

# ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE AÇOS INOXIDÁVEIS ALTAMENTE LIGADOS: DA AMOSTRAGEM À INTERPRETAÇÃO

*Prof. Dr. Marcelo Martins*<sup>(1)</sup>  
*Prof. Dr. Luiz Carlos Casteletti*<sup>(2)</sup>  
*Eng. MSc. Luiz Fernando Bonavina*<sup>(3)</sup>  
*Eng. Leonardo Rodrigues Nogueira Forti*<sup>(4)</sup>

*(1) Gerente Industrial da SULZER BRASIL S/A e Professor do Centro Universitário Salesiano de São Paulo (UNISAL) – Divisão de Americana – SP.*

*(2) Professor Associado do Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística da Escola de Engenharia de São Carlos (EESC) da Universidade de São Paulo - USP.*

*(3) Engenheiro de Materiais e Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (DEMA – UFSCar).*

*(4) Engenheiro de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (DEMA – UFSCar).*

## INTRODUÇÃO

Uma das técnicas mais simples e eficazes para a caracterização de materiais é a análise microestrutural, tanto por meio de microscopia óptica, como por meio de microscopia eletrônica de varredura. Quando necessário, técnicas adicionais tais como análises químicas, difração de raios-x e micro análises são também utilizadas para esse fim.

Os aços inoxidáveis altamente ligados, no estado bruto de fundição ou envelhecidos após o tratamento térmico de solubilização e resfriamento em água, apresentam grandes quantidades de fases cristalinas precipitadas no estado sólido e que influenciam significativamente nas suas propriedades, tais como: resistência à corrosão, características mecânicas, químicas, térmicas, elétricas e ópticas. Assim, para evitar a presença de fases indesejáveis, que normalmente fragilizam e comprometem a resistência à corrosão, é preciso conhecer o seu processo de formação, bem como as temperaturas de dissolução e a maneira de evitar a re-precipitação das mesmas.

A preocupação principal dos engenheiros de materiais e metalurgistas é o projeto da microestrutura final dos materiais metálicos, de tal forma que proporcionem desempenhos otimizados, a um custo relativamente baixo, para manter a competitividade num mercado altamente exigente.

Nessa linha de raciocínio o objetivo deste trabalho é ressaltar conceitos sobre as microestruturas, comentar os aspectos da caracterização microestrutural, bem como exibir algumas micrografias de aços inoxidáveis, em diferentes condições de processamento e preparação, para ilustrar a técnica de análise microestrutural.

## DEFINIÇÕES

### **O que é uma microestrutura?**

Metais, normalmente apresentam-se na forma cristalina quando no estado sólido. A estrutura dos cristais de um metal sólido refere-se à forma interna ou ao arranjo dos átomos num padrão tri-dimensional ordenado e repetitivo [1].

Objetos metálicos comuns são policristalinos, isto é, são constituídos de um agregado de vários cristais muito pequenos, denominados de grãos. Determinados componentes metálicos, tais como os fundidos, podem apresentar grãos muito grandes e grosseiros sendo até observados a olho nu. Essas estruturas são denominadas de macroestruturas.

Tipicamente, os grãos de um componente metálico são muito pequenos e na maioria das vezes não são vistos a olho nu. As características estruturais desses minúsculos cristais são observadas usando-se microscópios ópticos ou eletrônicos, em aumentos maiores que 100 vezes. Estruturas que requerem tais aumentos para suas respectivas observações, são chamadas de microestruturas.

### **Por que a microestrutura de um material é importante?**

Dentre os aspectos mais importantes dos materiais de uso na engenharia está a sua microestrutura, que é uma consequência da composição química, da "história térmica" e do processamento, que influenciam marcadamente nas suas propriedades e conseqüentemente no seu desempenho. Dessa forma, estudando a microestrutura de um material obtém-se informações importantes, que associadas à composição e ao método de conformação mecânica, permitem prever suas características e o seu comportamento durante a aplicação.

A interpretação das microestruturas requer um entendimento do processo pelo qual elas são formadas. A Metalurgia Física fornece muitas explicações a respeito das microestruturas, por meio do estudo das várias etapas de fabricação.

Informações sobre tamanho de grão, inclusões, impurezas, fases secundárias, porosidades, segregação e defeitos superficiais, dão uma boa idéia de como o material era originalmente e das transformações sofridas por processamentos subseqüentes. As análises microestruturais permitem obter informações de como o material foi produzido, bem como da sua qualidade resultante.

### **Para que são usadas as análises microestruturais?**

As técnicas de exames micro e macroestruturais são empregadas em áreas tais como: controle de qualidade de rotina, análises de falhas e nas pesquisas e desenvolvimentos. Em termos de controle de qualidade, a análise microestrutural é usada para determinar se os parâmetros estruturais estão dentro de certas especificações padronizadas por normas. Ela é usada como um critério de aceitação ou rejeição. As características microestruturais mais consideradas são: tamanho de grão, quantidade de impurezas, fases secundárias, porosidades e segregações. Essas características podem ser quantificadas ou medidas e comparadas a um critério de aceitação.

A análise microestrutural é também usada nas investigações de falhas em componentes mecânicos, com o intuito de determinar as causas das mesmas. Tais falhas podem ocorrer devido à seleção de um material impróprio para a aplicação a que se destina e também por um controle de qualidade deficiente. A análise de um componente avariado pode identificar se houve erros durante o processo de fabricação, ou se as condições de trabalho provocaram alterações na microestrutura.

No campo da pesquisa e desenvolvimento, as análises microestruturais são utilizadas para confirmar se as microestruturas projetadas ocorreram realmente na prática e se alterações no processamento, ou no tratamento térmico, provocaram mudanças na estrutura interna.

### **O que é a metalografia?**

Metalografia é o estudo da estrutura interna dos metais. Ela inclui as técnicas usadas para preparação das amostras, o exame microscópico e a interpretação das microestruturas. A preparação dos corpos de prova é uma parte importante do processo, pois assegura a correta observação e interpretação das estruturas internas. Entende-se por preparação, as etapas de seleção da parte de um componente a ser observada, o seccionamento ou corte, o lixamento numa seqüência de lixas adequadas, o polimento com partículas abrasivas (alumina ou diamante) e finalmente o ataque com reagente químico apropriado, que deve ser escolhido em função do microconstituente a ser revelado.

Cuidados devem ser tomados durante a preparação para que não se induza a conclusões equivocadas, fato muito comum quando o processo de lixamento e/ou polimento produz encruamento, devido às tensões cisalhantes, na superfície a ser observada.

Muitas vezes, torna-se necessário observar determinadas estruturas antes do ataque químico, principalmente em materiais cujos microconstituintes apresentam grandes diferenças na reflectividade da luz, ou quando existe uma diferença significativa nas durezas desses microconstituintes, onde é possível observar estruturas em relevo. O exame metalográfico com o corpo de prova na condição polido e sem ataque químico, é muito utilizado para análise de partículas inclusionárias e microporosidades causadas pela contração volumétrica, durante a mudança de estado no processo de solidificação, ou para a observação da grafita em ferros fundidos.

Por outro lado, muitos materiais precisam ser atacados para revelar suas respectivas microestruturas. O ataque é um processo de corrosão controlado, ocorrendo a dissolução seletiva da estrutura, produzindo uma superfície topográfica que reflete diferencialmente a luz e formando assim a imagem.

### MICROGRAFIAS DE ALGUNS TIPOS DE AÇOS INOXIDÁVEIS.

As Figuras 1, 2 e 3 mostram as micrografias ópticas de um aço inoxidável super dúplex da norma ASTM A890/A890M Grau 1C [2], no estado bruto de fundição, fundido em molde de areia.

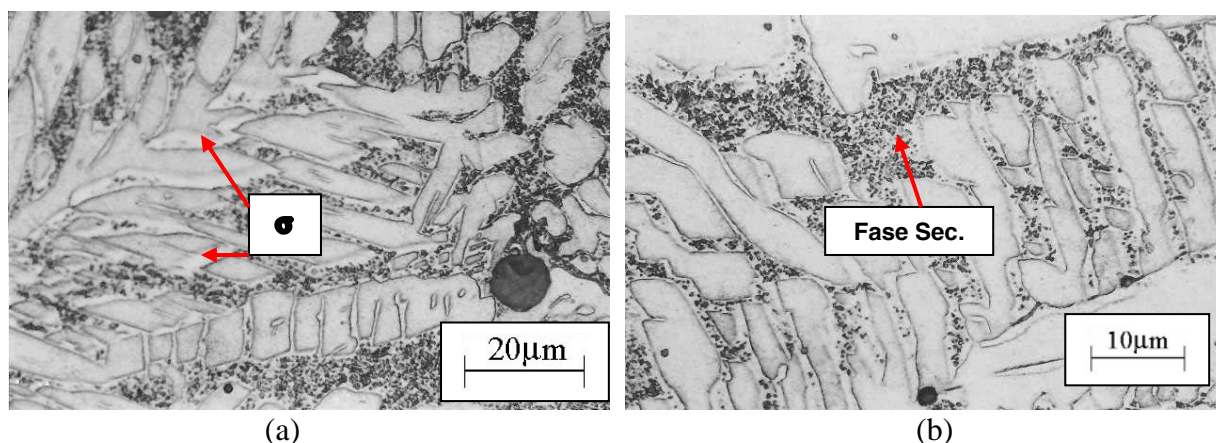


Figura 1. Aço inox super dúplex ASTM A890 Grau 1C, no estado bruto de fundição. Ataque: Água Régia.

Microestrutura composta por uma matriz ferrítica apresentando partículas arredondadas de uma fase secundária, provavelmente um carboneto complexo, austenita precipitada com morfologia assemelhando-se a pequenas "ilhas" e fase sigma nas interfaces ferrita/austenita, com coloração branca, mais evidente na Figura 1(a).

Na Figura 2 tem-se a micrografia do material no estado bruto de fundição, mostrando a fase ferrítica com coloração azul, a fase austenítica com coloração bege e a fase sigma de cor branca, precipitada nas interfaces ferrita/austenita.

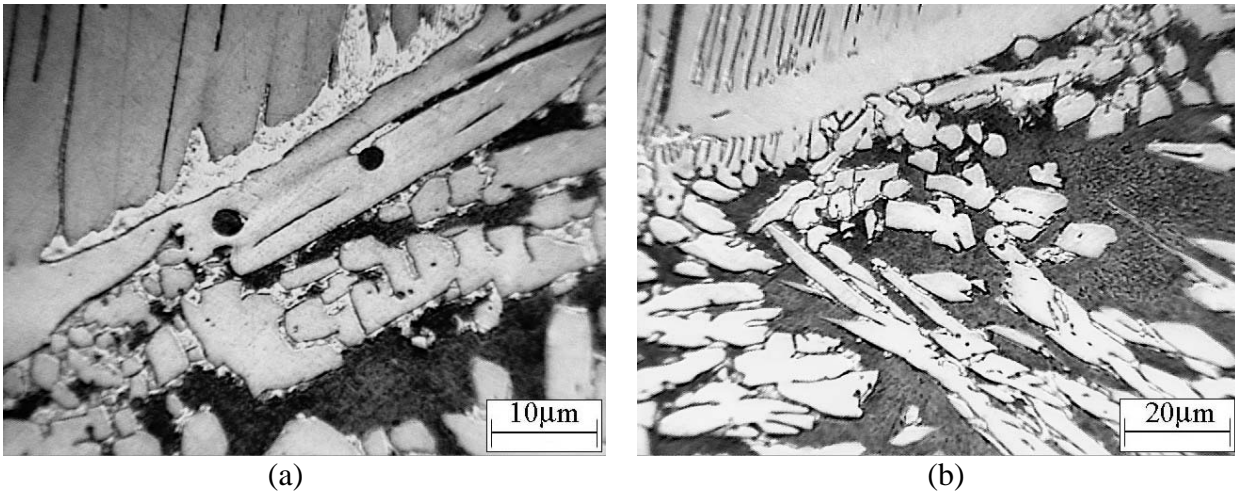


Figura 2. Material: ASTM A890 Grau 1C no estado bruto de fundição. Ataque: Beraha II.

Na Figura 3 é apresentada a micrografia eletrônica de varredura do mesmo aço, utilizando-se elétrons secundários, mostrando praticamente duas fases na microestrutura: a austenita ( $\gamma$ ) com morfologia de "ilhas" e a fase sigma ( $\sigma$ ), com um tom de cinza mais claro. Nessas imagens, a fase ferrítica, que forneceu elementos de liga como cromo e molibdênio para a precipitação da fase sigma, ficou empobrecida nesses elementos e foi totalmente corroída pelo reagente. Isso pode ser visualizado pelos vazios entre a austenita e a fase sigma (regiões escuras).

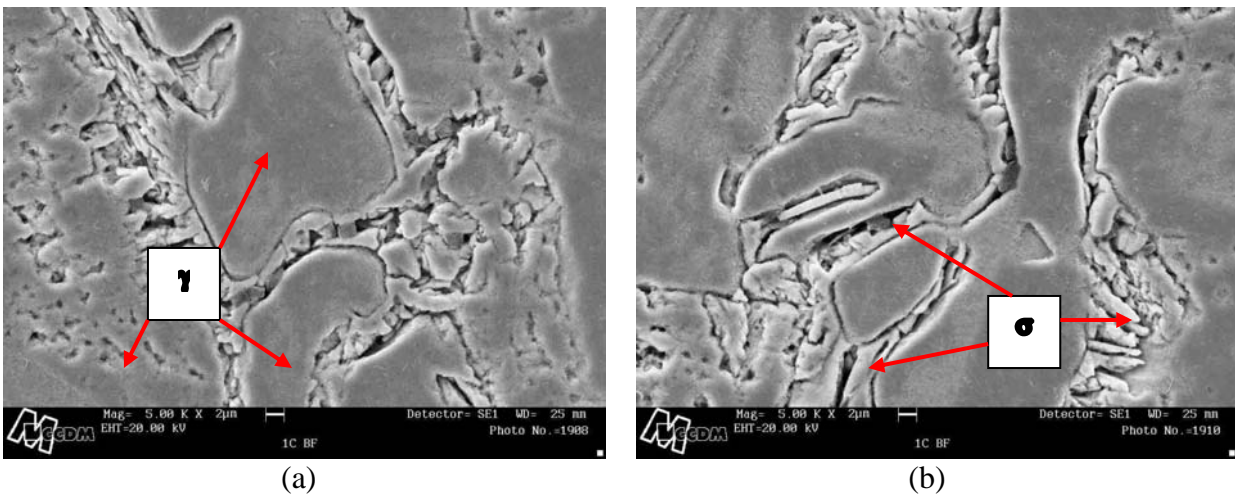


Figura 3. Material: ASTM A890 Grau 1C no estado bruto de fundição. Ataque: Água Régia modificada com Ácido Acético.

Essa seqüência de figuras, mostrando o material na mesma condição de processamento, ressalta a importância da seleção do reagente para a revelação da microestrutura. Aliado a isso, a experiência e o conhecimento do metalurgista são de grande relevância para a caracterização, pois deve-se ir ao microscópio sabendo-se exatamente o que espera-se encontrar, que não é nada mais do que se projetou como estrutura interna.

Os tratamentos isotérmicos de envelhecimento a 800°C e 880°C, realizados em amostras do material ASTM A890 Grau 1C promoveram mudanças na morfologia de algumas fases, conforme mostram as Figuras 4 e 5.

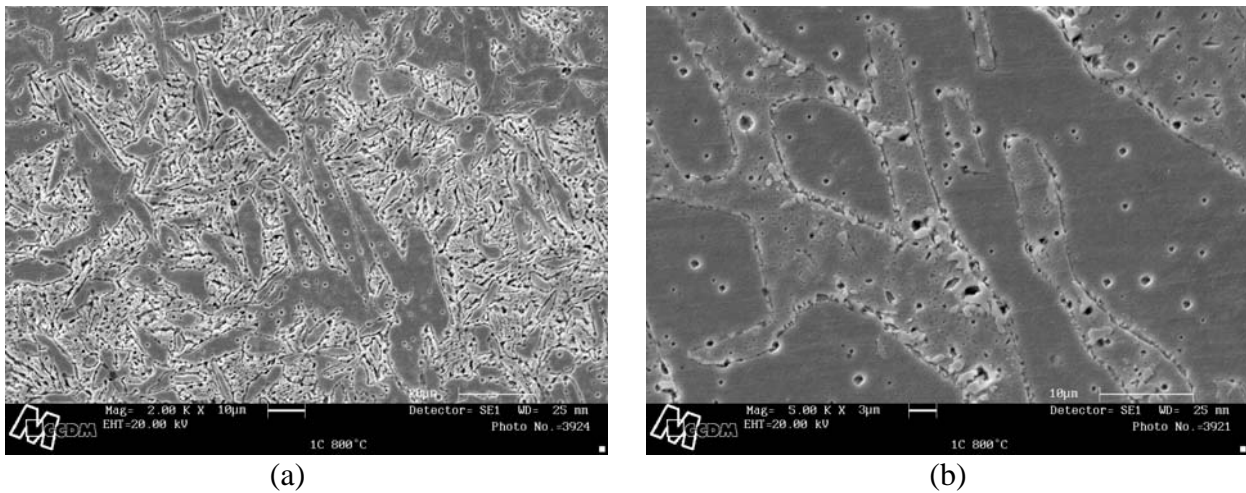


Figura 4. Material: ASTM A890 Grau 1C envelhecido a 800°C. Ataque: Água Régia.

A Figura 4 ilustra duas regiões da amostra exibindo proporções diferentes de fase sigma. Na Figura 4(a) existe uma concentração volumétrica maior porque essa região do corpo de prova estava debaixo da luva exotérmica, utilizada para a alimentação no processo de fundição. Assim, durante o resfriamento de solidificação, houve uma segregação de elementos de liga (cromo e molibdênio) nessa região, porque foi a última a solidificar-se, e o tratamento térmico de solubilização não conseguiu homogeneizar a distribuição desses elementos ao longo do corpo de prova, devido às suas baixas mobilidades atômicas.

Dessa forma, o tratamento térmico de solubilização seguido por resfriamento em água, foi eficaz em dissolver toda fase sigma formada durante o resfriamento de solidificação, porém, devido às altas concentrações de cromo e molibdênio, especificamente nessa região da matriz, o tratamento isotérmico de envelhecimento provocou uma intensa precipitação local de fase sigma.

Analisando a Figura 4(b) verifica-se que a concentração de fase sigma é bem menor, pois trata-se de uma região na extremidade do corpo de prova e, portanto, distante do ponto de alimentação, onde o resfriamento é bem mais rápido e o sólido formado retém menor quantidade de átomos de soluto quando comparado às regiões nas proximidades das luvas.

Em resumo, são mostradas duas regiões diferentes de um mesmo corpo de prova, com concentrações variadas de precipitados. Isso evidencia a importância do local de retirada das amostras para análise microestrutural, pois elas podem não representar a realidade do material.

A Figura 5 ilustra duas micrografias eletrônicas de varredura para o aço inoxidável super dúplex ASTM A890 Grau 1C envelhecido a 880°C, após tratamento térmico de solubilização e resfriamento em água.

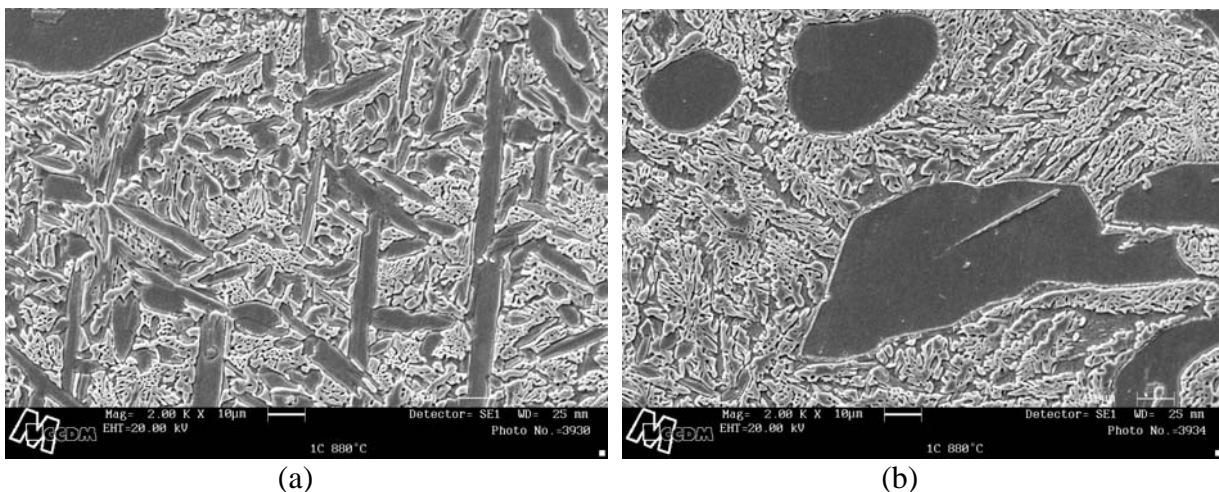


Figura 5. Material: ASTM A890 Grau 1C, envelhecido a 880°C. Ataque: Água Régia.

Microestrutura constituída somente por fase sigma e austenita, sendo a austenita primária composta por grandes regiões na forma de "ilhas" arredondadas e "agulhas" e a secundária (junto a fase sigma), que precipitou por meio de uma reação de decomposição eutetóide da ferrita delta.

A fase sigma apresenta-se com uma morfologia rendilhada, diferente daquela mostrada na Figura 4, que se encontra na forma de blocos. A diferença nas durezas da austenita e da fase sigma torna a microestrutura em relevo, pois a fase mais dura (sigma) é menos desgastada pelo polimento mecânico, quando comparada à fase mais mole (austenita).

O efeito desse tratamento isotérmico a 880°C promoveu quase que a total decomposição da fase ferrítica e para confirmação desse fato, não basta apenas uma análise microestrutural. É preciso utilizar outra técnica de caracterização, como por exemplo: microanálise e difração de raios-x.

Outro aço da mesma família, porém com composição química um pouco diferente, cuja microestrutura assemelha-se muito, é o ASTM A890 Grau 6A. Também considerado um aço inoxidável super dúplex, pois apresenta  $PRE_N$  acima de 40, tem sido muito selecionado para aplicações em ambientes marinhos, tais como nas plataforma "off shore" [3].

A Figura 6 mostra duas micrografias de dois corpos de prova, que foram submetidos a resfriamentos diferentes após fundição em moldes de areia de sílica.

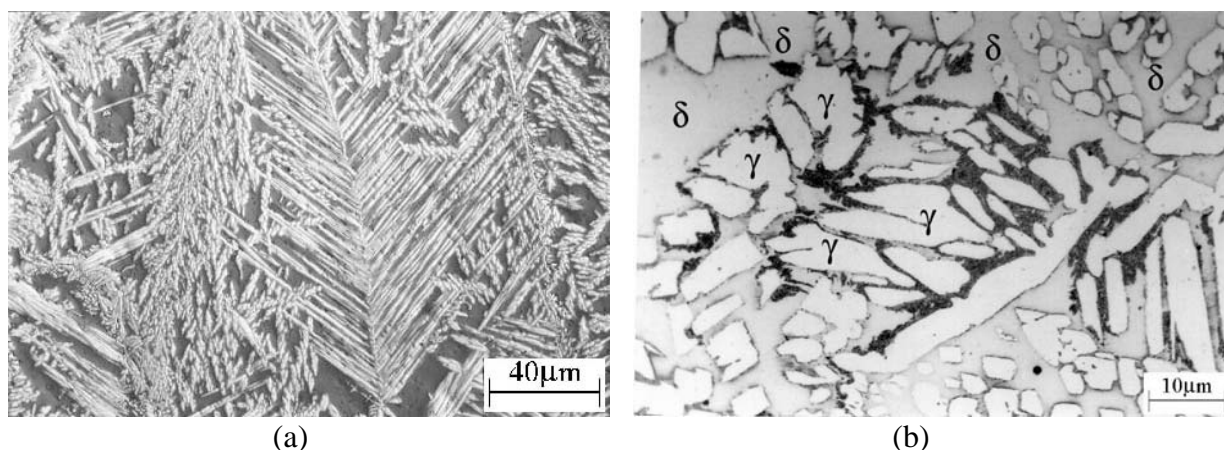


Figura 6. Material: ASTM A890 Grau 6A, no estado bruto de fundição. Ataque: (a) Reagente de Beraha II e (b) Reagente de Murakami.

A Figura 6(a), referente a uma amostra fundida em molde de areia e com resfriamento ao ar, mostra a fase ferrítica, com coloração azulada, e a fase austenítica precipitada na forma acicular, com coloração amarelada. Nota-se a presença de austenita de Widmanstätten, com morfologia similar a uma "espinha de peixe". Essa estrutura aparece quando ocorre uma combinação favorável entre composição química e resfriamento rápido no estado sólido.

Para essa condição, a quantidade de fase sigma precipitada é muito pequena e em algumas regiões, como a que aparece na figura, ela é inexistente.

Na Figura 6(b) mostra-se a microestrutura de outra amostra desse aço, porém, resfriada dentro do molde. Observa-se a ferrita ( $\delta$ ) e a austenita ( $\gamma$ ) mais grosseira, precipitada com formas arredondadas e alongadas, assemelhando-se a "ilhas" e as interfaces ferrita/austenita apresentam precipitações de fase sigma. Neste caso, o reagente de Murakami delineou os contornos da austenita e realçou a fase sigma em marron.

Nesses exemplos, fica evidenciada a importância da velocidade de resfriamento na microestrutura bruta de fundição. A partir dessa análise, o metalurgista pode elaborar um plano de tratamento térmico apropriado à microestrutura. Em determinadas situações, a precipitação de fase sigma é tão intensa, que o fundido pode trincar durante o aquecimento do tratamento térmico de solubilização, ou mesmo logo após a desmoldagem.

Após tratamento térmico de solubilização e resfriamento em água, toda fase sigma é dissolvida e a microestrutura apresenta-se composta somente por ferrita (matriz) e austenita. Todas as fases secundárias são dissolvidas e os átomos de soluto estão presentes em solução sólida tanto na ferrita quanto na austenita e o resfriamento rápido evita que eles tornem a precipitar.

Quando um tratamento isotérmico é realizado num aço inoxidável super dúplex no estado solubilizado, vários compostos intermetálicos, ou fases carbônicas precipitam na microestrutura. As morfologias com que essas fases se apresentam dependem das temperaturas nas quais são feitos os tratamentos térmicos e para uma análise adequada, recomenda-se que sejam utilizadas as técnicas de microscopia óptica e eletrônica de varredura.

As Figuras 7 (a) e (b) ilustram a microestrutura do material ASTM A890 Grau 6A, envelhecido a 920°C por duas horas, obtidas por meio de microscopias óptica e eletrônica respectivamente.

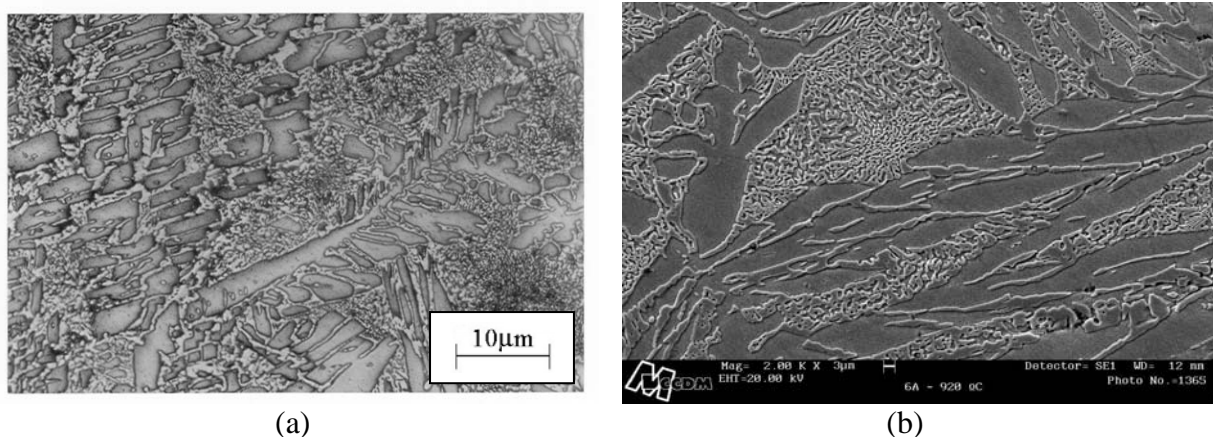


Figura 7. ASTM A890 Grau 6A, envelhecido a 920°C. Ataques: (a) Reagente de Beraha II, (b) Água Régia.

Com o aumento utilizado na micrografia da Figura 7(a) não foi possível obter boa resolução a respeito da morfologia da fase sigma, pois nessa temperatura prevaleceu a forma rendilhada em detrimento da forma de blocos.

Porém, usando-se feixe de elétrons, ao invés de luz, a morfologia da fase sigma ficou bastante nítida, conforme Figura 7(b), uma vez que o aumento utilizado foi bem maior.

Uma variação de apenas 20°C na temperatura de envelhecimento, é capaz de promover alterações na morfologia da austenita e da fase sigma, conforme ilustrado na Figura 8.

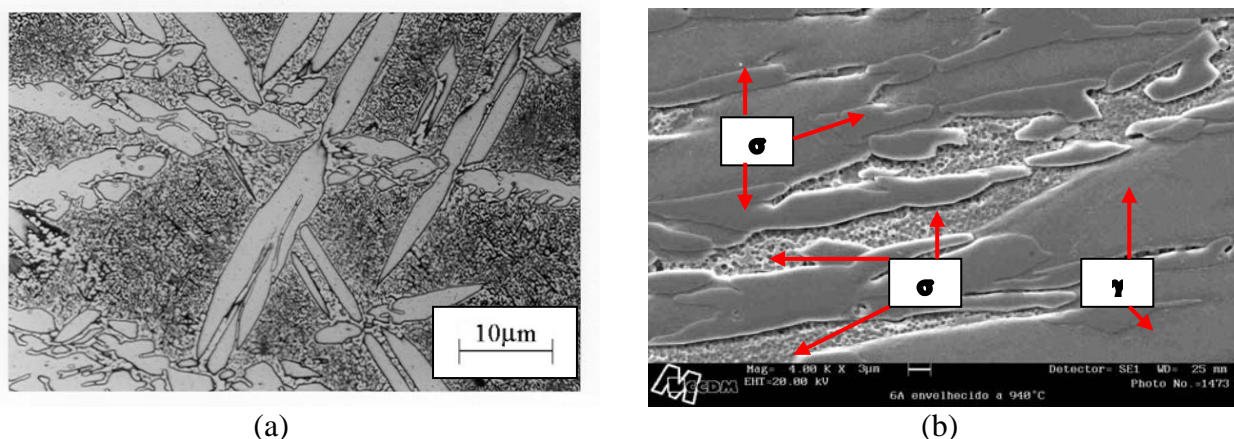


Figura 8. Material: ASTM A890 Grau 6A, envelhecido a 940°C. Ataques: (a) Reagente de Beraha II, (b) Água Régia.

Nas imagens obtidas por meio de microscopia óptica, só é possível observar as diferenças nas morfologias da fase austenítica, Figuras 7(a) e 8(a), sendo que a primeira lembra formas dendríticas e a segunda apresenta perfis mais alongados.

Com relação às micrografias eletrônicas, é possível ver que o aumento de 20°C na temperatura de envelhecimento, alterou a forma geométrica da fase sigma, sendo que para a amostra envelhecida a 940°C houve predominância da aparência de blocos e a estrutura rendilhada ficou extremamente fina.

No caso específico da técnica de microscopia eletrônica de varredura, muito utilizada quando se necessita de grandes resoluções, ainda é possível variar os tipos de elétrons, cujas reflexões vão formar diferentes tipos de imagens. Assim, os elétrons secundários, mais superficiais e também preferidos para observações de estruturas em relevo, geram imagens com um tom de cinza homogêneo, ao contrário dos elétrons retro-espalhados, que por serem mais profundos, interagem muito mais com a amostra. Dessa forma, as imagens geradas por esses elétrons apresentam tonalidades de cinzas diferentes, sendo mais claras quanto mais elementos de maior peso atômico estiverem presentes na composição da fase observada.

A Figura 9 mostra duas micrografias eletrônicas de varredura, da mesma amostra e também da mesma região, obtidas por elétrons de naturezas diferentes.

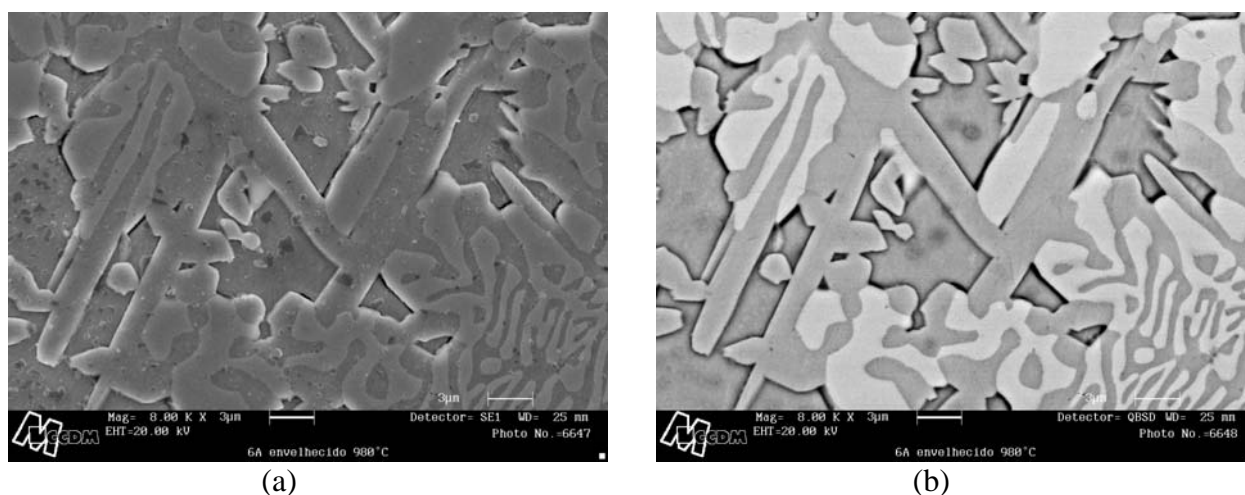


Figura 9. Material: ASTM A890 Grau 6A envelhecido a 980°C. (a) Elétrons secundários, (b) elétrons retro-espalhados.

Nota-se que as regiões são exatamente as mesmas, porém para distinguir as fases presentes, a imagem obtida por meio de elétrons retro-espalhados é mais conveniente.

A fase sigma, com maiores concentrações de cromo e molibdênio, apresenta uma tonalidade de cinza muito mais clara que a ferrita e a austenita, cujas diferenças de colorações não são muito perceptíveis.

Numa análise metalográfica, a escolha do reagente químico é de vital importância, pois ela deve ser baseada no microconstituente que se deseja revelar, sem prejuízo da estrutura em si. Um exemplo típico disso consiste na identificação de carbonetos complexos de cromo e molibdênio em estruturas bruta de fundição, nos aços inoxidáveis austeno-ferríticos, tal como o ASTM A351 Grau CF8M.

A Figura 10 mostra a micrografia desse aço após fundição em molde de areia de sílica, com o respectivo resfriamento "in loco".

Sua microestrutura é composta por uma matriz austenítica, com ferrita delta precipitada na forma de "ilhas". Observa-se uma estrutura em relevo, com a ferrita num plano superior em relação à austenita, Figura 10 (a).



Com maior resolução, nota-se que a fase ferrítica está interligada na forma de uma rede contínua e é possível constatar a presença de carbonetos complexos precipitados na interface ferrita/austenita, com crescimento na direção da ferrita, Figura 10 (b).

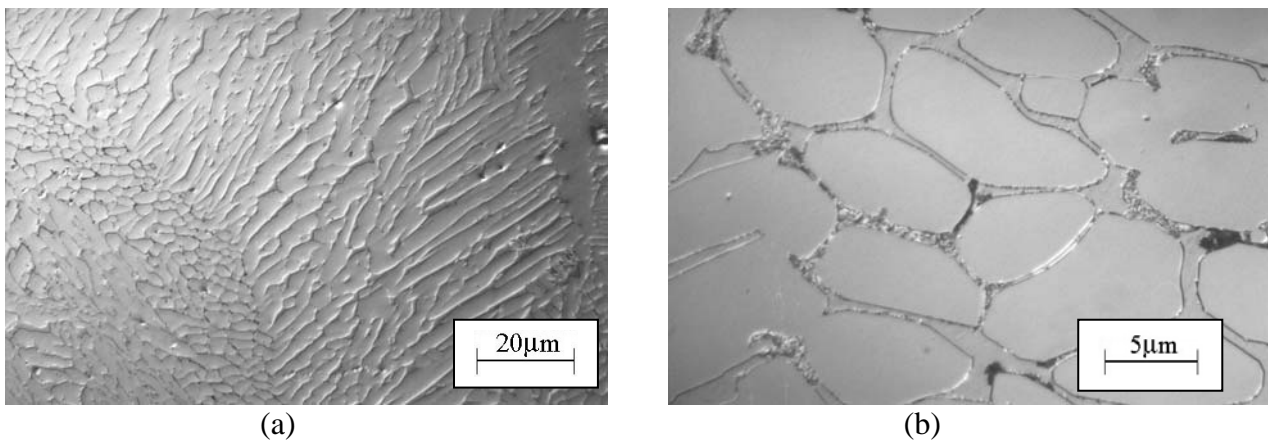


Figura 10. Material: ASTM A 351 Grau CF8M, estado bruto de fundição. Ataque: Ácido Oxálico (10%) eletrolítico.

Neste caso foi utilizado um filtro azul para proporcionar maior contraste na observação, constituindo-se numa prática comum em análises microestruturais.

O metalurgista deve utilizar todos os recursos disponíveis em termos de preparação, ataque e observação, seja ela em microscópio óptico ou eletrônico, com o intuito de obter imagens que representem na íntegra o material analisado.

Como proposto inicialmente, o artigo tratou de algumas práticas que vão desde a amostragem, passando pelos reagentes, pelos aumentos, além do tipo de radiação utilizada (luz ou feixe de elétrons) com o propósito de elucidar, através das micrografias, a importância e o benefício que a análise microestrutural pode trazer quando utilizada corretamente.

### CONSIDERAÇÕES.

- Os reagentes químicos utilizados nos ensaios metalográficos, são importantes para as análises microestruturais, pois alguns deles são seletivos e revelam somente determinados microconstituintes, outros revelam a estrutura como um todo. Por isso, no mínimo dois tipos de reagentes diferentes devem ser utilizados nessas análises.
- A região selecionada para realizar-se a análise microestrutural deve ser tal que seja representativa do material estudado. Amostragens realizadas próximas a áreas específicas, tais como: canais e massalotes nos fundidos, paredes internas nos centrifugados, etc, devem ser evitadas, pois as respectivas microestruturas sofrem influências das condições de processamento e não possuem representatividade do todo.
- Alternar técnicas de observação, usando-se luz visível e feixe de elétrons, constitui uma boa prática para análise, pois determinados detalhes só podem ser revelados com uma técnica específica, como por exemplo a textura da fase sigma nos aços inoxidáveis dúplex e super dúplex.
- As microestruturas dos materiais são funções da história térmica e de processamento dos mesmos. As condições de resfriamento implicam diretamente na natureza e na morfologia das fases presentes, pois estruturas mais refinadas são produtos de taxas mais altas de resfriamento e estruturas mais grosseiras são oriundas de velocidades menores de resfriamento.

- Para o caso específico da microscopia eletrônica como técnica de análise microestrutural, a escolha do tipo de feixe eletrônico a ser utilizado é de suma importância para o detalhe a ser resolvido. Elétrons secundários exibem com maior clareza estruturas "topográficas" e elétrons retro espalhados revelam as diferentes fases presentes pelas tonalidades de cinza.
- De uma maneira geral, a técnica de ataque eletrolítico proporciona uma imagem isenta de manchas do reagente, que normalmente aparecem nos ataques por imersão, tornando a imagem mais nítida.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] COPPER DEVELOPMENT ASSOCIATION – CDA; *Microstructures of Copper and Copper Alloys*. Internal Report, p. 1 – 2. Web site from the Copper Development Association for the Copper and Brass Industries in the USA.
- [2] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM A890/A890M-91. *Standard practice for castings, iron-chromium-nickel-molybdenum corrosion resistant, duplex (austenitic/ferritic) for general application*. Annual Book of ASTM Standards. V.01.02. p.556-569, 1999.
- [3] CHARLES J.; BERNHARDSSON, S. *Super duplex stainless steels: structure and properties*. In: DUPLEX STAINLESS STEELS'91, Beaune, Proceedings. Ed: Charles, J.; Bernhardsson, S. Les Ulis, France, Les Éditions de physique, v.1, p.3-48, 1991.
- [4] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM A800/A800M-91. *Standards practice for steel casting, austenitic alloy, estimating ferrite content thereof*. Annual Book of ASTM Standards. Easton. V.01.02. Ferrous Castings; Ferroalloys. p.458-463, 1999.
- [5] WEBER, J. SCHLAPFER, H.W. *Austenitic-Ferritic Duplex Steels*. SULZER Brothers Limited, Wintertur – Switzerland, p. 1 – 10, 1986.
- [6] MARTINS, M. *Caracterização microestrutural-mecânica e resistência à corrosão do aço inoxidável super duplex ASTM A890 / A890M Grau 6A*, Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, Interunidades EESC-IFSC-IQSC, 2006.