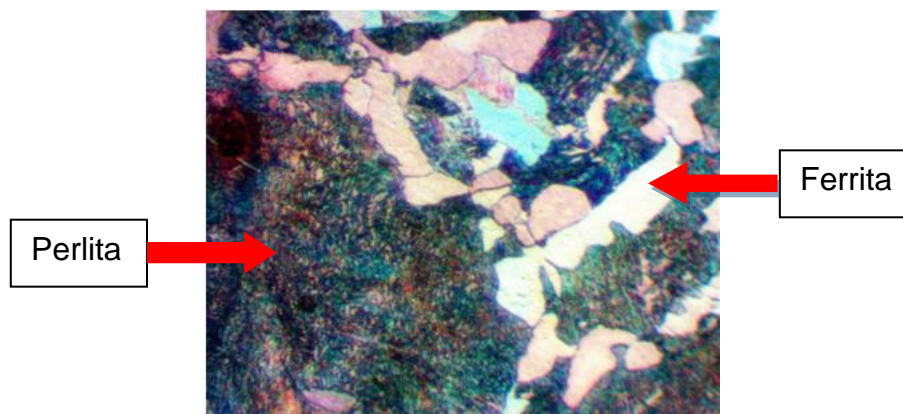
Fonte: Handbook (2004, p. 1242)

2.3.2.3 Produção de coloração ao aquecimento

A produção de coloração ao aquecimento é um método de produção da coloração através do aquecimento da amostra. Esse aquecimento em faixas de temperaturas distintas produz uma camada de óxido sobre a superfície do metal. Essa camada, como nos filmes de interferência, fragmenta a onda de luz e a reflete de volta, dando origem a colorações diferentes conforme o grão do material (HANDBOOK, 2004). Diferentes metais têm faixas de temperaturas distintas conforme sua dureza aumenta e a temperatura de oxidação também aumenta, ocasionando a oxidação diferencial nos grãos, já que esses apresentam durezas próprias (BEPPLER; GALIOTTO, 2015). Um exemplo pode ser observado na Figura 9. Trata-se de um aço SAE 1045 aquecido à temperatura de 360°C por 30 min ao ar (sem atmosfera protetiva), produzindo a coloração azulada nas regiões ricas em

carbono (lamelas da perlita) e rosada na fase ferrita, tanto no grão quanto na lamela da perlita.

Figura 9 - Aço SAE 1045 atacado com nital 2% e aquecido a 360 °C durante 30 min. 1000X



Fonte: Beppler e Galiotto (2015, p. 4)

2.3.2.4 Deposição de filme por vapor

O método consiste na deposição, em vácuo, de um filme dielétrico fino sobre a superfície do metal com alto índice de refração. Esse filme depositado torna a superfície mais sensível à penetração da luz, onde pequenas diferenças refletivas entre os grãos do material são destacadas, sendo possível observar a coloração formada (HANDBOOK, 2004).

2.3.3 Importância dos tipos de reagentes

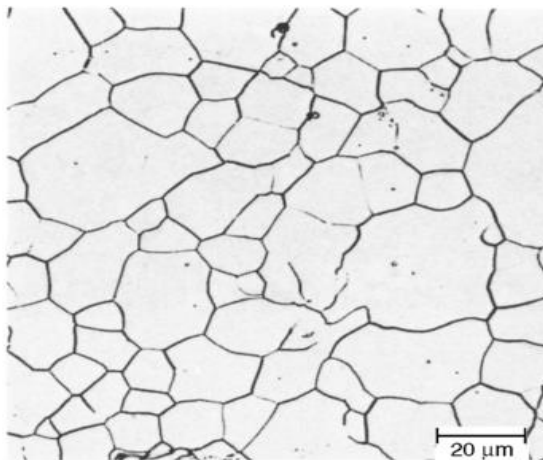
Os reagentes metalográficos são distintos entre si e com aplicações específicas. Para cada reagente existe uma seleção das indicações, levando em consideração principalmente as fases presentes no metal analisado e o modo de realização do ataque (esfregação, imersão ou eletrodeposição) (HANDBOOK, 2004). As principais indicações estão listadas a seguir.

2.3.3.1 Revelação da fase ferrita

A fase ferrita, ou ferro α , é a fase composta por ferro com teores menores que 0,005% de carbono, com estrutura cristalina CCC, sendo essa a fase estável do aço (CALLISTER, 2002). A ferrita é o principal constituinte do aço de baixo carbono e

apresenta baixa dureza, o que ocasiona facilmente deformações sobre a superfície quando submetido a esforços mecânicos, exigindo assim cuidados especiais na preparação metalográfica (HANDBOOK, 2004). Sua revelação pode ocorrer pelo ataque aos contornos de grão ou interface entre as fases, conforme a Figura 10, no emprego de nital ou pela corrosão do grão de ferrita, gerando diferença de relevo quando empregado o reagente Vilella. Entretanto, cada reagente apresenta sua revelação específica (VANDER VOORT, 1984). Os reagentes mais usados para revelar a fase ferrita são nital, Marshall, Vilella e Beraha (HANDBOOK, 2004).

Figura 10 - Micrografia do aço SAE 1010. Grãos ferríticos

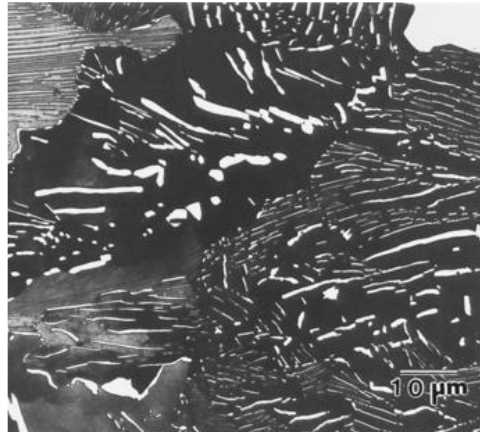


Fonte: Handbook (2004 p. 1386)

2.3.3.2 Revelação da fase perlita

A perlita é a fase presente em aços eutetóides lentamente resfriados, quando é possível observar lamelas alternadas de cementita (carboneto de ferro) e ferrita, (Figura 11) dando origem a colônias de mesma orientação nos grãos (CALLISTER, 2002). Geralmente são encontrados em aços com teor de carbono mais elevado, já que se constituem de um percentual mais elevado de carbono. Os principais reagentes indicados para revelação desta fase são picral, picrato de sódio alcalino, Marshall e Kleem (HANDBOOK, 2004).

Figura 11 - Revelação da perlita formada por ferrita com coloração branca e cementita com coloração escura. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura

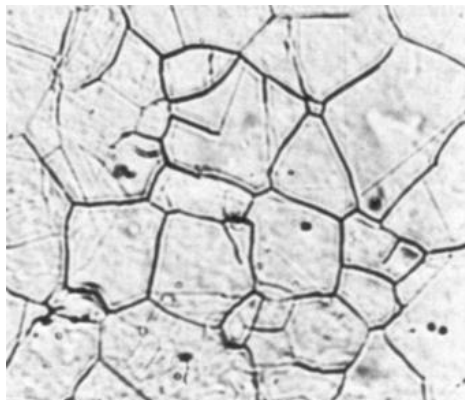


Fonte: Handbook (2004 p. 1422)

2.3.3.3 Revelação da austenita

A austenita, revelada na Figura 12, é a modificação da estrutura cristalina da ferrita, ou ferro γ , alterando de CCC para CFC quando aquecida a temperaturas superiores a 912°C (CALLISTER, 2002). Por ser modificada pela temperatura, ela retorna à condição de estabilidade quando perde energia, tornando-se assim, uma fase possível de se visualizar a temperaturas elevadas, o que dificulta a metalografia, exigindo microscópio com sistema de visualização resistente a altas temperaturas. Entretanto, alguns reagentes são capazes de revelar os grãos de austenita anteriores à transformação de fase, sendo eles reagente eletrolítico composto de ácido nítrico (60%) e água (40%), Vilella, picrato de sódio alcalino, Winstead modificado, saturado aquoso de ácido pícrico, ácido oxálico, metanol com ácido clorídrico, água régia e óxido crômico (HANDBOOK, 2004).

Figura 12 - Grãos austeníticos revelados em aço baixo carbono



Fonte: Handbook (2004 p. 866)

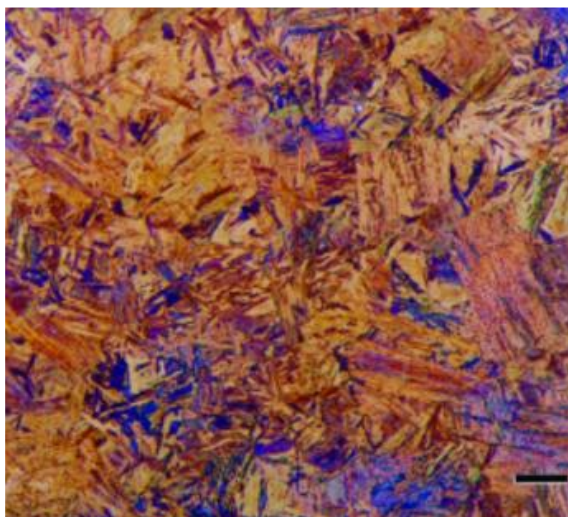
2.3.3.4 Revelação da martensita

A fase martensita, observada na Figura 13, é formada quando ligas ferro-carbono são resfriadas bruscamente até a temperatura ambiente. Trata-se de uma fase instável resultante da transformação não difusional da austenita, ou seja, quando não há tempo do carbono migrar da austenita, permanecendo retido, dando origem à estrutura cristalina TCC (CALLISTER, 2002).

Essa fase é obtida geralmente através do tratamento térmico de têmpera, que tem por objetivo o aumento de dureza e a resistência mecânica. Tal tratamento térmico geralmente é realizado em aços com teor de carbono elevado, aumentando a dureza e facilitando o processo de têmpera (COLPAERT, 2008).

Para a realização da metalografia, alguns cuidados devem ser tomados já que as “ripas” martensita são difíceis de serem observadas em microscópio metalográfico comum, sendo observada toda a região característica de martensita. Os reagentes geralmente empregados para revelação são nital, picral, metabissulfito de sódio, Marshall, Fry, Vilella e Kalling.

Figura 13 - Martensita revelada em aço SAE 4118 temperado, ampliação de 1000X



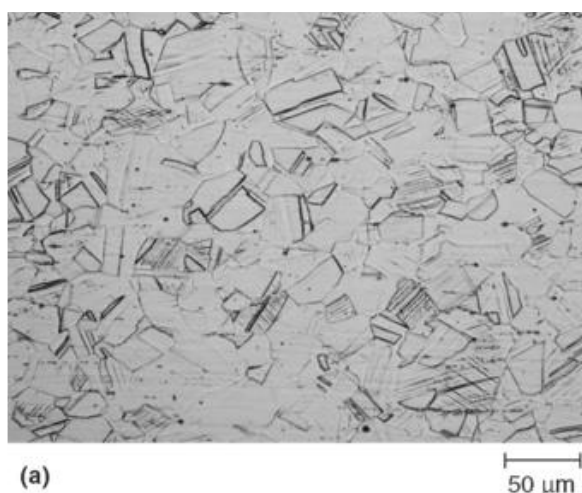
Fonte: Handbook (2004 p. 1253)

2.3.3.5 Revelação nos aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis compreendem uma seleção de séries que contêm, no mínimo, 11% em peso de cromo presente em sua composição (CHIAVERINI, 1998),

e outros elementos de liga. São altamente resistentes à corrosão em diferentes ambientes, sendo divididos principalmente em três séries diferentes: Austeníticos, Martensíticos e Ferríticos (CALLISTER, 2002). O processo de preparação é semelhante aos aços carbono, entretanto, deve-se ter cuidado especial com alguns deles. Os aços inoxidáveis austeníticos apresentam alta endurecibilidade podendo, na preparação, ocorrer o encruamento superficial ou problemas de microestrutura. Já os martensíticos, por serem tratáveis termicamente, podem apresentar carbonetos de cromo presentes na microestrutura, dificultando o polimento da superfície. O ataque químico, geralmente, é realizado eletroliticamente, já que se trata de material com alta resistência à corrosão (princípio básico do ataque químico). Os principais reagentes empregados são listados a seguir: ácido oxálico, água régia, metanol com ácido clorídrico, óxido crômico, glicerégia, Kalling, Murakami, Fry, Vilella, hidróxido de sódio, Lichtenegger e hidróxido de potássio (HANDBOOK, 2004). Na Figura 14 é observada a revelação dos grãos austeníticos do aço inoxidável SAE 203.

Figura 14 - Grãos austeníticos de aço SAE 203



Fonte: Handbook (2004 p. 1621)

2.3.3.6 Revelação com presença de elementos de liga

A presença dos elementos de liga nos aços altera as fases e constituintes presentes em equilíbrio, bem como a velocidade com que essas fases se formam (SILVA E MEI, 2010). A norma SAE J404: 1994 estabelece as principais séries de aços ligados, onde cada elemento de liga presente na composição apresenta comportamento específico sobre uma determinada fase do material.

Elementos estabilizadores da austenita tendem a aumentar a faixa de temperatura na qual a austenita é estável, tais como níquel, silício, berílio, fósforo, entre outros. Já os elementos estabilizadores da ferrita podem retardar a nucleação quanto ao crescimento dos grãos como, por exemplo, nióbio, vanádio e titânio. Na estabilização da perlita, os elementos agem com o mesmo princípio da ferrita, atrasando a nucleação e o crescimento de grão. Esse atraso na formação da perlita e ferrita favorece a temperabilidade, acarretando aumento na martensita presente, podendo ocorrer de três maneiras: alterando o início e fim da transformação martensítica, a temperabilidade e elevando a dureza (SILVA; MEI, 2010).

Os cuidados na preparação da amostra devem obedecer aos mesmos princípios dos aços carbono. Entretanto, deve-se cuidar com a presença de carbonetos e dureza do material, o que pode ocasionar encruamento superficial ou riscos. Os reagentes comuns mais empregados são os mesmos dos aços carbono. Porém, deve-se tomar cuidado na análise metalográfica, já que existem outros elementos presentes na microestrutura do material (HANDBOOK, 2004).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão descritos os materiais empregados no desenvolvimento desse trabalho bem como os métodos utilizados para a obtenção das amostras, preparação metalográfica e obtenção das imagens metalográficas.

Somente o corte das barras de aços foram realizadas no laboratório de eletroerosão, os demais processos foram realizados no laboratório de ensaios dos materiais. Ambos os laboratórios são do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Santa Catarina – Câmpus Jaraguá do Sul – Geraldo Werninghaus.

3.1 Materiais

Foram selecionados os principais aços comerciais no mercado, procurando-se séries diferentes, sendo adquiridos cinco diferentes aços, os mais utilizados comercialmente. A Tabela 2 apresenta a relação dos aços utilizados e suas respectivas dimensões. As composições químicas esperadas são apresentadas no Anexo A.

Tabela 2. Aços brutos utilizados para a obtenção de amostras.

Tipos de aço	Diâmetro (mm)	Comprimento (mm)
SAE 1045	30,3	150
SAE 4140	25,4	150
SAE 52100	22,3	150
SAE 304	25,4	150
SAE 420	25,4	150

Fonte: O autor (2016)

Após consulta bibliográfica e a análise de possibilidade de utilização e compra dos componentes químicos constituintes, foram selecionados os reagentes empregados no estudo. A Tabela 3 apresenta os reagentes, o método de aplicação e indicação de uso. As revelações que cada reagente apresenta estão listadas no anexo B.

Tabela 3. Reagentes utilizados, métodos de aplicação e indicações de uso.

Tipo de Reagente	Método de Aplicação	Indicação de Uso
Nital (2%)	Imersão	Aços carbono em geral
Picral (2%)	Imersão	Aços carbono em geral
Cloreto férrico	Esfregar	Ataca fases de P
Klemm I	Imersão	Aços baixo carbono e ferros fundidos
Adler	Imersão	Aços alta liga
Fry	Imersão	Aços carbono
Beraha 0	Imersão	Aços carbono
Beraha com cloreto de cádmio	Imersão	Aços carbono em geral
Ralph	Esfregar	Aços inoxidáveis ferríticos
NaOH	Eletrolítico	Aços inoxidáveis
HCl	Imersão	Aços inoxidáveis
Ácido oxálico	Eletrolítico	Aços inoxidáveis austeníticos
Marble	Imersão ou esfregar	Aços inoxidáveis austeníticos
Vilella	Imersão ou esfregar	Aços inoxidáveis
Glicerina + água régia	Esfregar	Aços inoxidáveis austeníticos endurecidos por precipitação

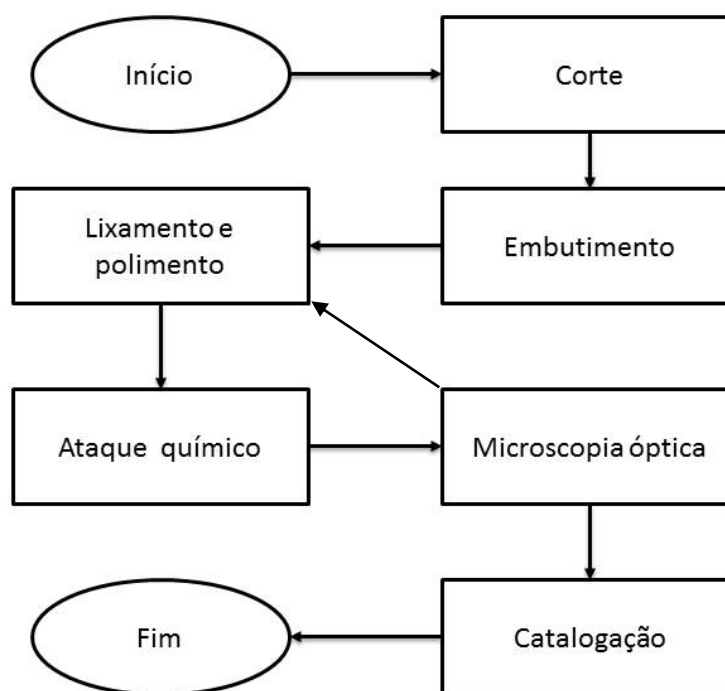
Fonte: O autor (2016), adaptado de HANDBOOK (2004)

3.2 Métodos

As etapas desenvolvidas no decorrer da pesquisa estão apresentadas no fluxograma na Figura 15. Após o corte, foi realizado o procedimento de preparação metalográfica com o embutimento das amostras, lixamento e polimento e posteriormente foi realizado o ataque químico com os reagentes metalográficos selecionados. As imagens de catalogação foram obtidas através da microscopia óptica e posteriormente foi realizada a análise dos resultados para cada reagente e amostra.

Após a apresentação do fluxograma, cada etapa do método será detalhada.

Figura 15 - Fluxograma das etapas realizadas



Fonte: O autor (2016)

3.2.1 Corte e extração das amostras

De cada barra de aço carbono e aço ligado foram extraídas vinte amostras cilíndricas com espessura de 4mm. Das barras de aços inoxidáveis foram extraídas dez amostras. Todas as amostras foram embutidas para facilitar o processo de lixamento. Nem todas as amostras foram utilizadas para o ataque, entretanto as amostras excedentes foram guardadas no laboratório para uso em aulas práticas.

Após a seleção dos aços a serem utilizados, definiu-se o corte das amostras. Tal processo tem por finalidade o seccionamento das barras brutas em discos, para que possam ser embutidas. Para a realização do corte, desprezou-se as extremidades brutas da barra, pois tais regiões podem apresentar falhas ou distorções das características do material.

Para o corte das barras, foi utilizado o equipamento de eletroerosão a fio Agie Charmilles FW1U, a área de corte do equipamento pode ser observada na Figura 16. Tal processo de usinagem garante um melhor acabamento superficial, menor alteração da microestrutura na região usinada e não ocasiona deformação plástica

(HANDBOOK, 1999), o qual reduz tempo de lixamento, e menor perda de material, já que se trata de um corte por erosão do material através de um fio condutor de energia (O MUNDO DA USINAGEM, 2010).

Figura 16 - Corte da barra no equipamento eletroerosão a fio



Fonte: O autor (2016)

Parte das amostras seccionadas são apresentadas na Figura 17, onde é possível observar o acabamento proporcionado pelo processo de usinagem empregado.

Figura 17 - Amostras do aço SAE 4140 seccionadas com espessura de 4mm



Fonte: O autor (2016)

3.2.2 Embutimento

Para o embutimento, foi utilizada resina acrílica cristal com catalisador. Tal resina foi selecionada por ser cristalina facilitando a identificação permanente das amostras e ser de embutimento a frio, não necessitando assim do aquecimento e apresentando maior facilidade na preparação.

Com as amostras já cortadas, foi realizado o embutimento a frio. A seleção de tal resina se deve ao fato de sua transparência, quando endurecida, permitir a visualização da identificação, além da praticidade e velocidade no embutimento. A identificação foi realizada com uma etiqueta com os numerais dos respectivos aços sobre as amostras, facilitando a seleção e evitando a possível troca de amostras.

Para o embutimento, foram confeccionados moldes cilíndricos, provenientes de tubos de PVC. Esses materiais foram utilizados por apresentarem bom acabamento superficial interno e por serem flexíveis para a extração das amostras.

No embutimento os moldes foram distribuídos sobre uma bancada com vaselina. Em cada molde foi depositado um disco de aço já seccionado e sobre a superfície foi colocado uma etiqueta com a numeração de série e composição de carbono ao qual pertence, como pode ser observado na Figura 18.

Figura 18 - Preparação dos moldes com as amostras identificadas



Fonte: O autor (2016)

O endurecimento da resina leva aproximadamente 24 horas. Posteriormente

as amostras são retiradas dos moldes, como mostra a Figura 19.

Figura 19. Amostras embutidas extraídas das formas.

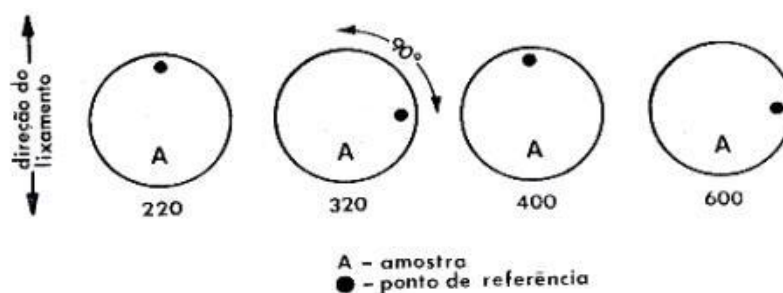


Fonte: O autor (2016)

3.2.3 Lixamento e polimento das amostras

As amostras foram lixadas em lixadeira rotativa da marca Fortel na sequência de lixas d'água com granulometria 80, 180, 220, 320, 400, 600, 800 e 1200. A troca de lixa ocorre sempre que não for verificada a presença de riscos deixados pela lixa anterior na superfície. Sempre que ocorre a troca de lixa, as peças e o disco da lixadeira são lavadas para remover as partículas de material da lixa anterior e é observada a direção dos riscos, deixando-os sempre perpendiculares ao sentido de rotação da lixa nova. Um exemplo esquemático é apresentado na Figura 20. Tal cuidado ocorre para facilitar a identificação de riscos na superfície da amostra, conforme orienta Colpaert (2008).

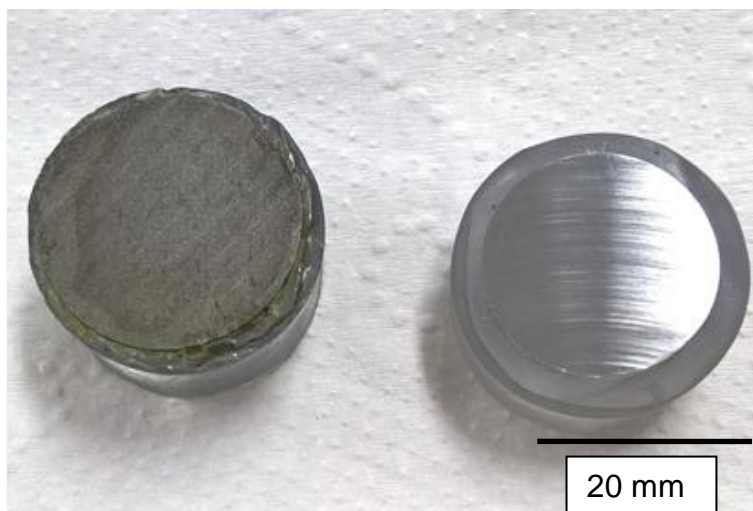
Figura 20 - Sentido de rotação das amostras na troca de lixa



Fonte: Colpaert (2008) adaptado pelo Autor (2016)

Após o lixamento das amostras até a lixa 1200, a amostra é lavada em água corrente para eliminar material removido da superfície e passa então para o polimento. A diferença entre a amostra bruta e lixada é observada na Figura 21.

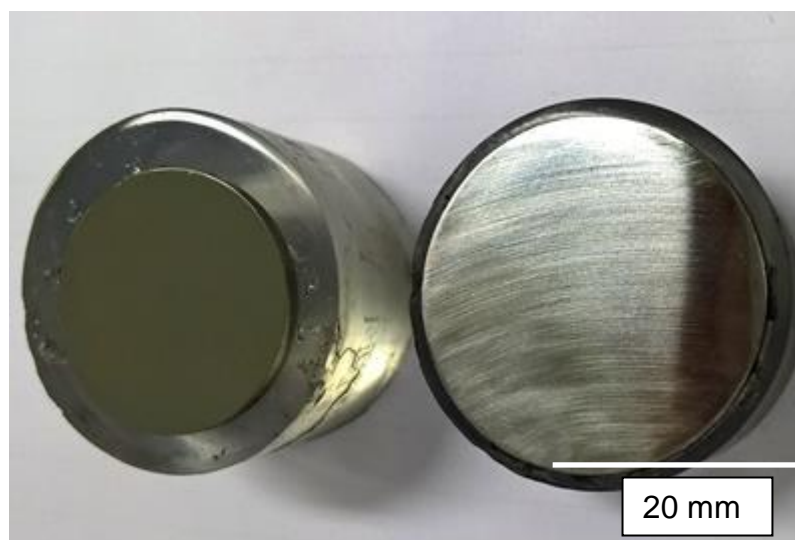
Figura 21 - À esquerda – amostra bruta, à direita – amostra lixada (grana 600)



Fonte: O autor (2016)

Para o polimento, foi utilizada pasta diamantada com granulometria de $1\mu\text{m}$ com álcool sobre pano de polimento. No polimento, as amostras são movimentadas sobre o pano sempre em sentido oposto ao de rotação do disco do equipamento. Esse procedimento diminui a presença de riscos provenientes dos grãos do material da amostra que são removidos e permanecem sob a amostra. Tal polimento confere acabamento superficial espelhado, o mais livre possível de arranhões e riscos. Após o término do polimento, a amostra é lavada em água corrente para remover a pasta diamantada e quaisquer partículas de material remanescentes na superfície. Em seguida, a amostra é limpa com um algodão embebido em álcool e seca por jato de ar quente proveniente de um soprador térmico. O jato de ar é empregado sempre paralelo à superfície da amostra, removendo assim o álcool restante sobre a superfície. A diferença entre a amostra lixada e polida é observada na Figura 22.

Figura 22 - À esquerda – amostra polida, à direita – amostra lixada



Fonte: O autor (2016)

3.2.4 Ataque químico com os reagentes metalográficos

Para a realização do ataque químico foram observadas as orientações e regras de segurança ao manusear produtos químicos, bem como as restrições que cada reagente requer. Como já descrito anteriormente, cada reagente tem uma forma de aplicação específica para determinada amostra analisada. Sabendo qual reagente foi selecionado, foram então organizados os equipamentos necessários para a correta aplicação do método.

As técnicas utilizadas foram por imersão, na qual a superfície da amostra é imersa na solução química utilizada, permanecendo com a face virada para o fundo durante o tempo estipulado para os experimentos; imersão com ataque eletrolítico, no qual a amostra é submersa na solução reagente e é aplicada uma corrente passando pela amostra. Para isso ser possível, dois cabos devem estar em contato com a solução e amostra submersa, sendo que o cabo ânodo deve estar ligado à amostra e o cabo cátodo submerso na solução (ASTM E 407, 1999). A terceira técnica é o ataque por esfregação, no qual a solução reagente é utilizada para embeber algodão que será aplicado na superfície através de fricção, revelando assim a microestrutura.

Os ataques químicos foram realizados no laboratório de ensaios dos materiais do campus Jaraguá do Sul – Geraldo Werninghaus, utilizando-se os frascos bem como a vidraria de laboratório existente, conforme observado na Figura 23. Os

ataques foram realizados em capela para minimizar o efeito tóxico dos gases provenientes das soluções químicas.

Figura 23 - Produtos utilizados nos reagentes e alguns frascos utilizados para o ataque químico



Fonte: O autor (2016)

3.2.5 Microscopia óptica

Após a realização do ataque químico, as amostras foram limpas e analisadas em microscópio metalográfico XJM 400. Para isso, utilizou-se o microscópio metalográfico invertido trinocular, apresentado na Figura 24. A análise metalográfica consiste em iluminar a superfície polida e atacada da amostra, como já descrito anteriormente.

Na realização da análise metalográfica, alguns cuidados devem ser mantidos, tais como a iluminação da amostra. A quantidade de luz empregada na superfície deve ser controlada a fim de evitar a observação de informações falsas ou incorretas. Além da iluminação, outro ponto importante a ser cuidado é o foco na superfície da amostra, evitando-se a presença de sombras sobre a superfície e observações borradas que não permitam a identificação da microestrutura do aço analisado.

Figura 24 - Microscópio metalográfico utilizado



Fonte: O autor (2016)

Os procedimentos para a captura da imagem da microestrutura também foram realizados, observando-se a iluminação adequada, a presença de sombras e observações borradas da superfície. Utilizando uma câmera acoplada ao microscópio, com resolução de 1,3 megapixels, e software ToupView versão 3.7 instalado no computador foram realizadas as capturas de imagens das microestruturas dos aços. Para captar e evidenciar detalhes e as características da morfologia do material, bem como a representação de suas fases. Antes de cada captura de imagem, utilizaram-se algumas ferramentas para ajuste de imagens, tais como balanço de branco, contraste e luminosidade, garantindo visibilidade e nitidez nas imagens. Após a captura das imagens, as amostras foram armazenadas em dissecador a vácuo e foi realizado o arquivamento digital das imagens, para posterior comparação do ataque metalográfico com as demais ensaiadas.

4 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Os resultados de metalografia encontrados são apresentados neste capítulo organizados como tipos de aço e discorrido sobre os reagentes empregados e suas revelações.

4.1 SAE 1045

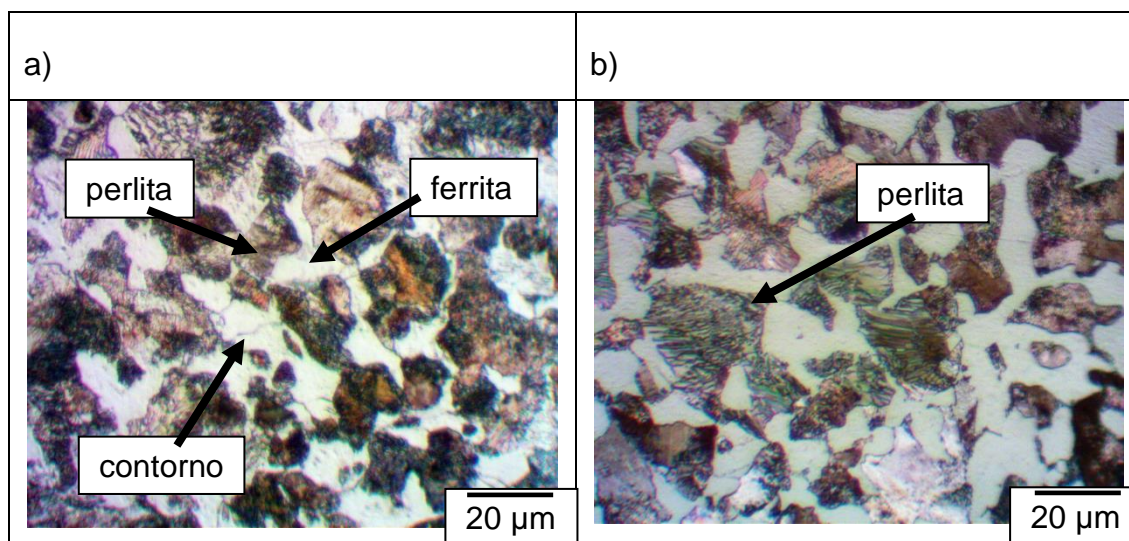
Conforme descrito em Chiaverini (1998), a revelação do aço SAE 1045, resfriado lentamente, apresenta em sua microestrutura a fase ferrita e a fase perlita. Na Figura 25 foi possível observar microestruturas típicas deste aço, onde a ferrita apresenta coloração clara e a perlita, coloração escura. A Figura 25 a) mostra a micrografia do aço atacado com o reagente nital 2%, sendo o ataque realizado por imersão com tempo de dez segundos. Na revelação foi possível identificar a matriz ferrítica e os grãos perlíticos equiaxiais dispersos característicos de um aço normalizado (CASANOVA, 2011). O ataque com nital permitiu revelar também os contornos de grão da microestrutura, destacando os grãos de ferrita.

O ataque do mesmo material (aço 1045) com picral 2% não foi tão efetivo para a revelação dos contornos de grãos, conforme micrografia da Figura 25 b). No entanto, este reagente tornou mais nítidas as fases presentes, destacando-as na microestrutura, já que seu ataque é realizado por maior tempo, neste caso aproximadamente sessenta segundos. Desta maneira a corrosão é mais branda, possibilitando a distinção das lamelas características da perlita (VANDER VOORT, 1984), conforme indicado pela seta.

Ambos são recomendados para a revelação do aço SAE 1045 pois permitem identificar as fases presentes, porém somente com o nital foi possível revelar os contornos de grão da microestrutura. O reagente picral foi mais efetivo para revelar a estrutura da perlita, pois não queimou¹ a superfície da amostra, já que o contrário ocorre na utilização do nital com tempo superior a dez segundos.

¹Segundo Vander Voort (1984), termo utilizado na metalografia para definir a corrosão excessiva da superfície, que impossibilita a visualização da microestrutura.

Figura 25 - Micrografias do aço SAE 1045 atacado com a) nital 2% e b) picral 2%, ampliação de 1000X

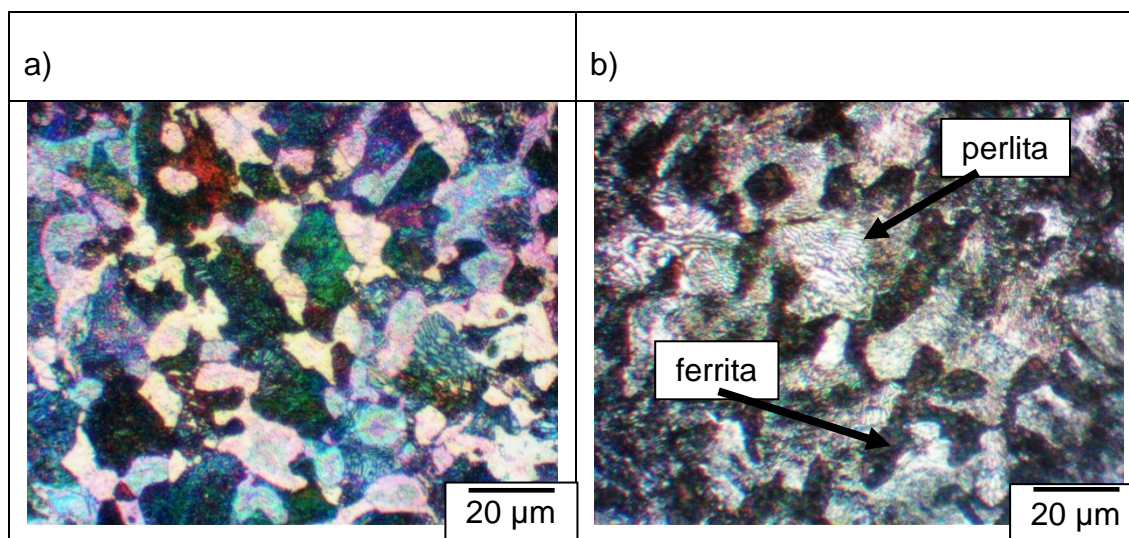


Fonte: O autor (2016)

Outro reagente utilizado para a revelação do aço 1045 foi o Beraha com cloreto de cádmio com tempo de quarenta segundos, conforme pode ser visto na microestrutura da Figura 26 a); este ataque permitiu, assim como o nital e picral, diferenciar e identificar a perlita e a ferrita. No entanto, além de diferenciar os microconstituintes tornou-os coloridos. Na micrografia obtida, os grãos de ferrita apresentam coloração branca, azulada e rosada, enquanto a perlita apresenta coloração escurecida pela corrosão dos grãos, com tons esverdeados e violetas (HANDBOOK, 2004). Assim como o nital, o ataque com o reagente de Beraha com cloreto de cádmio revelou os contornos de grãos, mas não permitiu identificar com nitidez as lamelas de cementita na perlita. Os grãos são identificados principalmente pela diferença de tonalidade/cor devido à orientação cristalina dos grãos (VANDER VOORT, 1984). No caso do reagente de Behara 0, sem a presença de cloreto de cádmio, não houve coloração na revelação da microestrutura, conforme Figura 26 b). Além disso, o reagente Beraha 0 não atacou a cementita presente na perlita do aço SAE 1045 mesmo com tempo de ataque de vinte segundos, mas reagiu à ferrita, diferentemente do nital e picral. Este fenômeno pode ser explicado pela presença de metabisulfito de sódio presente neste reagente que ataca o ferro por corrosão, mas não o carboneto de ferro (VANDER VOORT, 2005). Desta forma, na micrografia da Figura 26 b), a ferrita tem coloração escura e a perlita coloração clara com

possibilidade de identificar a estrutura lamelar da perlita, mas não tão nitidamente quanto no ataque utilizando o reagente picral (Figura 25 b)).

Figura 26 - Micrografias do aço SAE 1045 atacado com a) reagente de Beraha com cloreto de cádmio e b) com Beraha 0, ampliação de 1000X



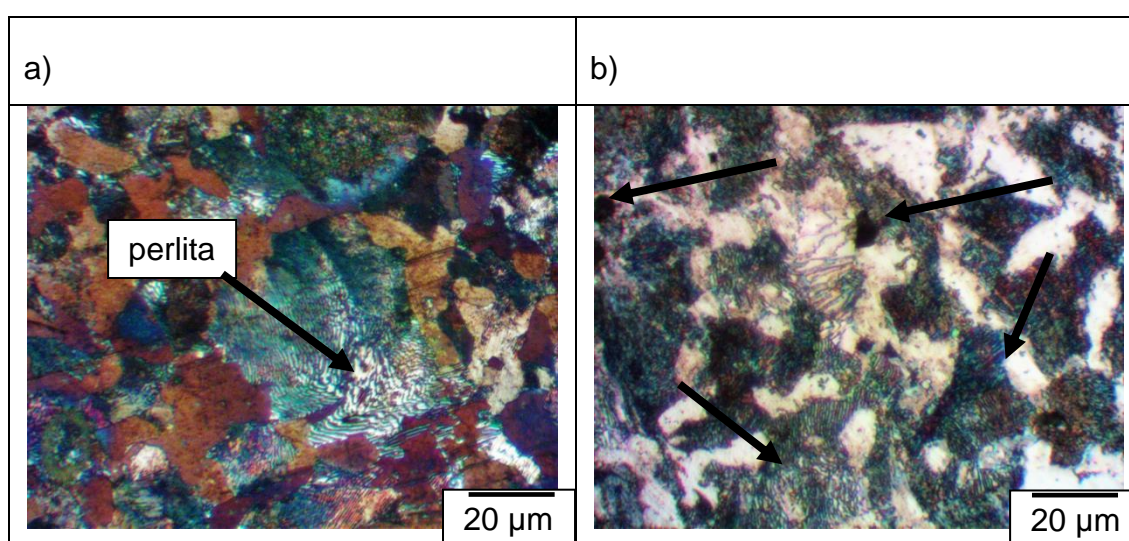
Fonte: O autor (2016)

De maneira semelhante ao Behara 0, os componentes utilizados na solução de Klemm I reagem com a ferrita e não com a cementita, não havendo neste caso corrosão, mas simplesmente a deposição de filme sobre a ferrita. Este filme depositado faz com que os grãos de ferrita assumam coloração avermelhada, azulada ou violeta, variando entre tonalidade, como observado na micrografia da Figura 27 a). Também pode ser observada a presença de perlita, indicado pela seta, apresentando estrutura lamelar bem definida, assim como os contornos de grão da microestrutura, já que a cementita não é atacada pelo reagente, permanecendo com a coloração branca (VANDER VOORT, 2005).

Outro reagente que pode ser utilizado para revelar a microestrutura de aços carbonos é a solução de cloreto férrico. A utilização deste tipo de reagente é recomendada para identificar inclusões presentes no material (VANDER VOORT, 1984). A vantagem da utilização do cloreto férrico é que além da revelação das inclusões, permite que sejam identificadas as fases da microestrutura como a ferrita e perlita. A Figura 27 b) apresenta a micrografia do aço atacado com reagente de cloreto férrico por imersão de quinze segundos. A microestrutura revelada assemelha-se ao nital e picral, em que a ferrita apresentou coloração clara e a perlita coloração escura, porém com tons esverdeados devido ao filtro de polarização

utilizado no processo de microscopia. A Figura 27 b) mostram, também, pontos pretos circulares referentes à revelação das inclusões, possivelmente, de sulfeto de manganês. Esta coloração foi devida ao processo de corrosão que ocorreu na revelação, removendo o sulfeto de manganês que ali estava presente (ALMEIDA *et al*, 2014). Os contornos de grão não são revelados, fato que comprometeu a nitidez da imagem. Porém, a principal contribuição deste ataque foi a revelação das inclusões presentes na microestrutura, conforme demonstram as setas na Figura 27 b).

Figura 27 - Micrografias do aço SAE 1045 atacado com a) reagente de Klemm I e b) com cloreto férrico, ampliação de 1000X



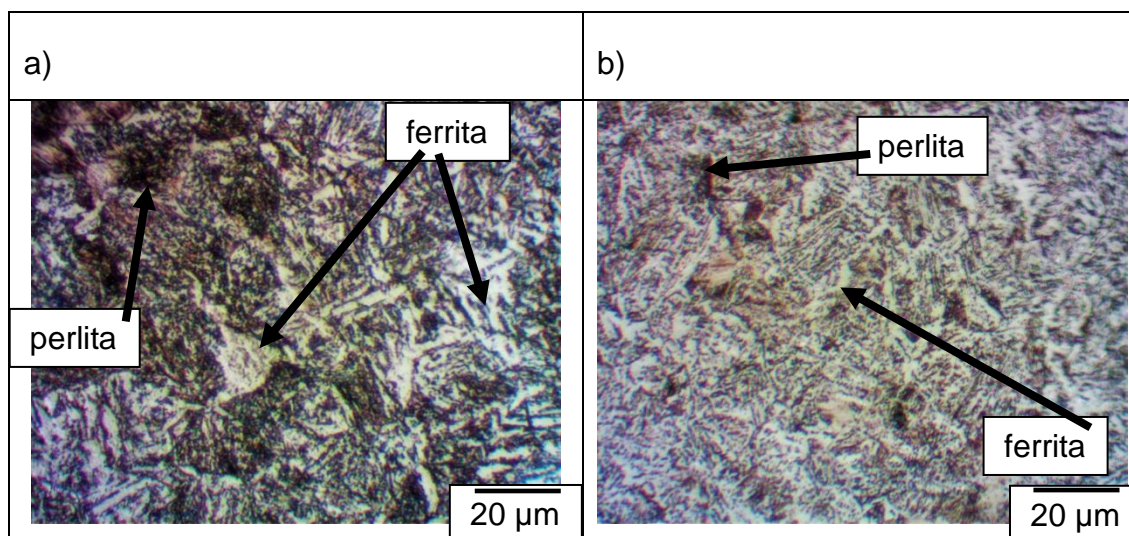
Fonte: O autor (2016)

4.2 SAE 4140

Segundo Souza (1989), o aço SAE 4140 apresenta em sua composição elementos de liga responsáveis pela homogeneização da microestrutura, sendo eles cromo e molibdênio. A principal influência destes elementos é o aumento na recristalização da ferrita, tornando-a mais fina e dispersa na microestrutura. A Figura 28 apresenta as microestruturas reveladas do aço SAE 4140 atacadas com nital (Figura 28 a)) e picral (Figura 28 b)). São microestruturas características do aço SAE 4140 normalizado, em que são visíveis grãos de ferrita acicular e perlita esboroada na matriz ferrítica (OCEL; PROVINES, 2015). Os ataques com os reagentes nital e picral não permitiram identificar os contornos de grão, mas somente a distinção entre os microconstituintes. Pode-se observar que, na Figura 28 b), a revelação com picral

2% foi mais branda, ou seja, mais nítida que os grãos de ferrita revelados pelo nital 2% conforme mostrado na Figura 28 a). Esta revelação pode ser explicada pela agressividade do nital neste ataque.

Figura 28 - Micrografias do aço SAE 4140, atacado com a) nital 2% e b) picral 2%, ampliação de 1000X

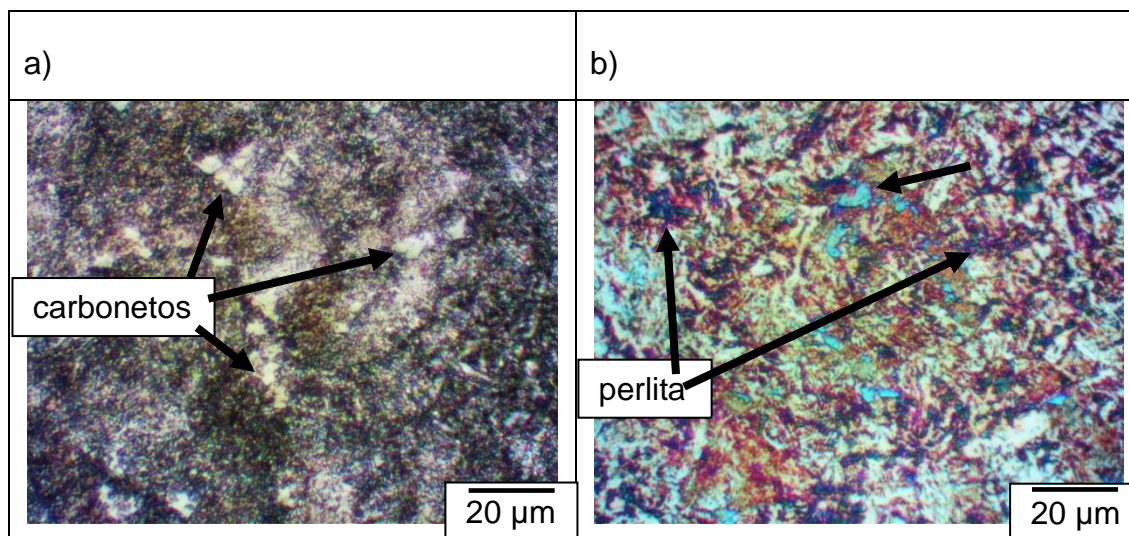


Fonte: O autor (2016)

Quando o aço SAE 4140 foi atacado com reagente de Fry com tempo de cinco segundos, a matriz ferrítica oxidou apresentando coloração escura e não permitiu a distinção das agulhas de ferrita e da perlita conforme pode ser visto na Figura 29 a). Entretanto, este ataque revelou a presença de precipitação na microestrutura de coloração branca, possivelmente carbonetos de cromo e molibdênio devido a presença de elementos formadores de carbonetos na liga (SOUZA, 1989).

Estes carbonetos podem ser visualizados também na Figura 29 b), porém com coloração azulada (região destacada). A Figura 29 b) mostra a microestrutura do aço SAE 4140, atacado com reagente de Behara com cloreto de cádmio, com tempo de quarenta segundos. Este ataque é recomendado para revelação de carbonetos presentes na microestrutura da liga, colorindo-os com tons azulados claros (HANDBOOK, 2004), outro fato que permite reforçar a hipótese de que sejam carbonetos. Entretanto, ensaios complementares devem ser realizados para corroboração. Além de revelar os carbonetos, este ataque permitiu a observação da matriz ferrítica com coloração marrom; a perlita, dispersa na matriz, apresentou-se com coloração escura, conforme indicado pelas setas (DALCIN, 2012).

Figura 29 - Micrografias do aço SAE 4140, atacado com a) reagente de Fry e b) reagente de Beraha com cloreto de cádmio, ampliação de 1000X

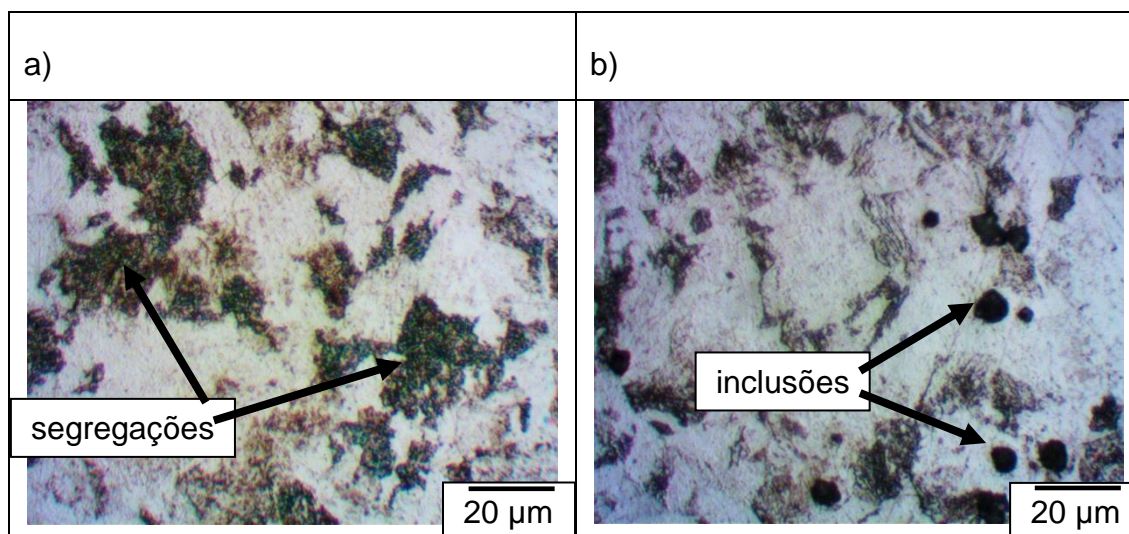


Fonte: O autor (2016)

A Figura 30 a) mostra a micrografia do aço SAE 4140, atacado com o reagente de Adler por vinte segundos. Na microestrutura revelada foi possível verificar somente algumas regiões mais escuras, sem distinção entre a perlita e ferrita. Segundo Rohde (2010) o reagente Adler é utilizado para revelar segregações na microestrutura como mostrado na Figura 30 a) pelas regiões escuras indicado pelas setas. Outra hipótese para os pontos escuros é que estes são grãos de ferrita com molibdênio dissolvido, apresentando tonalidade escura (SOUZA, 1989). A coloração com este tipo de ataque é indicativo de elementos de liga dissolvido na matriz. (HANDBOOK, 2004).

A micrografia na Figura 30 b) apresenta a microestrutura do aço SAE 4140, atacado com o reagente de cloreto férrico por quinze segundos. Este reagente também é indicado para a revelação de inclusões e segregações no material. Os pontos circulares pretos podem ser inclusões neste aço (ALMEIDA et al., 2014). Além dos pontos circulares, foi possível detectar regiões com coloração mais escuras indicando segregações idênticas as reveladas pelo reagente Adler conforme visto na Figura 30 a). O ataque com Cloreto Férrico no aço SAE 4140 não foi tão eficaz para revelar a perlita dispersa, bem como a matriz ferrítica da microestrutura.

Figura 30. Micrografias do aço SAE 4140, atacado com a) reagente de Adler e b) reagente de cloreto férrico, ampliação de 1000X.



Fonte: O autor (2016)

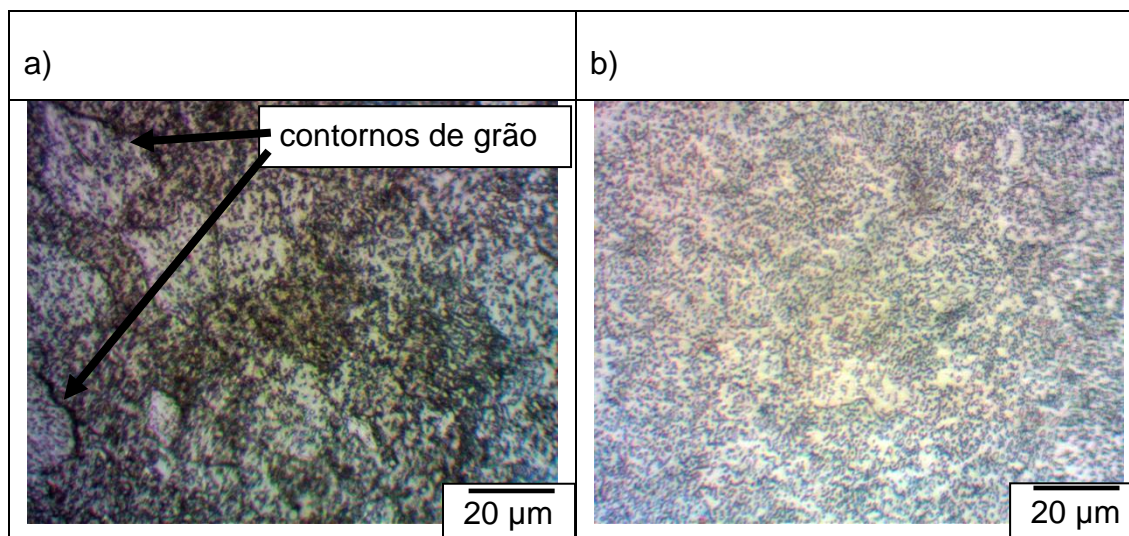
4.3 SAE 52100

O aço SAE 52100, pertencente à classe dos aços-cromo, contém em sua composição aproximadamente 1% em peso de carbono, além de outros elementos de liga; esta porcentagem de carbono torna a microestrutura perlítica e os elementos de liga aumentam a precipitação de carbonetos na matriz perlítica, principalmente os carbonetos de cromo, encontrados no aço SAE 52100 (CHIAVERINI, 1998). As micrografias da Figura 31 mostram a matriz homogênea e a presença dos carbonetos, com coloração escura, revelados por “pontos” pretos na microestrutura.

Revelou-se também na Figura 31 a) a micrografia do aço 52100, atacado com Nital 2% por 20 segundos. Além da matriz perlítica homogênea e carbonetos, foi possível identificar alguns contornos de grão da perlita, indicado pelas setas. No caso do reagente de picral 2%, não foi possível identificar esses contornos de grão conforme pode ser visto na Figura 31 b). Como este reagente é menos agressivo à superfície foi necessário maior tempo de ataque (noventa segundos), porém foi obtida maior nitidez na diferenciação dos carbonetos.

As soluções à base de ácido nítrico e pícrico não reagem com a ferrita e atacam os carbonetos, fato que dificulta a nitidez dos ataques de nital e de picral no aço 52100, pois os carbonetos de cromo confundem-se com os carbonetos de ferro (cementita) da perlita.

Figura 31 - Micrografias do aço SAE 52100, atacado com a) nital 2% e b) picral 2%, ampliação de 1000X



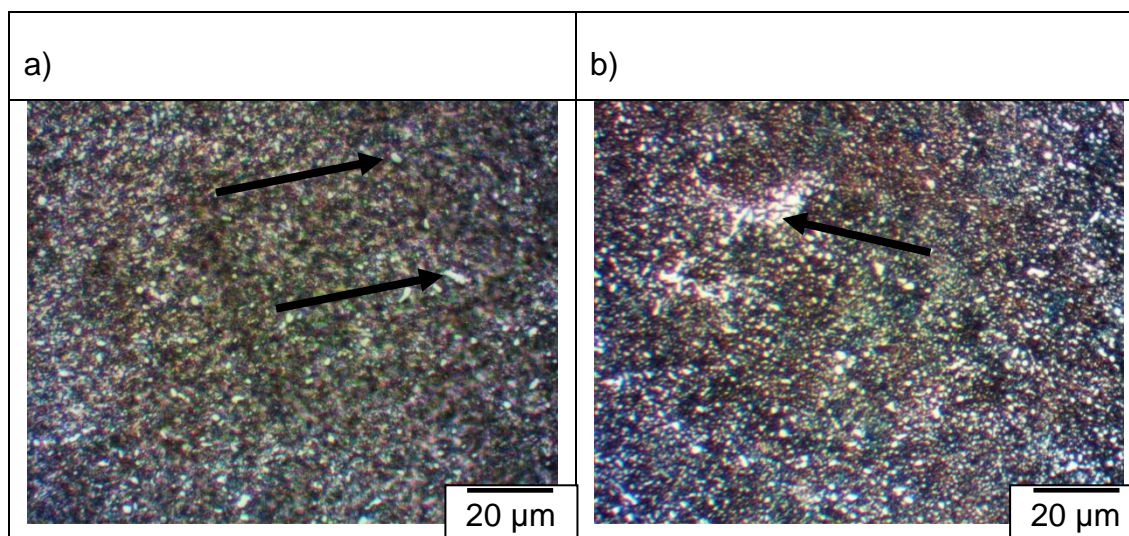
Fonte: O autor (2016)

A Figura 32 a) apresenta a micrografia do aço 52100, atacado com o reagente de Fry. Com tempo de trinta segundos. Nota-se que toda a matriz perlítica está escura e apenas com alguns pequenos pontos brancos dispersos homogeneamente em toda a superfície. Estes pontos são possivelmente carbonetos revelados nitidamente, já que a matriz perlítica é queimada e escurecida, enquanto que os carbonetos não são atacados, permanecendo com coloração branca. Identifica-se também o formato esferoidizado dos carbonetos, destacados na Figura 32 a), resultante do resfriamento do metal (RAJENDIRAN, 2013).

O mesmo resultado foi observado ao utilizar o reagente Beraha 0. A Figura 32 b) mostra a micrografia atacada com Beraha 0, pode ser visto que a matriz perlítica foi queimada e foram revelados a formação de colônias de carbonetos na microestrutura. O reagente Behara 0 dá maior nitidez aos carbonetos presentes.

Ao comparar-se as micrografias da Figura 32 a) e b) percebe-se que há maior quantidade de pontos brancos – carbonetos revelados – no ataque por Behara 0. O princípio dos dois ataques é semelhante, pois atacam a ferrita e o carboneto de ferro. A revelação desses carbonetos também fica evidenciada pois estão precipitados uniformemente por toda a microestrutura do aço (HANDBOOK,2004).

Figura 32 - Micrografias do aço SAE 52100, atacado com a) reagente de Fry e b) reagente de Beraha 0, ampliação de 1000X



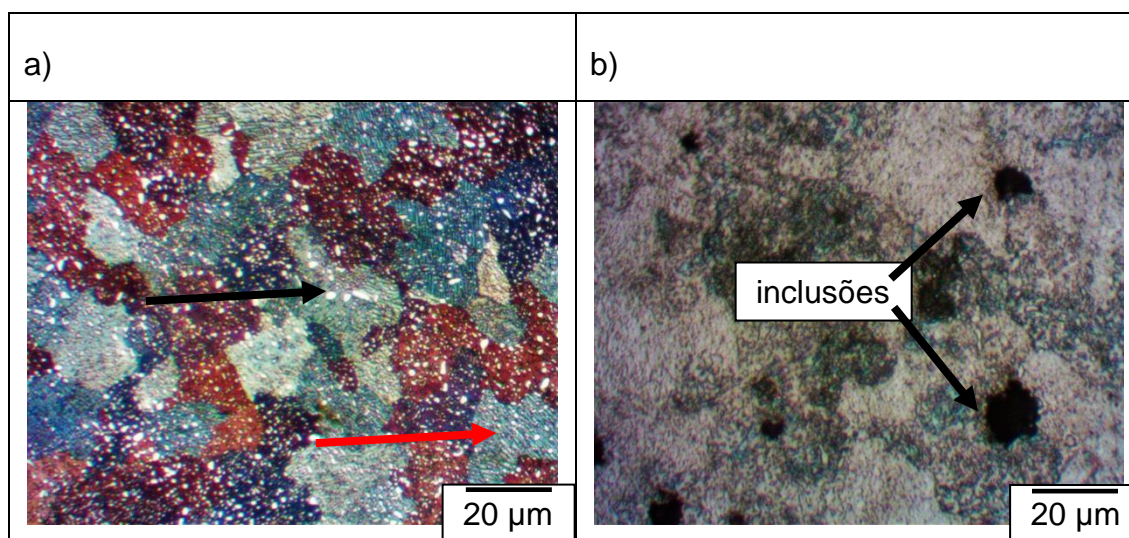
Fonte: O autor (2016)

Os ataques realizados com nital e picral não permitiram visualizar com nitidez a matriz perlítica e os carbonetos presentes no aço 52100. Para poder visualizar somente os carbonetos de cromo, pode-se optar pelos reagentes de Fry e Behara 0, sendo este último mais indicado por melhor revelar os carbonetos de cromo. Outra opção segundo Vander Voort (2005), é a utilização do reagente de Klemm I, conforme mostra a Figura 33 a), que apresenta a micrografia do aço 52100 atacada por imersão, durante vinte segundos, pelo reagente de Klemm I. A utilização desta solução contendo metabisulfito de potássio e tiosulfato de sódio, permitiu a distinção entre a matriz perlítica e os carbonetos precipitados. Além disso, este reagente faz com que a microestrutura revelada seja colorida em função da orientação cristalográfica e do tamanho de grão (HANDBOOK, 2004). A seta vermelha, desenhada na Figura 33 a), indica um grão perlítico, evidenciando sua estrutura lamelar. Os carbonetos precipitados na matriz perlítica são observados com coloração branca, ganhando destaque ao contrastar com a coloração dos grãos perlíticos, apresentando o formato esferoidizado, indicado pela seta.

A micrografia do aço 52100, quando atacado com cloreto férrico, é apresentada na Figura 33 b). Como este reagente é indicado para detectar a presença de inclusões no material, não foi possível identificar outras fases além das inclusões, pontos pretos (indicados por setas). Conforme Almeida *et al* (2014), o cloreto férrico reage com o sulfeto de manganês, removendo-o da superfície da

amostra. Ao utilizar-se o reagente de cloreto férrico, são observadas as inclusões na microestrutura, conforme mostra a Figura 33 b). Este ataque não revela a microestrutura perlítica observada com os outros ataques, nem os carbonetos dispersos, sendo recomendado para a revelação das inclusões.

Figura 33 - Micrografias do aço SAE 52100, atacado com a) reagente de Klemm I e b) reagente de cloreto férrico, ampliação de 1000X

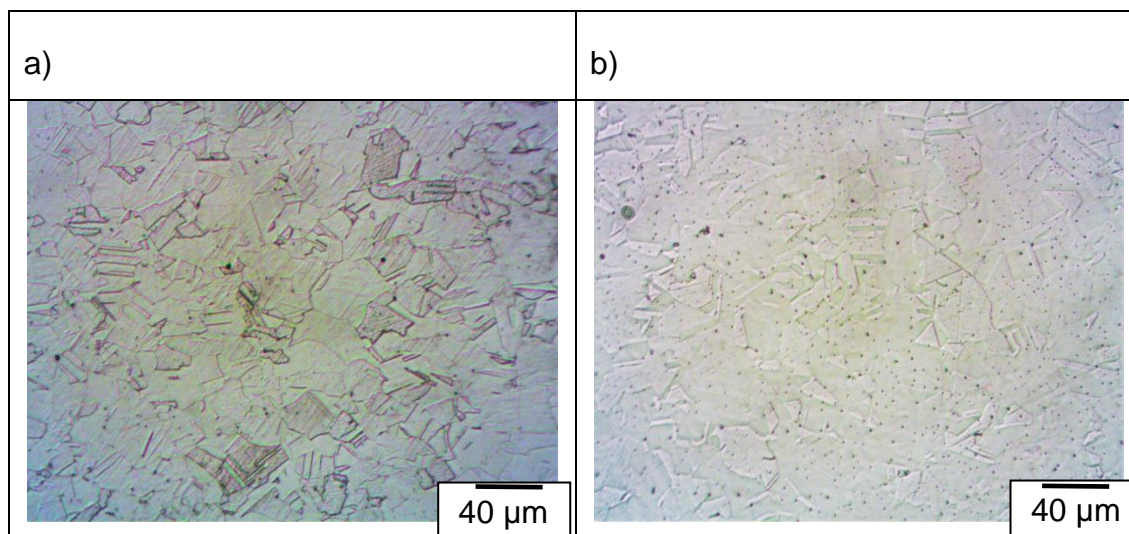


Fonte: O autor (2016)

4.4 SAE 304

O aço SAE 304 pertence à classe dos aços inoxidáveis austeníticos, com presença de níquel e cromo, responsáveis por conferir-lhes a propriedade de resistência à corrosão (CHIAVERINI, 1998). Justamente por serem resistentes à corrosão, a revelação destes tipos de aços requer ataques com soluções diferentes e mais fortes. A Figura 34 a) apresenta a microestrutura do aço SAE 304, atacado com ácido oxálico em solução eletrolítica. Na revelação, observou-se grãos austeníticos maclados com morfologia geométrica (linhas retas nos contornos de grão) (CUBAKOVIC, 2000). Este aspecto também foi observado na microestrutura da Figura 34 b), revelada com o reagente de glicerina e água régia. No entanto, este reagente, não foi tão efetivo na revelação dos contornos de grãos, pois, a microestrutura foi revelada pela diferença de textura, observada pelas sombras geradas nos grãos. (HANDBOOK, 2004).

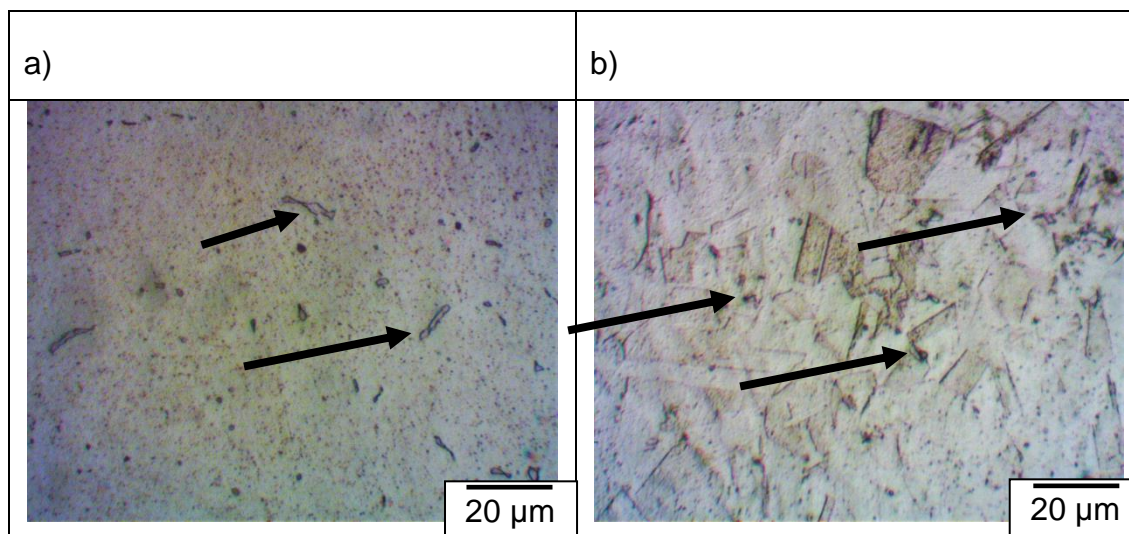
Figura 34 - Micrografias do aço SAE 304, atacado com a) ácido oxálico e b) glicerina e água régia, ampliação de 400X



Fonte: O autor (2016)

Outro reagente recomendado para o ataque ao aço inoxidável é a solução de ácido clorídrico (HCl), pois possui afinidade com o cromo presente na liga (HANDBOOK, 2004). A micrografia da Figura 35 a) mostra os carbonetos de cromo (indicados por setas) na superfície do aço SAE 304, quando atacada com solução de HCl durante quinze segundos. A Figura 35 b) apresenta a micrografia do aço SAE 304 atacada com reagente de Vilella. A microestrutura revelada foi semelhante àquela do ácido oxálico (Figura 34 a)), com a diferença de que o ataque com Vilella, além dos grãos austeníticos, revelou os carbonetos nos contornos de grãos (indicados por setas). Entretanto, no ataque com o reagente de Vilella, a microestrutura foi levemente queimada, sendo também notada a presença de corrosão dos carbonetos nos contornos dos grãos, *Ibidem*.

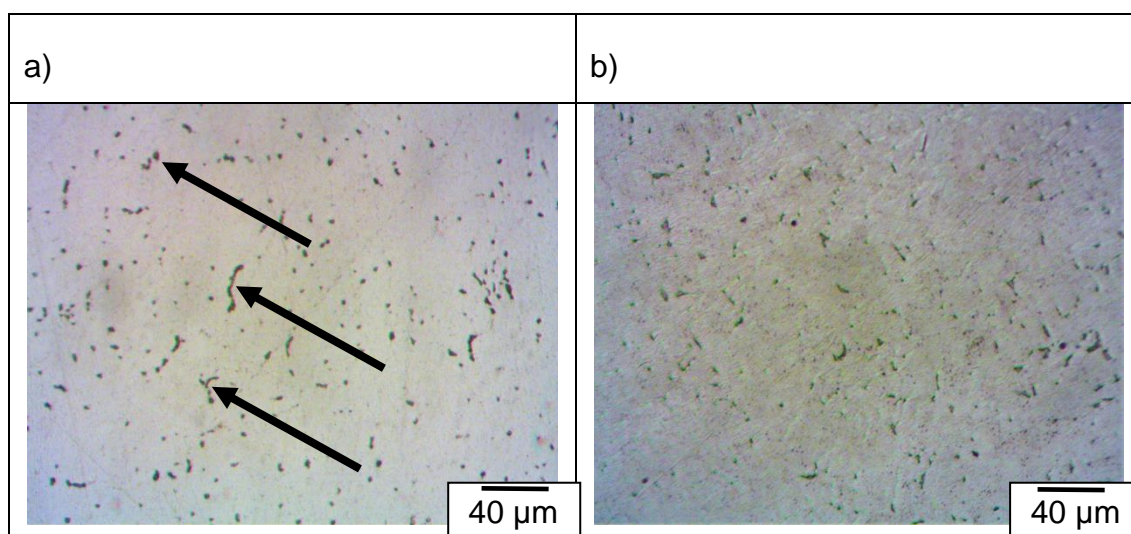
Figura 35 - Micrografias do aço SAE 304, atacado com a) HCl e b) reagente de Vilella, ampliação de 1000X



Fonte: O autor (2016)

Na composição química do aço inoxidável SAE 304 é adicionado nióbio para estabilização da fase ferrita presente, cuja função é de evitar a propagação de trincas na microestrutura (TREMARIM, 2007). Esta fase tem grande afinidade com o ataque por NaOH, caracterizando-se como principal ataque químico utilizado para sua revelação nos aços inoxidáveis. A micrografia do aço SAE 304, atacado com NaOH, é apresentada na Figura 36 a), revelando somente a ferrita, regiões escuras (HANDBOOK, 2004), indicadas pelas setas. A Figura 36 b) mostra a micrografia do aço SAE 304 atacada com reagente de Ralph. O reagente de Ralph, que possui em sua composição cloreto férrico (FeCl_3) e cloreto cúprico (CuCl_2), de maneira semelhante ao ataque com NaOH, revelou a ferrita estabilizada pelo nióbio na matriz austenítica do aço. Neste caso, o reagente queimou parcialmente a superfície do aço, tornando a distinção da ferrita mais difícil.

Figura 36 - Micrografias do aço SAE 304, atacado com a) NaOH e b) reagente de Ralph, ampliação de 1000X

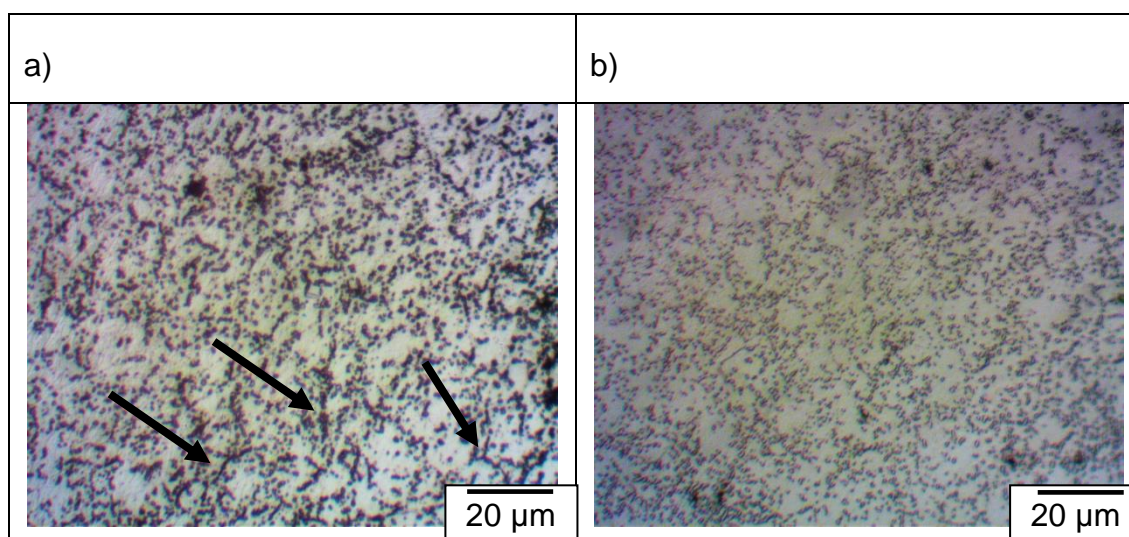


Fonte: O autor (2016)

4.5 SAE 420

Souza (1989) descreve o aço SAE 420 como aço inoxidável martensítico, ou seja, apresenta formação de martensita no resfriamento da austenita, embora possa ter a microestrutura ferrítica quando recozido. Esta estrutura é desejável quando o aço for passível de beneficiamento, caracterizando, em muitos casos, seu estado de fornecimento. A Figura 37 a) mostra a microestrutura do aço SAE 420, atacado com ácido oxálico, revelando a matriz ferrítica com coloração clara, os carbonetos dispersos nos grãos de ferrita e a precipitação dos carbonetos nos contornos de grão, indicados com a seta, microestrutura característica do estado recozido (PINEDO, 2004). De maneira semelhante, a microestrutura revelada com a utilização de glicerina e água régia, é apresentada na Figura 37 b), entretanto este ataque tem revelação mais branda dos carbonetos precipitados nos contornos de grão.

Figura 37 - Micrografias do aço SAE 420 atacado com a) ácido oxálico e b) glicerina e água régia, ampliação de 400X



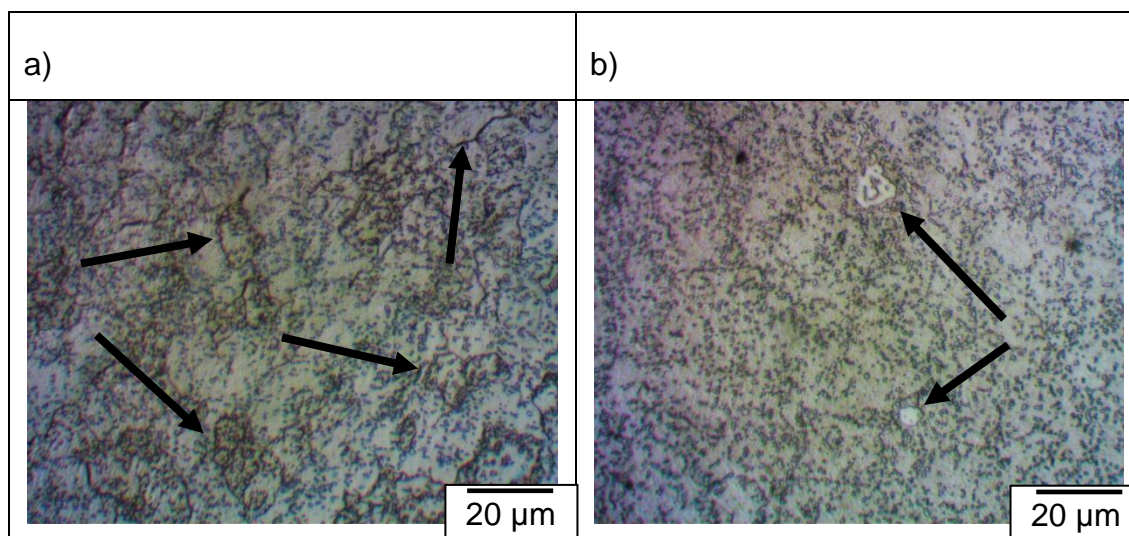
Fonte: O autor (2016)

Os carbonetos precipitados ficaram evidentes com a utilização do reagente Vilella conforme Figura 38 a). Este ataque permitiu a revelação dos contornos de grão, tornando-se visíveis em forma de “linhas” na micrografia, conforme indicado pelas setas. Este resultado foi contraditório ao encontrado por Pinedo (2004), sendo que, observou-se a revelação apenas dos carbonetos dispersos na matriz, sem a revelação dos contornos de grão. Entretanto, a revelação desta microestrutura foi semelhante ao observado em Handbook (2004 p. 1636).

A Figura 38 b) mostra a micrografia do aço SAE 420, atacado com reagente de Marble. Este reagente não permitiu identificar os contornos de grãos, somente diferenciar a matriz ferrítica dos carbonetos. Além dos carbonetos dispersos homogeneamente na matriz, foi possível identificar a presença de carbonetos grosseiros precipitados, consequentes do processo de fabricação. Esses carbonetos grosseiros são vistos como um problema na microestrutura, já que sua presença limita a conformação do aço ao ser trabalhado a frio (HANDBOOK, 2004).

Os ataques utilizados no SAE 420, em geral revelam a matriz ferrítica e os carbonetos dispersos. Com exceção do reagente Vilella, os demais reagentes não se distinguem quanto à revelação e suas utilizações não revelam regiões diferentes. O reagente de Vilella revelou os contornos de grão da ferrita presente, sendo essa a principal relevância para o destaque deste reagente.

Figura 38 - Micrografias do aço SAE 420 atacado com a) reagente de Vilella e b) reagente de Marble, ampliação de 400X



Fonte: O autor (2016)

4.6 Síntese dos Resultados

A seguir são listados os reagentes mais recomendados para a utilização, conforme os resultados obtidos nos ensaios realizados.

Reagentes para aços carbono e ligados:

* Reagentes para a revelação da microestrutura e fases presentes: nital 2% e picral 2%. Beraha 0, revela a fase ferrita.

* Reagentes de coloração: Beraha com cloreto de cádmio e Klemm I.

* Reagentes para revelação de inclusões e segregações: Cloreto férrico e Adler.

* Reagentes para revelação de carbonetos: Reagentes de Fry, Beraha 0 e Klemm I.

Reagentes para os aços inoxidáveis:

* Reagentes para revelação dos grãos austeníticos e contornos de grão: ácido oxálico, glicerina e água régia e Vilella.

* Reagentes para revelação da ferrita: NaOH e reagente de Ralph.

* Reagentes para revelação de carbonetos: HCl e Marble.

5. CONCLUSÃO

Diante da diversidade de reagentes metalográficos disponíveis e a partir da seleção dos aços utilizados, a revelação de diferentes microconstituintes permitiu analisar e descrever a importância e a contribuição que cada reagente apresenta, observando parâmetros diversos como a condição de fornecimento, influência de elementos de liga e inclusões na microestrutura dos aços.

Considerando-se as revelações obtidas com os ataques realizados, percebeu-se que o picral revela a microestrutura com maior nitidez, quando comparado ao nital, devido ao processo de corrosão, já que o picral corrói a cementita e o nital os contornos de grão. Também foi observado que os reagentes de Beraha 0 e Klemm I revelam a ferrita presente na microestrutura, fato devido à presença de metabissulfito de potássio na solução.

Para a revelação dos carbonetos presentes na microestrutura, os reagentes de Fry e Beraha apresentaram resultados mais efetivos, visto que destacam os carbonetos presentes na microestrutura, função esta que o nital e picral não cumprem.

Os reagentes de coloração mostraram-se eficientes e aplicáveis, sem a necessidade de equipamentos especiais. Possibilitaram a revelação de características, tais como o tamanho de grão, não revelado por reagentes monocromáticos.

O reagente de cloreto férrico destaca a presença de inclusões no material, principalmente de sulfeto de manganês, revelando-o por pontos escuros, resultantes da ausência de material. Esta revelação não foi possível com outros reagentes empregados.

Os reagentes apresentam revelações distintas diante de diferentes séries de aços. Foi constatada a influência dos elementos de liga na revelação metalográfica, bem como sua afinidade com alguns reagentes.

Para os aços inoxidáveis, observou-se a revelação das principais fases: ferrita, austenita e os carbonetos. Os ataques utilizados revelaram estas características distintamente, ou seja, nenhum revelou todas as características juntas. Logo, a correta seleção dos reagentes deve ser feita na intenção do que se pretende revelar num dado ataque.

Os objetivos do presente estudo foram atingidos, sendo que os aços foram

revelados e as metalografias, apresentadas e descritas.

Sugere-se como trabalho futuro, a comprovação destas regiões reveladas com o uso da metalografia através de outros ensaios, já que a metalografia não permite confirmar sua real natureza. Entretanto, a metalografia cumpre sua função de caracterização das microestruturas e permite observar a influência dos elementos de liga nos aços.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, Neusvaldo Lira de et al. Causas Da Ocorrência De Pites Em Cupons De Aço Carbono. **Petrobras**, São Paulo, p.1-20, 2014.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 407: Standard Practice for Microetching metals and alloys**. 1 ed. New York: Astm International, 1999. 21 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM ISO 4948-1: 2000: Aços - Classificação dos aços não ligados e ligados Parte 1: Classificação dos aços em não ligados e ligados com base na sua composição química**. 2 ed. Rio de Janeiro: ABNT, 2000. 10 p.

AZEVEDO, Alessandra Gois Luciano de. **Aplicação Da Técnica Da Dupla Camada Na Soldagem Do Aço ABNT 1045**. 2002. 108 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia e Ciências dos Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica e Produção, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2002.

BEPPLER, Rhafael; GALIOTTO, Alexandre. Comparação metalográfica do ataque por oxidação do aço SAE 1045 e SAE 4140. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA MECÂNICA, 22. **Anais...**, 2015, Campos dos Goytacazes: ABCM, 2015. p. 1 – 6.

BRAMFITT, Bruce.L.; BENSCOTER, Arlan. O.. Common etchants for irons and steels. **Advanced Materials & Processes**, 2002 (junho), 2 p.

CALLISTER Jr, William D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. Rio de Janeiro: Ltc, 2002. 589 p.

CASANOVA, Fernando. Failure Analysis And Redesign Of A Wagon Wheel Shaft For Sugar Cane Transport. **Dyna rev. fac. nac. minas**, Medellín, v. 78, n. 166, p. 48-54, Abr. 2011 .

CHIAVERINI, Vicente. **Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos e principais tipos**. 7. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1998. 599 p.

COLPAERT, Hubertus. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4. ed. São Paulo: Edgard Bluchter, 2008. 652 p. Revisão técnica André Luiz V. da Costa.

CUBAKOVIC, Ivana Aiara. **Caracterização Microestrutural, Mecânica E Eletroquímica De Aços Inoxidáveis Austeníticos Utilizados No Acondicionamento De Rejeitos Radioativos De Alto Nível**. 2000. 103 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2000.

DALCIN, Rafael Luciano. **Estudo Dasoldagem Multipasses Entre Os Aços Dissimilares AISI 4140 E ASTM A36 sem Tratamento Térmico Posterior**. 2012. 56 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Fator -faculdade Horizontina, Horizontina, 2012.

HORNBOGEN, E. **Durchstrahlungs-Elektronenmikroskopie fester Stoffe**, Weinheim, 1971, Verlag Chemie.

JIYANG, Zhou. **Colour Metallography of Cast Iron**. China Foundry, China, v. 6, n. 2, p.152-163, maio 2009. Tradução de Liu Jincheng.

LIMA, Aldemi Coelho; FERRARESI, Valtair Antonio. Análise da Microestrutura e da Resistência ao Desgaste de Revestimento Duro Utilizado pela Indústria Sucroalcooleira. **Soldagem & Inspeção**, Goiânia, v. 14, n. 2, p.140-150, abr. 2009.

MARCOMINI, José Benedito; GOLDENSTEIN, Hélio. Nova Liga Fe-C-Mn-Si-Cr Para Rolamentos: Curvas De Revenimento E Fragilização Da Martensita Revenida. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 9, n. 4, p.324-329, out. 2012. Trimestral.

O MUNDO DA USINAGEM. São Paulo: Sandvik Coromant do Brasil, n. 65, mar. 2010. Mensal. Disponível em: <<http://www.omundodausinagem.com.br/pdf/65.pdf>>. Acesso em: 25 jan. 2016.

OCEL, Justin M.; PROVINES, Jason. Properties of Anchor Rods Removed from San Francisco Oakland Bay Bridge. **The Federal Highway Administration**, Mclean, v. 1, n. 1, p.1-68, ago. 2015.

PADILHA, Angelo F.; AMBROZIO FILHO, Francisco. **Técnicas de análise microestrutural.** Brasil: Hemus, 2004. 190 p.

PAULA, A. S. et all - **A Metalografia Colorida de Aços**, In.: 54o Congresso da ABM, São Paulo, 25 a 29 de Julho de 1999.

PINEDO, Carlos Eduardo. Tratamento Térmico E Superficial Do Aço Inoxidável Martensítico Aisi 420 Destinado A Moldes Para Injeção De Polímeros Parte I – Tratamento Térmico. In: Encontro Da Cadeia De Ferramentas, Moldes E Matrizes, 2, 2004, São Paulo. **Anais.** São Paulo: Abm, 2004. p. 281 - 292.

PITLER, R. K. (Asm International) (Ed.). **HANDBOOK: machining.** Materials Park, Ho: ASM Handbook, 1999. 1089 p. Volume 16.

RAJENDIRAN, S. Heat treatment of high precision bearing steel. **International Journal Of Mechanical Engineering Research & Applications**, India, v. 1, n. 5, p.7-15, out. 2013.

RASMA, Eline Tourinho. **Caracterização Estrutural E Mecânica Do Aço AISI/SAE 4140 Tratado Sob Diferentes Tratamentos Térmicos.** 2015. 128 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência dos Materiais, Centro de Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, 2015.

ROHDE, Regis Almir. **Metalografia Preparação De Amostras:** Uma abordagem

pratica Versão-3.0. Santo ângelo: Lemm, 2010. 30 p.

SILVA, André Luiz V. da Costa e; MEI, Paulo Roberto. **Aços e ligas especiais**. 3. ed. São Paulo: Blucher, 2010. 646 p.

SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS - EUA. **J403 JUN 2000: Chemical Compositions of SAE Carbon Steels**. 2 ed. Warrendale: Sae, 2001. 8 p.

_____. **J404 APR 1994: Chemical Compositions of SAE Alloy Steels**. 2 ed. Warrendale: Sae, 2000. 5 p.

SOUZA, Sérgio Augusto de. **Composição Química Dos Aços**. São Paulo: Blucher, 1989. 134 p.

TREMARIN, Ronaldo Cesar. **Estudo Das Propriedades Mecânicas E Resistência À Corrosão Do Aço AISI 304 E Variantes Estabilizadas Com Nióbio**. 2007. 50 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

TSCHIPTSCHIN, André P.; GOLDENSTEIN, Hélio; SINÁTORA, Amilton. **Metalografia dos aços**. São Paulo: Associação Brasileira de Metais, 1988. 222 p.

VAN VLACK, Lawrence Hall. **Princípios de ciência dos materiais**. São Paulo: Editora Blucher, 1970. 427 p. Traduzido pelo Eng. Luiz Paulo Camargo Ferrão.

VANDER VOORT, George F. Color Metallography. **Microscopy Today**, Illinois, v. 1, n. 1, p.22-27, nov. 2005.

VANDER VOORT, G. F. (Asm International) (Ed.). **HANDBOOK: metallography and microstructures**. Materials Park, Ho: ASM Handbook, 2004. 2733 p. Volume 9.

_____. **Mettalography, principles and pratice**. 2 ed. New York: ASM International, 1984. 752 p.

ANEXO A – Composição química dos aços utilizados

Composição química aproximada dos aços utilizados.

Tipos de aço SAE	C:	Si:	Mn:	Smáx.:	Pmáx.:	Cr:	Ni:	Mo:
SAE 1045	0,45%	0,25%	0,75%	0,04%	0,04%			
SAE 4140	0,38% - 0,43%	0,15% - 0,35%	0,75% - 1%	0,04%	0,03%	0,8% - 1,1%		0,15% - 0,25 %
SAE 52100	1%	0,25%	0,35%			1,45%		
SAE 304	0,08%	1%	2%	0,03%		18% - 20%	8% - 11%	
SAE 420	0,15%	1%	1%	0,03%	0,04%	12% - 14%		

Fonte: O autor (2016), adaptado de Chiaverini (1998)

ANEXO B – Reagentes utilizados e suas revelações

Revelação dos reagentes utilizados	
Tipo de Reagente	Revelação
Nital (2%)	Perlita e cementita
Picral (2%)	Perlita e cementita
Cloreto férrico	Revelação de inclusões
Klemm I	Coloração da ferrita
Adler	Carbonetos
Fry	Carbonetos
Beraha 0	Revelação da ferrita
Beraha com cloreto de cádmio	Coloração da ferrita e perlita
Ralph	Ferrita
NaOH	Ferrita
HCl	Carbonetos de cromo nos aços inoxidáveis
Ácido oxálico	Grãos austeníticos
Marble	Carbonetos de cromo nos aços inoxidáveis
Vilella	Grãos austeníticos e carbonetos
Glicerina + água régia	Grãos austeníticos

Fonte: O autor (2016) adaptado de HANDBOOK (2004)