

CARACTERIZAÇÃO DE MICROCONSTITUINTES DE UM AÇO PARA TUBULAÇÕES POR ATAQUE SELETIVO - METALOGRAFIA COLORIDA

Daisy Martins Almeida, mdaisy@df.ufcg.edu.br¹

Theophilo Moura Maciel, theo@dem.ufcg.edu.br¹

Marco Antônio dos Santos, santos@dem.ufcg.edu.br¹

Selson Augusto Soares da Silva, selsonufcg@gmail.com¹

¹Universidade Federal de Campina Grande, Av. Aprígio Veloso, 822, Bodocongó, CEP: 58429-900, Campina Grande, PB

Resumo: Para um aço microligado, os ganhos em resistência, tenacidade e soldabilidade tornam-se possíveis através da combinação do uso de microligantes com um tratamento termomecânico adequado. Esta junção só é bem sucedida se a microestrutura do material for verdadeiramente conhecida. Entretanto, para o aço em estudo, a diferenciação destes microconstituintes é um tanto restrita a análise por microscopia eletrônica de varredura, pelo fato do mesmo possuir quatro fases distintas. Portanto o objetivo deste trabalho é parametrizar um ataque seletivo (metalografia colorida) de modo que os microconstituintes possam ser identificados por microscopia óptica.

Palavras-chave: Metalografia colorida, Aços API, Aços bainíticos, Aços para tubulações.

1. INTRODUÇÃO

A estrutura de uma liga é, invariavelmente, constituída de unidades denominadas elementos estruturais ou microconstituintes. O ramo da tecnologia que estuda e interpreta essas estruturas nos metais é chamado metalografia, processo que, além das informações sobre o comportamento da estrutura íntima da liga metálica, fornece subsídios complementares orientando assim, sobre as condições de aplicação tecnológica do produto.

A caracterização microestrutural de ligas metálicas é feita por vários métodos, dentre os quais, pela relativa facilidade e baixo custo, o método de ataque químico seletivo a uma superfície polida do material em exame. Este método baseia-se no princípio de que as diferentes fases têm potenciais químicos diferentes entre si, ocorrendo corrosões preferenciais, dando colorações diferenciadas às fases (VOORT, 1984).

A quantificação das fases é feita por metalografia quantitativa por técnicas manuais como contagem de pontos e intercepto linear ou por técnicas de análise de imagens que operam com a classificação de diferenças entre vários tons de cinza (BEHARA, 2006). Em ambos os casos é fundamental a obtenção de imagens com contraste suficiente através de ataque químico apropriado.

Em aços comerciais que possuem microestruturas relativamente simples, o reagente mais comum utilizado é o nital. Com o surgimento de novos aços como o advento dos aços bifásicos, bainíticos e multifásicos, foi constatada a limitação do nital para caracterização dessas microestruturas mais complexas.

No caso de aços bifásicos, quaisquer que sejam os parâmetros de tratamento térmicos, a microestrutura contempla outras fases além da ferrita e martensita. Nos aços bainíticos, é inevitável a presença de austenita retida na microestrutura, visto que a reação bainítica nunca se completa. É possível também que a microestrutura contenha uma fração pequena de martensita devido à transformação de parte da austenita residual durante o resfriamento final (HASHIMOTO et al., 2006).

Em todos esses aços citados, a análise microestrutural por microscopia óptica é extremamente difícil após ataque químico com nital. A conclusão consensual de quantos os que utilizam a técnica de ataque químico, é que não é possível caracterizar os constituintes de microestruturas complexas com somente um reagente, por não existir um tempo comum de ataque que revele todas as fases.

Le Pera (1980) trabalhou no melhoramento de contrastes utilizando vários ataques, sendo que o que lhe forneceu melhores resultados foi o que se baseava no metabissulfato de sódio, chegando assim a uma mistura, que forneceu ótimos resultados, 1% de metabissulfato 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 (Le Pera, 1980). 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 3%.

Para diferenciação das fases através de microscópio óptico o ataque que vem sendo empregado com maior sucesso é o de Le Pera Modificado (EILISEI et al., 2008). Este é composto de duas soluções: o reagente I e o reagente II. Utilizam-se 30 ± 2 ml do reagente I (1% de metabissulfito de sódio em água) e 30 ± 2 ml do reagente II (4g ácido pícrico em 100ml de etanol), que são colocados em diferentes béqueres.

O tempo de ataque pode variar dependendo da composição química do aço. O ataque é interrompido com álcool etílico seguido de um jato de ar frio para a secagem da amostra. A amostra é pré-atacada com nital para delinear os contornos de grãos. Neste ataque, a ferrita aparece azul-esverdeada, a bainita é marrom e a austenita e a martensita aparecem brancas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

O aço objeto de estudo deste trabalho é o API 5L X80 (de fabricação nacional) obtido de um projeto relacionado à sua produção e aplicação para dutos de transporte de fluidos. O material foi fornecido na forma de chapa com 16 mm de espessura de parede e sua composição química, obtida por espectroscopia de massa na Fundação Altivo, é apresentada na Tabela (1).

Tabela 1. Composição química do aço API 5L X80

Elemento (%)	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al
Material								
API 5L X80	0,041	0,192	1,654	0,016	0,005	0,142	0,023	0,032
Elemento (%)	Cu	Nb	Ti	Mo	V	B	CEIHW	PCM %
Material								
API 5L X80	0,024	0,063	0,013	0,212	0,031	0,0003	0,396	0,157

As amostras obtidas do tubo foram preparadas conforme as etapas convencionais de metalografia: embutimento a frio em resina acrílica, lixamento gradativo – da lixa 100 a 1200 – e, posteriormente, polimento com alumina de granulometria 1,0 μ m, 0,3 μ m e 0,05 μ m. Todas as atividades de metalografia, incluindo o ataque seletivo, foram realizados no Laboratório de Metalografia da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica no Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Federal de Campina Grande, Paraíba.

2.1. Aço API 5L X80

O material em estudo é um aço API 5L X80 ferrítico-bainítico de carbono ultra baixo. As boas características destes aços baseiam-se no conceito de que se o teor de carbono for extremamente baixo os carbonetos entre placas da bainita convencional podem ser completamente eliminados. Estes aços apresentam excelentes combinações de boas tenacidade, resistência mecânica e soldabilidade sendo adequados para uso em tubulações de alta resistência mecânica (Yang,1995). As características são resultado de microestrutura composta de ferrita primária e de bainita com ilhas de austenita retida mais martensita A-M ou bainita globular.

2.2. Ataque seletivo

Após o lixamento e polimento, as amostras foram pré-atacadas com Nital 1% - por aproximadamente 10 segundos - e em seguida submetidas a um fluxo de água corrente para a interrupção do mesmo e um jato de ar quente para secagem. Este pré-ataque tem a função de evidenciar os contornos de grão, já que o reagente Le Pera colore apenas as fases.

Posteriormente, foi realizado o ataque seletivo Le Pera modificado, que consiste em duas soluções: o reagente I e o reagente II. Utilizou-se cerca de 30 ± 2 ml do reagente I (1% de metabissulfito de sódio em água) e 30 ± 2 ml do reagente II (4g ácido pícrico em 100 ml de etanol), que foram resfriados a aproximadamente 5°C e dispostos em diferentes béqueres. As amostras foram atacadas, por imersão em ambiente resfriado, inicialmente com o reagente I durante 70 segundos e imediatamente depois foram atacadas com o reagente II por 60 segundos. A interrupção do ataque químico foi realizada com a aplicação de álcool etílico seguido de um jato de ar frio para a secagem das amostras.

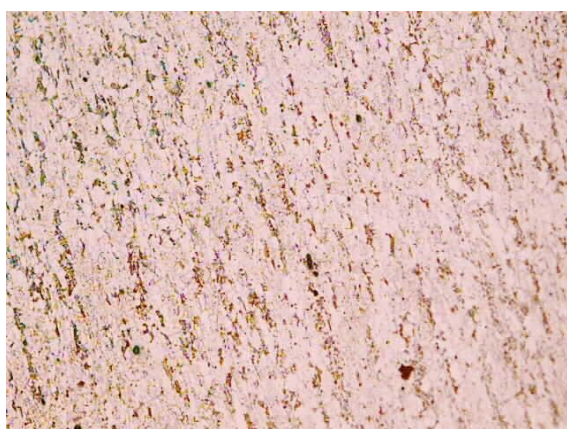
Para se chegar às condições ideais do ataque, foram realizadas várias tentativas, modificando-se a ordem de ataque dos reagentes e o tempo de exposição ao ataque.

2.3. Microscopia óptica

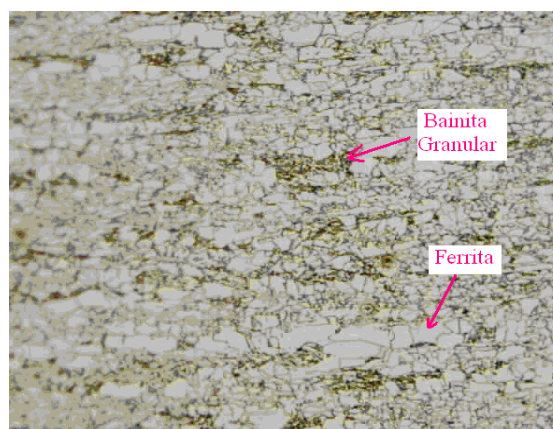
Para a devida caracterização microestrutural foi utilizado o microscópio óptico OLYPUMS BX51M, com aumentos de 500x e 1000x para a análise qualitativa do ataque. Foram capturadas cerca de 10 micrografias para cada fator de aumento.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

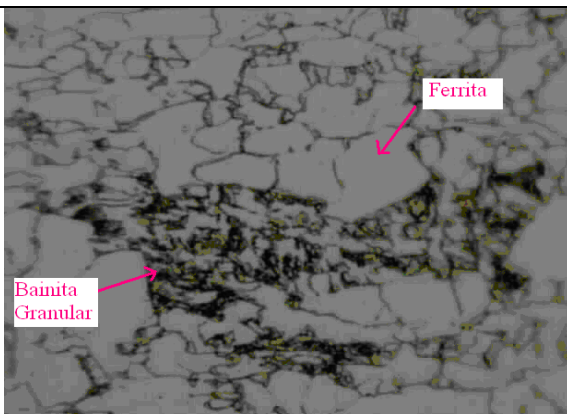
A primeira caracterização foi feita com procedimento de ataque convencional: 1 ml de ácido nítrico (HNO_3) diluído em 99 ml álcool etílico (Nital a 1%), tanto para a microscopia óptica quanto para a eletrônica de varredura, Fig. 1. O ataque com Nital a 1% revelou bem morfologia da ferrita, mas, não conseguiu definir a bainita. Vale salientar que este ataque promove um bom relevo para a análise via microscopia eletrônica de varredura –MEV.



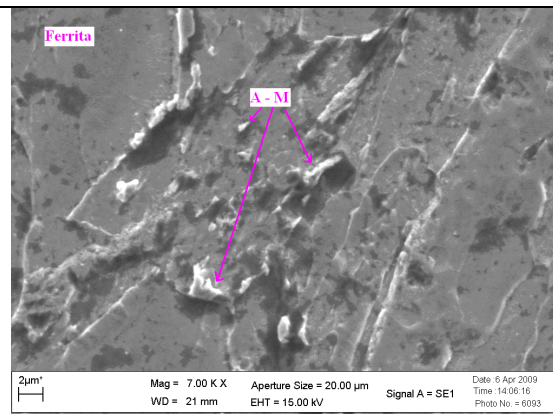
a. Metal Base – Microestrutura alinhada no direção de laminação – 200x – Nital 1%



b. Metal Base– microestrutura bandeada – 200x – Nital 1%



c. Metal Base– ferrita e bainita granular – 1000x – Nital 1%



d. Metal Base – detalhe da bainita granular – 7000x – Nital 1%

Figura 1. Caracterização da microestrutura por procedimento de ataque convencional – Nital a 1%

Logo após o ataque químico seletivo foram identificadas as fases presentes no material. Como esperado, encontrou-se ferrita, bainita e o constituinte martensita + austenita retida (MA), que possuam tons de azul-esverdeado, marrom-alaranjado e a cor branca, respectivamente.

Pôde-se perceber mesmo através de análise qualitativa que se trata de um aço ferrítico pois a porção de ferrita, azul-esverdeada, nestes aços é maior que a da bainita, Fig. 2. A ferrita apresenta-se mais “limpa”, sem emaranhados; a bainita é mais “desordenada” e está associada aos MA, brancos e prismáticos.



a. Percebe-se que a estrutura é composta principalmente de ferrita (azul-esverdeado).



b. Estrutura predominantemente ferrítica

Figura 2. Micrografia com 1000x de aumento.

A Fig. 3 mostra o ataque realizado a temperatura ambiente. Podemos perceber que ocorre uma alteração na coloração da ferrita (azul) que deveria ser azul-esverdeada. Isto pode ser contornado por uma análise aprofundada da relação tempo-temperatura do ataque seletivo.

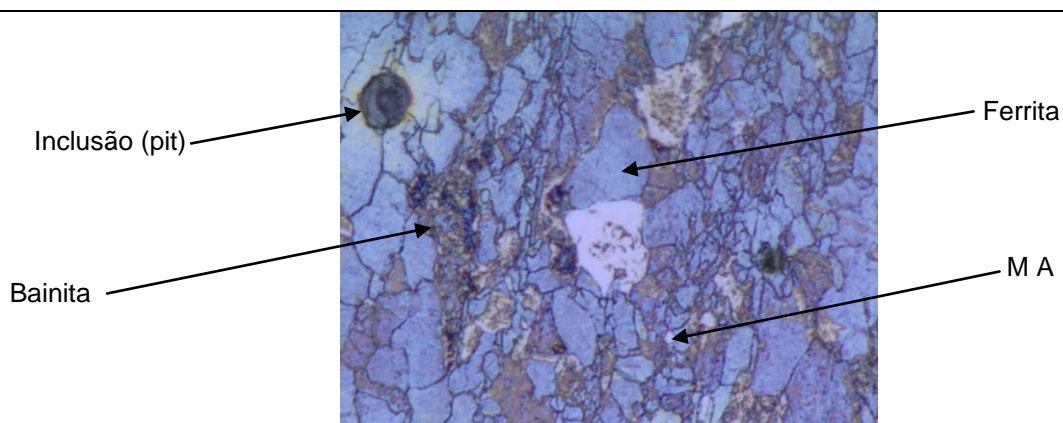


Figura 3. Metal Base – Microestrutura atacada com reagente a temperatura ambiente – 1000x

O ataque diferenciado apresenta alta sensibilidade á temperatura, pois deposita um filme sobre a amostra e sua cinética é função da temperatura dos reagentes, além da temperatura do próprio ataque. A temperatura do jato de ar de secagem também influencia na qualidade do filme podendo comprometer a imagem resultante.

A redução da temperatura permite que o ataque se processe a tempos maiores favorecendo o ajuste de procedimentos o que resulta em melhoria das imagens obtidas.

Este procedimento de ataque permite a diferenciação dos microconstituintes facilitando os procedimentos de metalografia quantitativa e microdureza, dispensando a utilização de microscopia eletrônica permite também maior segurança para os procedimentos de quantificação de microconstituintes

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

- O procedimento se mostrou adequado á diferenciação dos microconstituintes ferrita, bainita e MA;
- O ataque diferenciado apresenta alta sensibilidade á temperatura dos reagentes e a temperatura do jato de ar secagem;
- A utilização do ataque a temperatura ambiente representa uma boa alternativa, pois não exige cuidados com o controle de temperatura, o que ocorre no ataque resfriado. Entretanto, deve-se analisar a relação: composição-tempo-temperatura;
- Percebeu-se a necessidade do controle mais rigoroso da temperatura do banho térmico.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pela concessão da bolsa PIBIC; á FINEP pelo financiamento do projeto, ao LRSS/UFGM - Laboratório de Robótica, Soldagem e Simulação da Universidade Federal de Minas Gerais pela participação; à Fundação Altivo S/A pela análise química e ao LSM/UFPb – Laboratório de Solidificação e Materiais da Universidade Federal da Paraíba pelas imagens por MEV.

6. REFERÊNCIAS

BEHARA, E.; SHPIGLER, B., 1977, Color Metallography. Metals Park, Ohio, American Society for Metals.

EILISEI, C.C.A.I; HASHIMOTO, T. M.I; ABDALLA, A.J.II; PEREIRA, M.S. I., 2008, Caracterização mecânica e microestrutural de um aço baixo carbono microligado com estrutura multifásica, Revista Matéria, v. 13, n. 2, pp. 398 – 404.

HASHIMOTO, T. M.; SILVA, A. P.; PEREIRA, M. S.; ABDALLA, A. J. Caracterização microestrutural de aços multifásicos por técnica de tríplice ataque. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu, PR. p. 2 - 4.

Le PERA, F. S., 1980, Improved Etching Tecnique to Emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel. In: Journal of Metals. p. 38-39.

MATLOCK, D. K.; KOT, R. A.; MORRIS, J. W. Structure and properties of dual – phase steel. Warrendale: TMS – AIME, 1979.p. 91 – 117.

VOORT, G.E.V. Metallography: principles and practice. New York: Mc Graw – Hill, 1984. p.166 – 172.

YANG, J. R., HUANG, C. Y., CHIOU, C. S., The Influence of Plastic Deformation and Cooling rates in the Microstructural Constituents of an Ultra Low Carbon Bainitic Steel, ISIJ International, v. 35, n. 8, p. 1013-1019, 1995

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluídos no seu trabalho.

MICROCONSTITUENT CHARACTERIZATION OF A STEEL PIPES FOR ATTACK BY SELECTIVE - COLOR METALLOGRAPHY

Selson Augusto Soares da Silva, selsonufcg@gmail.com¹

Daisy Martins Almeida, mdaisy@df.ufcg.edu.br¹

Theóphilo de Moura Maciel, theo@dem.ufcg.edu.br¹

Marco Antônio dos Santos, santos@dem.ufcg.edu.br¹

¹Federal University of Campina Grande, Av. Aprígio Veloso, 822,Bodocongó, Zip Code: 58429-900, Campina Grande, PB

Abstract: For a microalloyed steel, the gains in strength, toughness and weldability are made possible by combining the use of alloying with a suitable thermomechanical treatment. This junction is only successful if the microstructure of the material is truly known. However, for the steel studied, their differentiation microconstituents is somewhat restricted to analysis by scanning electron microscopy, since the device has four distinct phases. Therefore, the purpose of this study is to parameterize a selective attack (metallography color) so that the microconstituents can be identified by optical microscopy.

Keywords: Colored Metallography, API Steels, Bainite Steels, Steels for pipes.

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.