



**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de
Materiais**

**Influência da Estrutura Prévia no Tamanho de Grão
Austenítico de um Aço com 0,7% de Carbono**

Eduardo Franco de Monlevade

Orientador: Prof. Dr. Ivan Gilberto Sandoval Falleiros

1999

ÍNDICE

| | |
|--|----|
| <i>Índice de Tabelas</i> | 4 |
| <i>Índice de Figuras</i> | 5 |
| <i>1. Introdução e Justificativa</i> | 7 |
| <i>2. Objetivos</i> | 8 |
| <i>3. Definições; diagrama Fe – C; O aço e suas estruturas</i> | 9 |
| <i>3.1 Perlita</i> | 12 |
| <i>3.2 Carbonetos Esferoidizados</i> | 13 |
| <i>3.3 Martensita</i> | 14 |
| <i>4. Austenitização</i> | 15 |
| <i>4.1 Austenita</i> | 15 |
| <i>4.2 Formação da Austenita</i> | 15 |
| <i>4.3 Formação da Austenita a Partir de Perlita Lamelar</i> | 16 |
| <i>4.4 Formação da Austenita a Partir de Carbonetos</i> | 18 |
| <i>Esferoidizados</i> | |
| <i>4.5 Formação da Austenita a Partir de Martensita</i> | 19 |
| <i>4.6 Crescimento do Grão Austenítico</i> | 20 |
| <i>5. Métodos de Revelação dos Antigos Contornos de Grão Austenítico</i> | 21 |
| <i>5.1 Delineação por Fases nos Contornos</i> | 21 |
| <i>5.2 Oxidação</i> | 21 |
| <i>5.3 Delineação sob Vácuo</i> | 22 |
| <i>5.4 Carburação</i> | 22 |

| | |
|--|----|
| 5.5 Reagentes à Base de Ácido Pícrico | 23 |
| 6. Materiais e Métodos | 24 |
| 6.1 Obtenção das Estruturas de Partida | 26 |
| 6.1.1 Normalizada | 26 |
| 6.1.2 Martensita Não Revenida | 27 |
| 6.1.3 Carbonetos Esferoidizados | 27 |
| 7. Resultados e Discussão | 29 |
| 7.1 Tratamentos | 29 |
| 7.2 Reagentes | 28 |
| 7.3 Medidas | 39 |
| 8. Conclusões | 42 |
| 9. Referências Bibliográficas | 43 |

ÍNDICE DE TABELAS

| | |
|--|-----------|
| <i>Tabela 1 - Composição Química do aço utilizado</i> | <i>24</i> |
| <i>Tabela 2 - Durezas médias iniciais das estruturas das amostras de partida - escala Vickers - 0,3kg.....</i> | <i>28</i> |
| <i>Tabela 3 - Reagentes utilizados e resultados obtidos</i> | <i>31</i> |
| <i>Tabela 4 - Durezas finais após o tratamento - escala Vickers - 0,3kg</i> | <i>39</i> |
| <i>Tabela 5 - Contagens de interceptos na linha - teste</i> | <i>40</i> |
| <i>Tabela 6 - Contagens e tamanho médio de grão em μm.....</i> | <i>41</i> |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|-----------|
| <i>Figura 1 - Diagrama de Equilíbrio Fe-C (ref. 11)</i> | <i>10</i> |
| <i>Figura 2 - Sítios de Nucleação de Austenita em Carboneto esferoidizados(a) e Perlita Lamelar(b)</i> | <i>20</i> |
| <i>Figura 3 - Estrutura bruta de laminação do aço usado. Aumento: 1000x; ataque: nital</i> | <i>24</i> |
| <i>Figura 4 - Amostra tratada imersa em carvão; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%.....</i> | <i>25</i> |
| <i>Figura 5 - amostra tratada encapsulada a vácuo. Aumento: 200x; ataque: Nital 1%</i> | <i>26</i> |
| <i>Figura 6 - Estrutura normalizada; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%.....</i> | <i>26</i> |
| <i>Figura 7 - Estrutura martensítica não revenida. Aumento: 500x; ataque: Nital.....</i> | <i>27</i> |
| <i>Figura 8 - Estrutura esferoidizada; aumento: 500x.; ataque: Nital 1%</i> | <i>28</i> |
| <i>Figura 9 - Ataque: Nital 1%; Aumento 200x</i> | <i>32</i> |
| <i>Figura 10 - Ataque: Nital + Renex 95; Aumento: 200x.....</i> | <i>32</i> |
| <i>Figura 11 - Amostra não revenida; Ataque: Villela. Aumento: 200x</i> | <i>33</i> |
| <i>Figura 12 - Ataque: Reagente 6; Aumento : 200x</i> | <i>33</i> |
| <i>Figura 13- Permanência no banho: 13 min. Nital: 10s</i> | <i>35</i> |
| <i>Figura 14 - Permanência no banho: 16min. Nital: 10s</i> | <i>35</i> |
| <i>Figura 15 - Permanência no banho: 17 min. Nital: 10s</i> | <i>35</i> |
| <i>Figura 16 - Permanência no banho: 13min. Nital: 20s</i> | <i>36</i> |
| <i>Figura 17 - Permanência no banho: 16min. Nital: 20s</i> | <i>36</i> |
| <i>Figura 18 - Permanência no banho: 17min. Nital: 20s</i> | <i>36</i> |

| | |
|---|-----------|
| <i>Figura 19 - Comparação entre testes diferentes do mesmo tempo de permanência no banho(17 min). Tempo de ataque com Nital: (a) 15s; (b) 40s.</i> | <i>37</i> |
| <i>Figura 20 - Estrutura de partida: esferoidizada. Aumento: 200x.....</i> | <i>38</i> |
| <i>Figura 21 - Estrutura de partida: normalizada; aumento: 200x.....</i> | <i>38</i> |
| <i>Figura 22 - Estrutura de partida: martensita não revenida. Aumento: 200x</i> | <i>38</i> |

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O tratamento de austenitização é um dos tratamentos térmicos menos estudados atualmente. A maior parte das pesquisas se ocupa da decomposição da austenita. A introdução os aços dúplex fez que aumentasse o interesse no estudo da etapa de austenitização, uma vez que a resistência e a ductilidade do aço dependem das características da martensita presente¹. Isso levou ao aparecimento de estudos, como os de SOUZA, GUIMARÃES e CHAWLA²(que apresenta medidas quantitativas de formação de austenita em aços com Mn), GARCIA DE ANDRÉS, CABALLERO, CAPDEVILLA e BADESHIA³(que apresenta um modelo matemático da transformação não isotérmica em aços eutetóides), e JACOT, RAPPAZ e REED⁴(que apresenta um modelo matemático para a dissolução de lamelas de perlita).

Normalmente, este tratamento pode ser feito com dois possíveis propósitos: um deles é a homogeneização do lingote fundido, e o outro é a obtenção de austenita para posterior tratamento de têmpera.⁵

A estrutura apresentada pela austenita influencia as propriedades das fases formadas durante o resfriamento, bem como o comportamento do aço no que diz respeito às transformações de fase e deformação plástica. Em particular, o tamanho de grão austenítico tem efeitos na temperatura M_s do aço e na sua temperabilidade. Pesquisas feitas por GRANGE⁶ apontam como o refino de grão austenítico leva à obtenção de aços de alta resistência. Em aços normalizados, o tamanho de grão austenítico afeta a tenacidade à fratura e resistência mecânica do aço⁷.

Portanto, o controle cuidadoso de aspectos do tratamento de austenitização é fundamental para a obtenção de resultados satisfatórios nos tratamentos posteriores.

Além disso, a avaliação do tamanho de grão austenítico costuma ser necessária nas análises dos aços, uma vez que várias propriedades dos aços estão relacionadas com esta característica⁸.

Os reagentes para ataque à temperatura ambiente relatados na literatura normalmente se aplicam principalmente a aços ligados e microligados⁹. Os métodos de revelação de contornos em aços carbono relatados normalmente envolvem tratamentos térmicos especiais, como ciclos controlados para causar precipitação em contornos de grão.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem por objetivos determinar se há influência da estrutura prévia no tamanho de grão austenítico, bem como definir um reagente adequado para a revelação dos antigos contornos, indicando resultados e modo de utilização, cuidados a tomar e peculiaridades do reagente.

3. DEFINIÇÕES; DIAGRAMA Fe – C; O AÇO E SUAS ESTRUTURAS

Aços são ligas de ferro com teor de carbono variando de 0,008%, que é a solubilidade máxima do carbono no ferro à temperatura ambiente, até 2,06%, solubilidade máxima do carbono no ferro, que ocorre a 1147°C, segundo o diagrama de equilíbrio Fe-C. Apesar de os principais elementos de liga dos aços serem o ferro e o carbono, há sempre outros elementos residuais, presentes devido aos processos de fabricação¹⁰. Esses elementos afetam as propriedades da liga, de forma que seus teores são controlados para obtenção ou não de determinadas características.

A figura 1¹¹ mostra o diagrama de equilíbrio Fe–C. Nele estão representados o diagrama de equilíbrio estável(Fe-C) e o diagrama de equilíbrio metaestável(Fe-Fe₃C). Em princípio, os aços podem apresentar cinco fases, segundo o diagrama de equilíbrio:

- * *Ferrita, ou ferro α* : Fase de estrutura cúbica de corpo centrado, que apresenta solubilidade máxima de carbono de 0,025%, a 723°C e que se forma em temperaturas até 910°C, dependendo da composição. Tem baixa dureza, baixa resistência à tração e é ferromagnética até a temperatura de 770°C.

- * *Austenita, ou ferro γ* : Fase cúbica de face centrada, estável acima de 723°C, dependendo da composição, será discutida mais adiante.

- * *Ferro δ* : Fase de estrutura cúbica de corpo centrado, que pode aparecer em temperaturas acima de 1400°C.

- * *Cementita*: Fase metaestável, composta por carboneto de Ferro, Fe₃C, contém 6,67% de carbono. É bastante dura e quebradiça.



Apesar de termodinamicamente mais favorável, a formação da grafita é muito lenta. Isso faz que ocorra, em seu lugar a formação de cementita, mais favorável cineticamente.

Através de tratamentos térmicos, podem ser obtidas outras fases. A principal é a *Martensita*, fase metaestável, de estrutura normalmente tetragonal de corpo centrado, obtida por resfriamento rápido de fases com alto teor de carbono, é bastante dura e frágil.

Em composições acima do limite de solubilidade do carbono na ferrita, há a formação da cementita. A presença dessas duas fases, normalmente leva ao aparecimento da estrutura conhecida como *perlita*, composta de ferrita e cementita dispostas em lamelas alternadas, e em certos casos pode haver a formação de uma estrutura de carbonetos esferoidizados.

Dependendo do histórico térmico a que a amostra esteve submetida, essas duas fases podem ainda se apresentar como microestruturas bem diferentes:

- * *Bainita*: Estrutura formada quando o aço é resfriado rapidamente até uma temperatura de aproximadamente 250°C a 600°C e mantido nessa temperatura por um certo tempo. Apresenta relações de orientação entre a ferrita e a cementita, entre a austenita e as fases transformadas. De acordo com a temperatura na qual se forma, a bainita recebe as seguintes classificações:

- * *Superior*: Formada entre 400°C e 600°C , é composta de agulhas de ferrita com pequenos nódulos de cementita dispersos nas suas interfaces;

- * *Inferior*: Formada entre 250°C e 400°C , é composta de agulhas de ferrita e precipitados coerentes de carbonetos.

3.1 Perlita:

A Perlita recebe esse nome devido ao aspecto de madrepérola que normalmente apresenta vista ao microscópio óptico.

É uma estrutura bastante comum, e que contribui para a resistência mecânica do aço.¹²

A formação de perlita ocorre pelo mecanismo de nucleação e crescimento. A primeira fase a nuclear pode ser qualquer uma das duas que constituem a perlita. Além disso, cada colônia de perlita terá ferrita com uma mesma orientação preferencial.¹³

A distância entre as lamelas será menor quanto menor for a temperatura de formação da perlita. Isso ocorre porque quanto menor a temperatura de transformação, maior será a quantidade de energia disponível para a formação de interfaces. Além disso, as lamelas apresentam orientações cristalográficas bem definidas entre a ferrita e a cementita, como a relação de Pitsch/Petch, e a relação de Bagaryatsky:^{1, 14,}

¹⁵

Relação de Pitsch/Petch:

$$(001)_c \parallel (\overline{5}2\overline{1})_\alpha$$

$$[010]_c \text{ formando } 2,6^\circ \text{ com } [113]_\alpha$$

$$[100]_c \text{ formando } 2,6^\circ \text{ com } [13\overline{1}]_\alpha$$

Relação de Bagaryatski:

$$(100)_c \parallel (0\overline{1}1)_\alpha$$

$$(010)_c \parallel (1\overline{1}\overline{1})_\alpha$$

$$(001)_c \parallel (211)_\alpha$$

Ambas as relações supracitadas podem ocorrer simultaneamente numa mesma colônia de perlita.

3.2 Carbonetos esferoidizados:

Esta estrutura é composta de nódulos esféricos de carbonetos dispersos em matriz ferrítica. Devido à estrutura, apresenta dureza bastante baixa, e grande ductilidade.

Esta estrutura é muito estável, pois a ferrita é geralmente livre de tensões, e também devido ao fato de as partículas de carbonetos serem esféricas, o que reduz a quantidade de superfície por unidade de volume de partícula. Além disso, esta estrutura proporciona ao aço uma ótima usinabilidade.¹⁶

Há diversas maneiras de se obter esta estrutura¹⁷. Estas normalmente envolvem o aquecimento do aço até uma temperatura próxima ao patamar eutetóide.

Pode-se partir de uma estrutura perlítica, aquecendo-a a aproximadamente 700°C pelo tempo adequado, que em alguns casos chega a ser de centenas de horas.

Outra maneira possível é realizar o revenido de uma amostra martensítica a uma temperatura próxima ao patamar eutetóide. Neste caso, o tratamento é mais curto do que no caso acima mencionado.

3.3 Martensita:

A martensita é a solução supersaturada de carbono na ferrita¹⁸.

É uma fase de estrutura tetragonal de corpo centrado, e a relação c/a é maior quanto maior for o teor de carbono. O aumento do teor de carbono também resulta em aumento da dureza da martensita, devido à maior deformação causada no retículo cristalino pelo carbono em excesso.

A martensita se forma quando a velocidade de resfriamento é muito acentuada, levando a uma temperatura muito baixa para permitir a difusão do carbono para fora da austenita. A temperatura na qual a martensita começa a se formar é chamada de M_s , ou M_I (significando *start* ou *início*), e a temperatura na qual a transformação termina é chamada de M_F (*final*).

Pode apresentar dois tipos diferentes de estruturas: em ripas, para baixos teores de carbono, quando a transformação se dá acompanhada de deformação plástica; ou em lentes, para altos teores de carbono, quando a transformação ocorre acompanhada de maclação.

Ao contrário do que acontece com estruturas como a perlita, cuja formação avança com o tempo, a formação da martensita avança com a diminuição da temperatura. Para cada temperatura situada entre M_s e M_f , há uma proporção de martensita formada e de austenita ainda não transformada¹⁹.

4. Austenitização:

4.1 Austenita:

A austenita é uma fase de estrutura cúbica de face centrada, que pode aparecer a partir de 723°C, dependendo da composição e que apresenta solubilidade de carbono até 2,06%, segundo o diagrama de equilíbrio. Não é ferromagnética, possui boa resistência mecânica e tenacidade. A austenita se torna estável em baixas temperaturas com a presença de grandes concentrações de elementos de liga tais como níquel e manganês²⁰. Pode também ocorrer em baixas temperaturas em aços temperados com altos teores de carbono, situação que é chamada de Austenita retida.

4.2 Formação da austenita

A formação da austenita é um fenômeno de nucleação e crescimento e, portanto, é influenciada pela morfologia do aço anteriormente ao tratamento, que exerce sobre a cinética de transformação e sobre a estrutura austenítica resultante uma influência direta, incluindo o tamanho de grão.

A taxa de nucleação será maior quanto maior for a temperatura. Um aumento na temperatura de 740°C para 800°C causa um aumento de 280 vezes na taxa de nucleação, e de 82 vezes na taxa de crescimento. O número de núcleos aumenta com o aumento do teor de carbono e com o

aumento da dispersão das partículas de carbonetos.^{21,22} No entanto, o mecanismo de formação da austenita não se altera com a variação do teor de carbono, quando se consideram estruturas semelhantes²³. Na perlita, o espaçamento interlamelar pode ser considerado como medida de dispersão das partículas, e nos aços esferoidizados esta é determinada pela quantidade e tamanho dos carbonetos. Como pode haver uma grande variedade no tamanho e distribuição das partículas de carbonetos, pode-se esperar uma grande variação nas taxas de nucleação à medida em que a estrutura inicial é alterada.

A transformação da ferrita é muito mais rápida do que a transformação da cementita. Portanto, ao final da transformação da ferrita, os carbonetos não estão completamente dissolvidos. Uma vez que a transformação, incluindo a dissolução da cementita, tenha acabado, a austenita formada não é homogênea, sendo necessário um tempo para que a composição do aço se estabilize ao longo da amostra.

4.3 Formação de Austenita a Partir de Perlita Lamelar:

A estrutura perlítica apresenta uma quantidade de superfície extremamente elevada, que propicia inúmeras possibilidades para sítios de nucleação. No entanto, segundo BROOKS²⁴, a taxa de nucleação é muito menor do que essa quantidade de superfície permitiria.

A nucleação da austenita pode ocorrer nas interfaces entre a ferrita e a cementita das lamelas, nas interfaces entre grãos de mesma fase, e entre diferentes colônias de perlita, .

Como a nucleação é heterogênea, é necessário considerar a energia livre de cada tipo de interface, que é função da diferença de orientação entre cristais vizinhos, ou seja, o ângulo do contorno. As interfaces entre colônias perlíticas são aquelas de maior ângulo, quando se consideram todas as possibilidades. Assim, as interfaces entre a ferrita e a cementita em uma mesma colônia de perlita, são sítios menos favoráveis à nucleação. De fato, foi observado experimentalmente que a nucleação ocorre principalmente nessas regiões, apesar de serem muito menos abundantes quando comparadas com a quantidade de interfaces entre as lamelas.

É necessário um tempo de incubação à temperatura na qual ocorre a transformação para que haja o início da nucleação dos novos cristais. Isso se dá devido ao tempo necessário à difusão do carbono da ferrita (contendo 0,02% de C) e da cementita (com 6,67% de C) para a formação da austenita com 0,8% de C²⁵.

A transformação primeiramente ocorre na ferrita, e os grãos austeníticos formados se propagam lateralmente pelas lamelas. A cementita demora significativamente mais do que a ferrita para se dissolver. Assim, a austenita formada nas lamelas de ferrita tende a apresentar uma frente de crescimento convexa²⁶. As lamelas primeiramente ficam mais finas, depois ficam esferoidizadas, e por fim, acabam por desaparecer completamente²⁷.

4.4 *Formação de Austenita a Partir de Carbonetos Esferoidizados*

Neste caso, os sítios preferenciais de nucleação são as interfaces entre a ferrita e as partículas de cementita, que se encontram predominantemente nos contornos de grão ferríticos. As regiões de maior ocorrência de nucleação são os pontos em que um carboneto se encontra com dois grãos ferríticos, devido à maior energia de interface dessas regiões.

No caso de a partícula de carboneto estar inteiramente dentro de um grão ferrítico, ela é rapidamente cercada pelo novo cristal que se forma, e se dissolve lentamente, por difusão do carbono para fora da partícula de carboneto..

No caso mais comum, que é o da partícula no contorno de grão, a austenita cresce rapidamente substituindo a ferrita, e pára ao encontrar os contornos de grão ferríticos, passando a crescer lentamente para dentro da partícula de carboneto. Ocorre nucleação em outros pontos nas interfaces entre ferrita e cementita, sendo que cada grão ferrítico acaba sendo inteiramente substituído por um novo grão de austenita. O carbono se difunde para fora da cementita, que vai sendo dissolvida, até que finalmente desapareça por completo.

Os novos cristais de austenita se crescem em duas frentes: uma no grão ferrítico e outra nas partículas de cementita.

4.5 *Formação de Austenita a Partir de Martensita*

Durante o aquecimento até a temperatura de austenitização, ocorre um início de revenido na estrutura, de forma que a estrutura a partir da qual se formam os grãos austeníticos é composta por carbonetos esferoidizados de dimensões muito pequenas dispersos em grãos aciculares de ferrita⁶.

Assim, o mecanismo de formação seria bastante semelhante àquele observado no caso de a estrutura prévia ser composta de carbonetos esferoidizados, com pequenas diferenças decorrentes do grau de esferoidização.

Os sítios preferenciais de nucleação seriam as interfaces entre a ferrita e os carbonetos recém formados, e as interfaces entre as agulhas e o tempo de incubação para nucleação é pequeno.

Apesar do tamanho extremamente reduzido das partículas de cementita, muitas delas ainda não estão completamente dissolvidas quando a ferrita acaba de se transformar. Há a necessidade de um tempo adicional para a total dissolução dessas partículas.

Um aspecto interessante da transformação, apontado por Brooks, é que apesar da dispersão fina de carbonetos resultante do revenido, a taxa de nucleação é comparável àquela encontrada quando se parte das outras duas estruturas mencionadas acima.

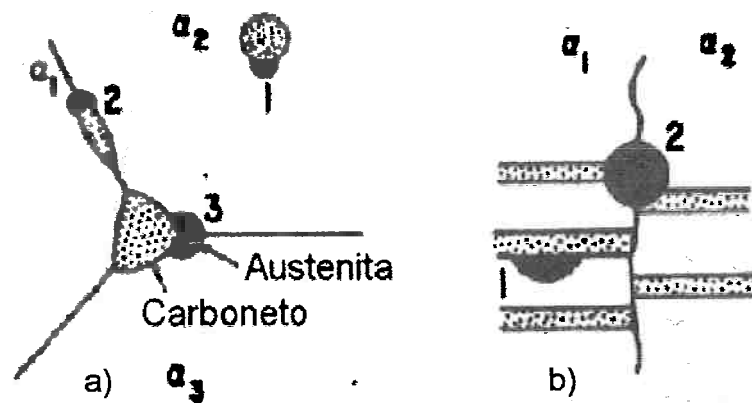


Figura 2 - Sítios de Nucleação de Austenita em Carbonetos Esferoidizados(a) e Perlita Lamelar(b) - ref. 22

4.6 Crescimento do Grão Austenítico:

Os grãos austeníticos nucleados nas interfaces entre ferrita e carbonetos crescem até encontrarem um obstáculo à sua propagação. No instante em que os nódulos crescentes se encontram e param de crescer, tem-se o *grão austenítico original*.

Em aços hipoeutetóides, o tamanho de grão aumenta continuamente à medida em que se aumenta a temperatura. O grão ainda cresce lentamente, mesmo sem que haja elevação da temperatura, mas este efeito é reduzido, e o grão tende a atingir um tamanho máximo, que é aquele normalmente observado depois do tratamento de austenitização.

5. Métodos de Revelação dos Antigos Contornos de Grão Austeníticos

Existem várias maneiras de revelar os antigos contornos de grão austenítico, relatadas em artigos e obras.

MILLSOP⁸ discorreu sobre os diversos métodos, e várias referências bibliográficas citam reagentes e métodos. Segue uma breve descrição dos métodos discutidos por ele:

5.1 Delineação por fases nos contornos:

Um método bastante utilizado é causar a formação de uma nova fase nos contornos de grão. Isso normalmente é feito através de ciclos térmicos controlados, causando a nucleação de pequenas quantidades de ferrita, perlita ou cementita nos contornos, dependendo da composição química. Às vezes, pode ser necessário um tratamento de revenido para melhorar o contraste.

5.2 Oxidação:

Outro método possível consiste em tratar uma amostra polida sob atmosfera oxidante, no campo austenítico(855°C), por 1 hora . A amostra é temperada e levemente polida. Os contornos são revelados pela oxidação preferencial da região durante o tratamento, sendo visíveis a baixa temperatura. É usado principalmente em aços hipoeutetóides e apresenta

como desvantagem o fato de revelar os contornos da austenita obtida durante o tratamento, e não revela os contornos originais que o aço apresenta quando recebido, que podem ser o objeto de estudo.

5.3 *Delineação sob vácuo:*

Outro método usado consiste de aquecer uma amostra polida sob vácuo, causando evaporação preferencial nos contornos de grão, assim como o arredondamento e conseqüente delineação dos contornos austeníticos. Quando a amostra é resfriada, as regiões ocupadas pelos contornos estarão visíveis sob baixas temperaturas.

Este método, assim como a oxidação, tem a desvantagem de revelar os contornos da austenita obtida durante o tratamento.

5.4 *Carburação*

Este método consiste em manter a amostra em um meio carburante por 8 horas a 925°C, sendo então resfriada lentamente.

A delineação dos contornos se dá por formação de cementita durante o resfriamento.

Além da desvantagem apresentada pelos dois métodos anteriores, o tratamento é demorado, podendo causar crescimento acelerado dos grãos austeníticos em certos aços

5.5 Reagentes à Base de Ácido Pícrico

Este método pode ser usado para uma vasta gama de aços, e tem a grande vantagem de ser utilizado à temperatura ambiente. Para tanto, é necessário que o aço apresente uma estrutura martensítica ou bainítica.

Diversas variações destes reagentes têm sido citadas na literatura, a maior parte composta por ácido pícrico e um agente tensoativo²⁸.

Uma desvantagem deste método é que os reativos nem sempre funcionam satisfatoriamente, tendo sua eficiência influenciada pelo teor de carbono e de elementos de liga. Pode-se começar o trabalho utilizando-se Picral ou Villela, e daí partir para variações.

6. **Materiais e Métodos:**

O aço utilizado para as experiências foi fornecido pela Acesita, e tinha a seguinte composição:

| C | Mn | Si | P | S | Cr | Ni | Mo |
|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|----------------|
| 0,720% | 0,650% | 0,250% | 0,017% | 0,004% | 0,029% | 0,010% | 0,0025 |
| Al | Cu | Co | V | Nb | Ti | Sn | N ₂ |
| 0,026% | 0,005% | 0,003% | 0,002% | 0,002% | 0,003% | 0,001% | 68ppm |

Tabela 1 - Composição Química do aço utilizado

O aço foi fornecido apresentando estrutura bruta de laminação, caracterizada pela presença predominante de perlita, com lamelas de diferentes espessuras.



Figura 3 - Estrutura bruta de laminação do aço usado. Aumento: 1000x; ataque: nital

Para a realização dos ensaios, as amostras a serem utilizadas foram normalizadas, e a partir dessa estrutura, foram obtidas as demais estruturas de partida.

Além da estrutura normalizada, foram adotadas mais duas estruturas de partida: estrutura de carbonetos esferoidizados em matriz ferrítica, e martensita não revenida.

Para os tratamentos realizados no forno, as amostras foram encapsuladas em quartzo, sob vácuo de 0,2mbar. Isso foi feito para reduzir ao máximo a descarbonetação e oxidação da superfície das amostras. A eficiência do método foi comprovada pelo fato de praticamente não haver formação de carepa na superfície das amostras e pela redução sensível da zona descarbonetada, como mostram as figuras.



Figura 4 - Amostra tratada imersa em carvão; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%

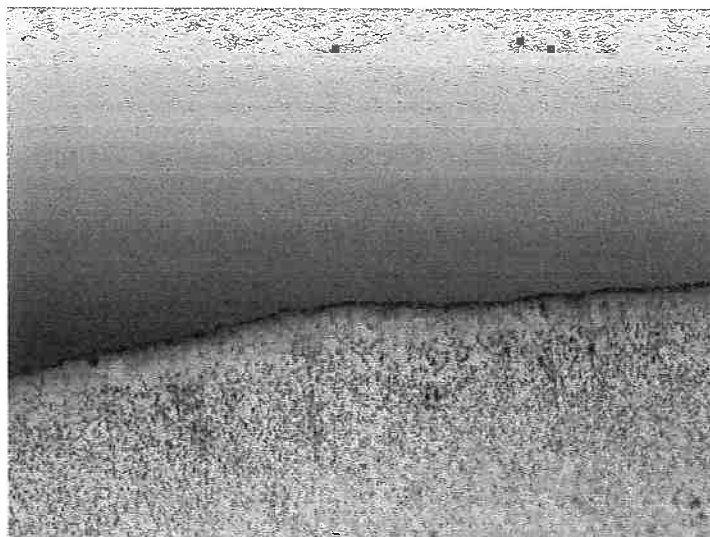


Figura 5 - amostra tratada encapsulada a vácuo. Aumento: 200x; ataque: Nital 1%

6.1 Obtenção das estruturas de partida:

6.1.1 Normalizada:

A normalização foi feita aquecendo-se as amostras a 865°C, e deixando-as resfriar fora do forno, ainda encapsuladas.

Foi obtida uma estrutura predominantemente perlítica com lamelas de espessuras regulares.

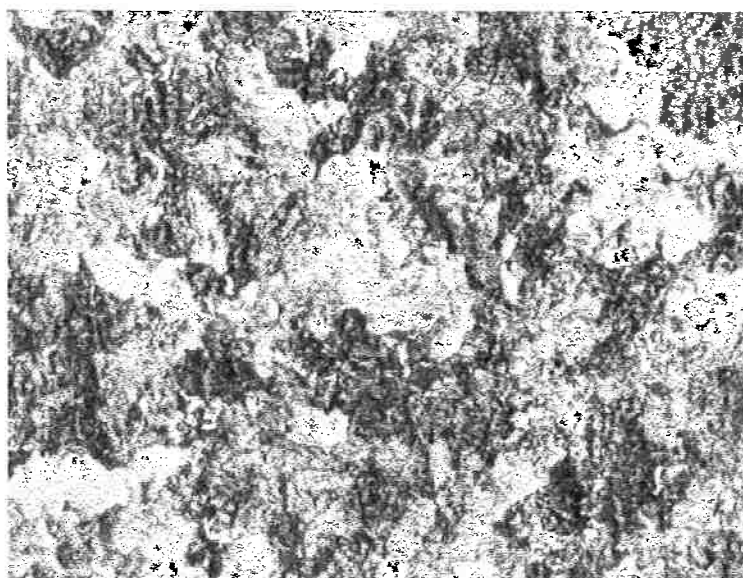


Figura 6 - Estrutura normalizada; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%

6.1.2 *Martensita não Revenida:*

Para obtenção da estrutura martensítica, amostras previamente normalizadas foram austenitizadas a 800°C por 40 minutos, e resfriadas em água tranqüila à temperatura ambiente. A fim de evitar o contato da amostra quente com o ar, a cápsula de quartzo só foi quebrada quando já estava imersa na água.

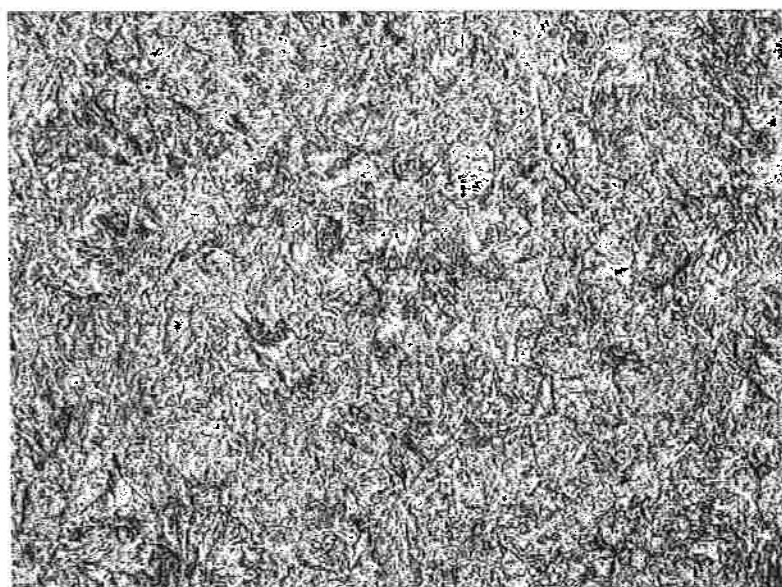


Figura 7 - Estrutura martensítica não revenida. Aumento: 500x; ataque: Nital

6.1.3 *Carbonetos Esferoidizados*

Há duas maneiras de se obter a estrutura de carbonetos esferoidizados²⁹. Ela pode ser obtida pelo revenido de estruturas martensíticas a temperaturas próximas do patamar eutetóide, ou pode ser obtida por aquecimento prolongado da estrutura perlítica a temperaturas próximas ao patamar eutetóide.

No presente caso, a estrutura foi obtida por revenido de estrutura martensítica, cuja obtenção já foi descrita acima.

O revenido foi realizado à temperatura de 700°C por 30 horas, e a amostra foi resfriada lentamente dentro do forno.

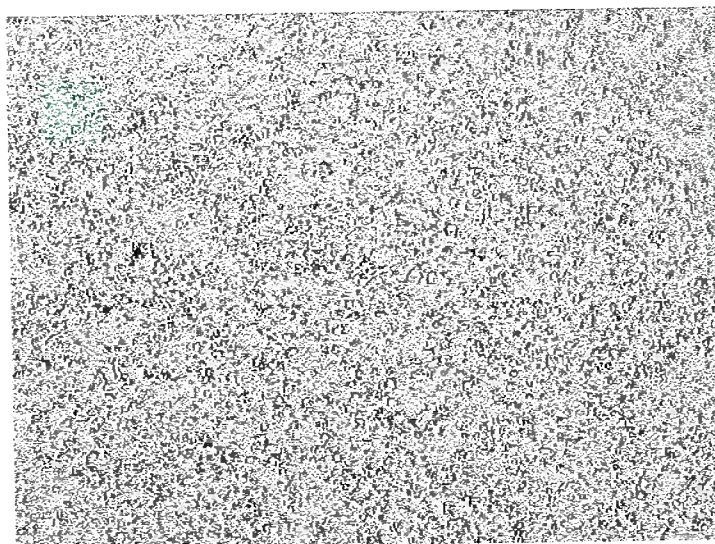


Figura 8 - Estrutura esferoidizada; aumento: 500x.; ataque: Nital 1%

As estruturas obtidas apresentavam os seguintes valores médios de dureza, na escala Vickers, usando carga de 0,3kg:

| <i>Normalizada</i> | <i>Esferoidizada</i> | <i>Temperada</i> |
|---------------------------|-----------------------------|-------------------------|
| 301,1±13,5 | 181,5±7,3 | 834,4±25,1 |

Tabela 2 - Durezas médias iniciais das estruturas das amostras de partida - escala Vickers - 0,3kg

7. Resultados e Discussão.

7.1 Tratamentos:

Para o tratamento de austenitização, as três amostras foram encapsuladas sob vácuo de 0,2mbar, e colocadas no forno a 800°C, sendo mantidas lá por 40 minutos.

As amostras foram então resfriadas em água à temperatura ambiente, sem agitação. Novamente, a cápsula foi imersa na água e só então quebrada para evitar ao máximo qualquer contato com o ar, e conseqüente oxidação.

As amostras foram embutidas a e lixadas até lixa 600, e posteriormente polidas com pasta de diamante até 1micron.

7.2 Reagentes:

Para a revelação dos antigos contornos de grão austeníticos, foram testados diversos reagentes metalográficos³⁰.

Algumas referências apontam um efeito positivo nos reagentes quando da adição de tensoativos³¹. Um em especial, um produto chamado *Teepol*²², foi citado na literatura por apresentar resultados satisfatórios. No entanto, o fabricante do produto informou que este não é mais fabricado. No presente trabalho, foram testados quatro tensoativos:

- ☞ Um detergente comercial, produzido pela Indústria Química Gienex, vendido com o nome de *Gienex - 127*.
- ☞ Dodecil Benzeno Sulfonato de Sódio, preparado no Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica.
- ☞ Lauril Éter Sulfato de Sódio, vendido pela Oxiteno com o nome de *Alkapon N*;
- ☞ Nonil Fenol Etoxilado com 9 mols de Oxidoetileno, vendido pela Oxiteno com o nome de *Renex 95*.

Estes produtos foram adicionados aos reagentes, em pequenas quantidades, e seus efeitos observados.

Dentre os tensoativos testados, o que apresentou melhores resultados foi o *Renex 95*.

Em alguns casos, foi feito um revenido nas amostras com o objetivo de melhorar o contraste ou obter determinados efeitos. Por exemplo, Krauss³² e Kehl³³ citam resultados de ataques com o reativo de Villela em amostras revenidas. Nestes testes, através de contraste, foram revelados os antigos grãos austeníticos, devido às relações de orientação que as agulhas de martensita guardam com os grãos austeníticos que as originaram. Assim, os antigos grãos apresentavam diferenças de tonalidade entre si, ficando evidenciados.

Abaixo, estão listados os reagentes usados, bem como seus efeitos.

| | Reagente | Efeito |
|---|---|--|
| 1 | Nital | Revelação da estrutura, mas não houve revelação satisfatória dos antigos contornos(figura 8). |
| 2 | Nital + Renex 95 | Revelação do antigos contornos ligeiramente melhor do que sem o tensoativo(Figura 9). |
| 3 | Villela Testes feitos em amostras não revenidas e em amostras revenidas a 250°C por 15 minutos | Boa revelação da martensita, mas delineação dos contornos extremamente sutil. Sua ação é melhorada quando há início de precipitação de outras fases no contorno de grão, na amostra não revenida(figura 10). |
| 4 | Picral | Revelação da estrutura, mas não dos antigos contornos. |
| 5 | Picral + Renex 95 | Revelação excelente de estrutura martensítica. |
| 6 | Solução aquosa saturada de ácido pícrico 5% de ácido clorídrico | Delineação insatisfatória dos contornos. Não tem seus resultados melhorados com revenimento da amostra(figura 10). |

Tabela 3 - Reagentes utilizados e resultados obtidos



Figura 9 - Ataque: Nital 1%; Aumento 200x

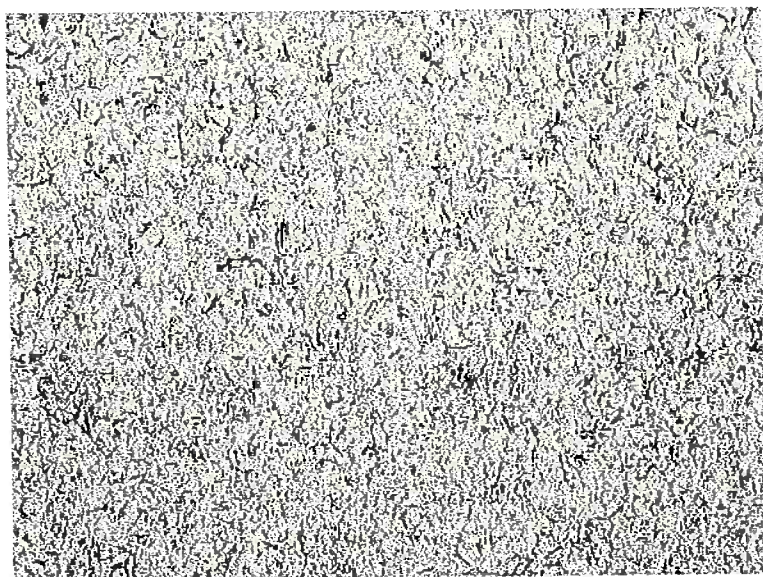


Figura 10 - Ataque: Nital + Renex 95; Aumento: 200x

O uso do tensoativo no Nital ajudou a evidenciar melhor a estrutura martensítica, mas em ambos os casos, a visualização dos antigos contornos é bastante difícil.

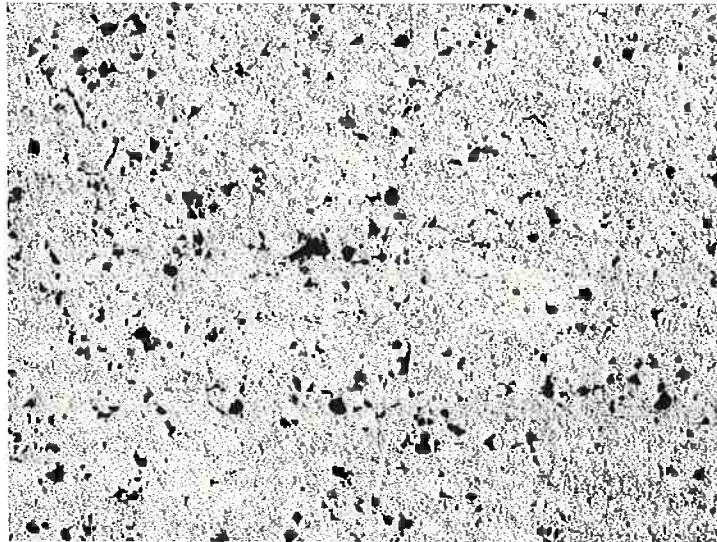


Figura 11 - Amostra não revenida; Ataque: Villela. Aumento: 200x



Figura 12 - Ataque: Reagente 6; Aumento : 200x

Os contornos foram revelados satisfatoriamente com o uso de um reagente citado por Krauss³⁴, que apresenta a seguinte composição:

- ⌘ 2g de ácido pícrico;
- ⌘ 25g de NaOH em lentilhas
- ⌘ 100ml de H₂O(destilada)

As séries de figuras abaixo(figuras 12-17) mostram os resultados com dois tempos de permanência no banho do reagente. As amostras, não revenidas, foram deixadas em um banho deste composto em ebulição por diferentes tempos, e depois com Nital, de concentração 1%.

O tempo de ataque ideal encontrado foi de 16 minutos no banho preliminar em ebulição, seguido de ataque com Nital de concentração 1% por cerca de 20 segundos.

Estes tempos foram escolhidos através de dois critérios: clareza dos contornos, e repetibilidade dos ensaios. Tempos de permanência menores que 16 minutos no banho levaram, às vezes a delineações bastante claras dos contornos, mas estes resultados se mostraram de difícil repetição, especialmente quanto ao tempo de ataque com nital. Todos os testes realizados com tempo de permanência de 16 minutos apresentaram resultados bastante semelhantes, tornando estes parâmetros confiáveis. A figura 18 mostra a pouca repetibilidade dos resultados com tempo de permanência no banho de 17 minutos.

Algumas particularidades do reagente podem ser apontadas:

Para melhor manuseio das amostras, é aconselhado o uso de resina epoxídica de cura a frio para o embutimento.

O banho do composto mencionado ataca a baquelite, normalmente usada para embutir as amostras, deixando-a porosa e com resistência reduzida.



Figura 13- Permanência no banho: 13 min. Nital: 10s

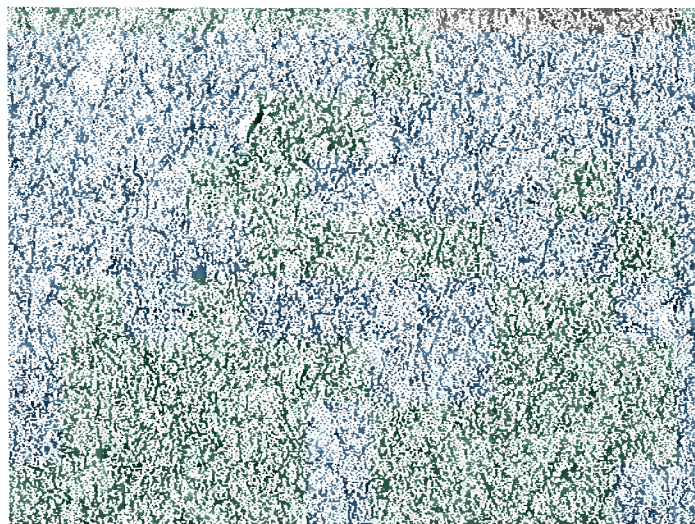


Figura 14 - Permanência no banho: 16min. Nital: 10s



Figura 15 - Permanência no banho: 17 min. Nital: 10s



Figura 16 - Permanência no banho: 13min. Nital: 20s

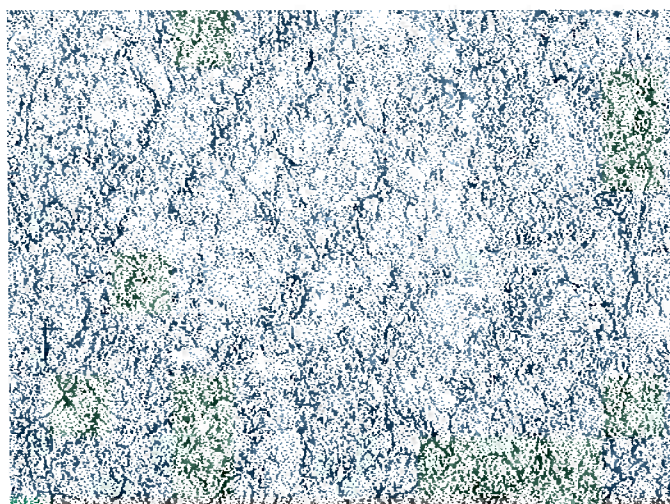


Figura 17 - Permanência no banho: 16min. Nital: 20s

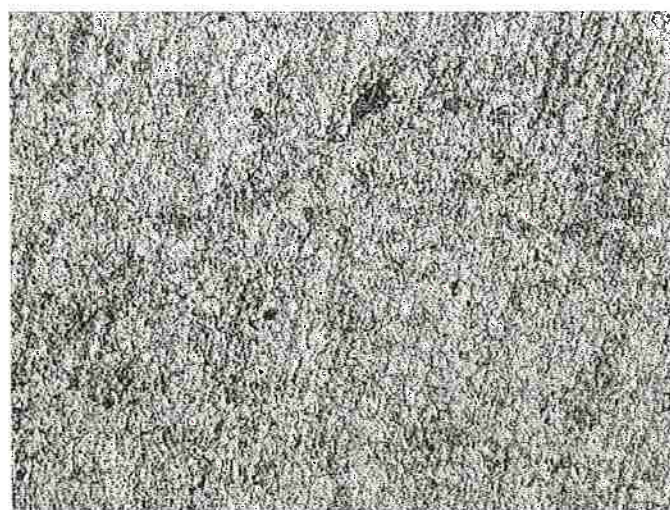


Figura 18 - Permanência no banho: 17min. Nital: 20s

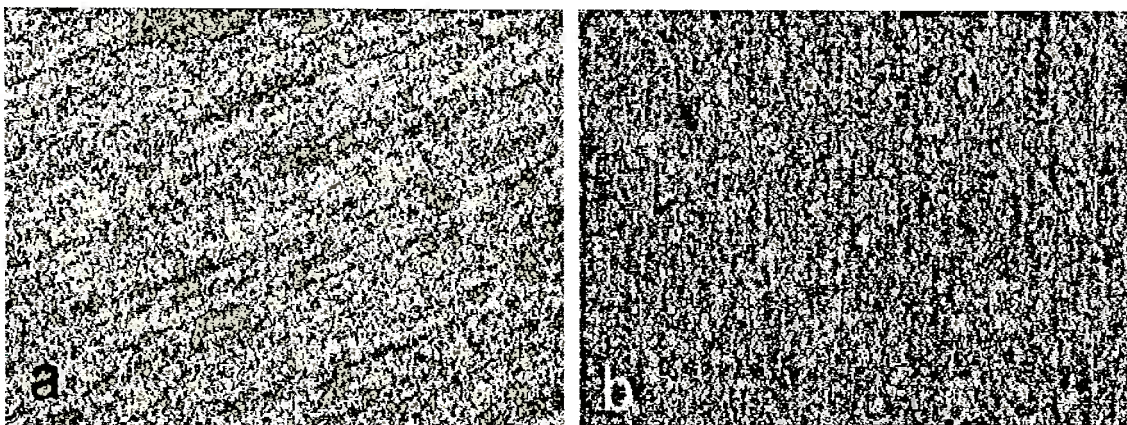


Figura 19 - Comparação entre testes diferentes do mesmo tempo de permanência no banho(17 min). Tempo de ataque com Nital: (a) 15s; (b) 40s.

Outro efeito notado do reagente em resinas de embutimento é que resinas à base de poliéster , de cura rápida a frio, também reagem com o banho, ficando extremamente escorregadias e difíceis de manusear.

Deve-se prestar atenção ao fato de a resina epoxídica ser menos densa que o reativo, o que faz que o embutimento não afunde no banho. É necessário, portanto, tomar o cuidado de verificar se a amostra realmente está em contato com o reagente.

O reativo deve ser preparado na hora da utilização e, uma vez utilizado para o preparo de uma amostra, ou mais de uma simultaneamente, não serve para uso posterior, mesmo que este seja imediato.

Este reativo pode ainda ser usado de uma maneira alternativa. Após um ataque longo com nital, a amostra pode ser polida novamente, com o cuidado para não remover inteiramente o ataque anterior. Ela é então colocada em um novo banho, e observada diretamente.

As figuras a seguir mostram os resultados obtidos, com 20 segundos de ataque com nital:

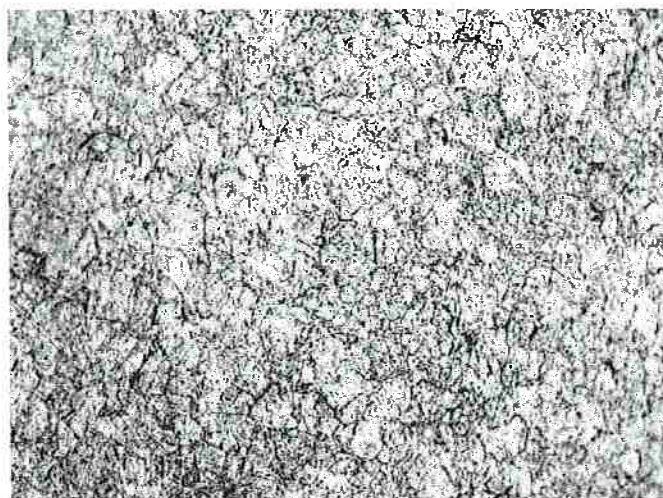


Figura 20 - Estrutura de partida: esferoidizada. Aumento: 200x



Figura 21 - Estrutura de partida: normalizada; aumento: 200x

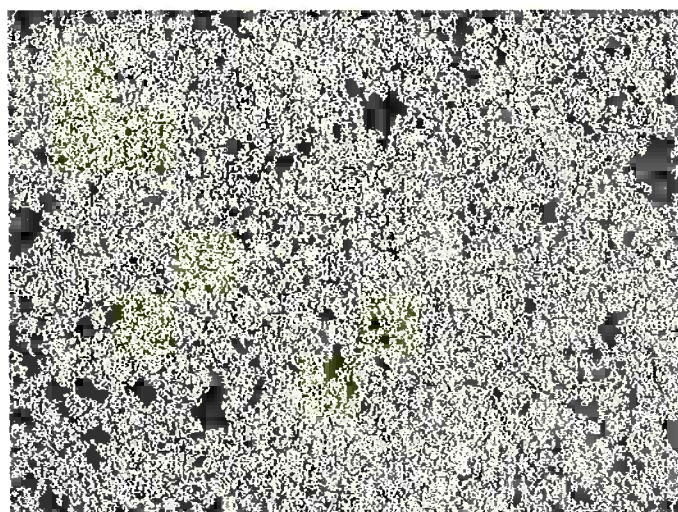


Figura 22 - Estrutura de partida: martensita não revenida. Aumento: 200x

7.3 Medidas

Os tamanhos de grão foram medidos através do uso de uma linha de teste circular, de raio de $60\mu\text{m}$, com aumento de 500 vezes³⁶. Foi feita uma contagem de interceptos, e o comprimento da linha de teste foi dividido pelo número encontrado, dando o tamanho médio de grão em μm (tabelas 4 e 5).

Foram feitas medidas de dureza das amostras temperadas. Os resultados estão dispostos na tabela.

| | Esferoidizada | Normalizada | Temperada |
|--------------|----------------------|--------------------|-------------------|
| | 966 | 990 | 1080 |
| | 912 | 966 | 1025 |
| | 890 | 990 | 1025 |
| | 966 | 990 | 1025 |
| | 890 | 1025 | 1052 |
| | 966 | 1025 | 1119 |
| | 942 | 1052 | 1181 |
| | 966 | 990 | 1119 |
| | 942 | 990 | 1052 |
| | 966 | 1052 | 1080 |
| | 942 | 990 | 1025 |
| | 890 | 1025 | 1025 |
| | 842 | 966 | 1052 |
| | 990 | 1052 | 1052 |
| | 912 | 990 | 1025 |
| Média | 932,1 \pm 41,1 | 1006,2 \pm 29,8 | 1062,5 \pm 46,2 |

Tabela 4 - Durezas finais após o tratamento - escala Vickers - 0,3kg

| <i>Esferoidizada</i> | <i>Normalizada</i> | <i>Temperada</i> |
|-----------------------------|---------------------------|-------------------------|
| <i>Contagens</i> | <i>Contagens</i> | <i>Contagens</i> |
| 52,0 | 58,5 | 76,0 |
| 47,0 | 59,0 | 74,0 |
| 50,0 | 47,0 | 81,0 |
| 52,0 | 52,0 | 75,0 |
| 49,0 | 60,0 | 78,0 |
| 51,0 | 57,0 | 78,0 |
| 53,0 | 58,0 | 81,0 |
| 48,0 | 59,0 | 79,0 |
| 51,0 | 56,0 | 84,5 |
| 49,0 | 57,0 | 83,5 |
| 48,0 | 61,0 | 83,0 |
| 50,0 | 59,0 | 84,5 |
| 50,0 | 60,5 | 79,0 |
| 51,0 | 62,0 | 82,0 |
| 57,0 | 58,0 | 80,0 |
| 49,0 | 57,0 | 87,5 |
| 49,5 | 59,5 | 82,5 |
| 54,0 | 62,0 | 84,0 |
| 49,5 | 61,0 | 85,0 |
| 53,0 | 60,5 | 81,0 |

Tabela 5 - Contagens de interceptos na linha - teste

| <i>Estrutura</i> | <i>Contagens</i> | <i>Desvio Padrão</i> | <i>Diâmetro Médio de Grão - μm</i> |
|----------------------|------------------|----------------------|--|
| Esferoidizada | 50,7 | 2,4 | $7,4 \pm 0,3$ |
| Normalizada | 58,2 | 3,5 | $6,5 \pm 0,4$ |
| Temperada | 80,9 | 3,6 | $4,7 \pm 0,2$ |

Tabela 6 - Contagens e tamanho médio de grão em μm

8. Conclusões

O tamanho de grão austenítico é influenciado pela estrutura de partida do tratamento de austenitização. Esta relação está ligada à quantidade de sítios preferenciais de nucleação presentes em cada estrutura, determinada principalmente pela dispersão das partículas de carbonetos. O fato de a austenita resultante das estruturas aciculares não apresentar tal estrutura não pode ser encarado como uma contestação de resultados anteriores, uma vez que o tempo de permanência no forno pode ter levado à uniformização das formas dos grãos.

As diferenças de dureza final podem ser decorrentes de diferenças de dissolução de carbono, mas provavelmente não se devem ao tamanho de grão.

O reativo encontrado é eficiente para aços carbono na faixa de composição utilizada. Há resultados citados na literatura que indicam sua eficiência para teores mais altos de carbono. Logo, é provável que a eficiência deste reativo se estenda a várias outras composições, com diferenças nos tempos ótimos de permanência no banho do composto, e no tempo de ataque com nital.

Quanto aos outros reativos testados, especialmente aqueles baseados em ácido pícrico, é muito provável que sejam eficientes para outras faixas de composição. É também possível que seja eficiente para a composição utilizada, sendo isto uma questão de se encontrar o agente tensoativo mais adequado para a situação.

9. Referências Bibliográficas

1. SPEICH, G.R.; DEMAREST V. A.; MILLER, R.L. - Formation of Austenite During Intercritical Annealing of Dual-Phase Steels - Metallurgical Transactions, Vol. 12A , 1982
2. SOUZA, M.M.; GUIMARÃES, J. R. C.; CHAWLA, K. K. - Intercritical Austenitization of Two Fe-Mn-C Steels - Metallurgical Transactions, - Vol. 13A - 1982
3. GARCIA DE ANDRÉS, C.; CABALLERO, F. G.. CAPDEVILLA, C.; BHADESHIA, H. K. D. H. - Modelling of Kinetics and Dillatometric Behavior of Non-Isothermal Pearlite-to-Austenite Transformation in na Eutectoid Steel - Scripta Materiallia, vol. 39, págs. 791-796 - 1998
4. JACOT, A. RAPPAZ, M.; REED, R. C. - Modelling of Reaustenitization from the Pearlite Strucuture in Steel - Acta Materiallia, Vol. 46, Págs. 3949-3962, 1998
5. BROOKS, C. R. - Principles of Austenitization of Steels - Pág. 1- Elsevier Applied Science - Londres, 1992
6. GRANGE, R. A. - Strengthening Steel By Austenite Grain Refinement - Transactions of the American Society for Metals, Vol. 59 págs. 26-48, 1966
7. KRAUSS, G. - Steel and its Heat Treatment - Pág 180. - Materials Park –American Society for Metals - 1990
8. MILLSOP, R. - A Survey of Austenitic Grain Size Measurement, em *Hardenability Concepts with Applications to Steels* - TMS-AIME, Warrendale PA, 1978, págs. 316-333

-
9. PEÑALBA, F.; GARCIA DE ANDRÉS, C.; CARSI, M.; ZAPIRAIN, F. - Austenitic Grain Size Evolution and Continuous Cooling Transformation Diagrams in Vanadium and Titanium Microalloyed Steels. - Journal of Materials Science - Vol. 31, págs. 3847-3853 - 1996
 10. CHIAVERINI, V. - Aços Carbono e Aços Liga, pág. 18 - ABM - São Paulo, 1970
 11. CHIAVERINI, V. - Tratamentos Térmicos das Ligas Ferrosas - pg. 15 - ABM, São Paulo - 1987
 12. HONEYCOMBE, R. W. K. - Aços - Microestrutura e propriedades, pág. 63 - Fundação Calouste Gulbenkian - Lisboa, 1984
 13. HULL, F.C.; MEHL, R. - The Structure of Pearlite - Transactions American Society for Metals - Vol. 30, págs. 381-424 - 1942
 14. SILVA, A. L. C.; MEI, P. R. - Aços e Ligas Especiais, pág. - Eletrometal Metais Especiais - Sumaré, 1988
 15. PITTSCH, W. - Die Orientierungszusammenhang zwischen Zementit und Ferrit im Perlit. - Acta Metallurgica - Vol. 10 - 1962
 16. CHIAVERINI, V. - Tratamentos térmicos das ligas ferrosas - pg. 77-78. - ABM, São Paulo - 1987
 17. METALS HANDBOOK, 10ª Edição - Vol. 4. - Heat Treating., pág 26-50, American Society for Metals - Metals Park, 1991
 18. LAKHTIN, - Engineering Physical Metallurgy pág. 180 - MIR Publishers, Moscou
 19. THELNING, K. - Steel and its heat treatment - Bofors handbook. Pág. 15 - Butterworths, Londres, 1978

-
30. PETZOW, G. - Metallographic Etching, págs. 61-68 - American Society for Metals - Metals Park, 1978
 31. METALS HANDBOOK, 9ª Ed. - Vol 9 - Metallography págs. 166-179 - American Society for Metals - Metals Park, 1985
 32. KRAUSS, - Steel and its Heat treatment, pág. 191 - Materials Park – American Society for Metals - 1990
 33. KEHL, G. - Principles of Metallographic Laboratory Practice - Pág. 270 - McGraw-Hill - Nova Iorque, 1949
 34. KRAUSS, - Steel and its Heat treatment, pág. 193 - Materials Park – American Society for Metals - 1990
 35. PADILHA, A. F. - Materiais de Engenharia - Microestrutura e Propriedades - Págs. 223 a 235 - Hemus - São Paulo, 1997



**Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de
Materiais**

**Influência da Estrutura Prévia no Tamanho de Grão
Austenítico de um Aço com 0,7% de Carbono**

Eduardo Franco de Monlevade

Orientador: Prof. Dr. Ivan Gilberto Sandoval Falleiros

1999

ÍNDICE

| | |
|--|----|
| <i>Índice de Tabelas</i> | 4 |
| <i>Índice de Figuras</i> | 5 |
| <i>1. Introdução e Justificativa</i> | 7 |
| <i>2. Objetivos</i> | 8 |
| <i>3. Definições; diagrama Fe – C; O aço e suas estruturas</i> | 9 |
| <i>3.1 Perlita</i> | 12 |
| <i>3.2 Carbonetos Esferoidizados</i> | 13 |
| <i>3.3 Martensita</i> | 14 |
| <i>4. Austenitização</i> | 15 |
| <i>4.1 Austenita</i> | 15 |
| <i>4.2 Formação da Austenita</i> | 15 |
| <i>4.3 Formação da Austenita a Partir de Perlita Lamelar</i> | 16 |
| <i>4.4 Formação da Austenita a Partir de Carbonetos</i> | 18 |
| <i>Esferoidizados</i> | |
| <i>4.5 Formação da Austenita a Partir de Martensita</i> | 19 |
| <i>4.6 Crescimento do Grão Austenítico</i> | 20 |
| <i>5. Métodos de Revelação dos Antigos Contornos de Grão Austenítico</i> | 21 |
| <i>5.1 Delineação por Fases nos Contornos</i> | 21 |
| <i>5.2 Oxidação</i> | 21 |
| <i>5.3 Delineação sob Vácuo</i> | 22 |
| <i>5.4 Carburação</i> | 22 |

| | | |
|-------|---|----|
| 5.5 | <i>Reagentes à Base de Ácido Pícrico</i> | 23 |
| 6. | <i>Materiais e Métodos</i> | 24 |
| 6.1 | <i>Obtenção das Estruturas de Partida</i> | 26 |
| 6.1.1 | <i>Normalizada</i> | 26 |
| 6.1.2 | <i>Martensita Não Revenida</i> | 27 |
| 6.1.3 | <i>Carbonetos Esferoidizados</i> | 27 |
| 7. | <i>Resultados e Discussão</i> | 29 |
| 7.1 | <i>Tratamentos</i> | 29 |
| 7.2 | <i>Reagentes</i> | 28 |
| 7.3 | <i>Medidas</i> | 39 |
| 8. | <i>Conclusões</i> | 42 |
| 9. | <i>Referências Bibliográficas</i> | 43 |

ÍNDICE DE TABELAS

| | |
|--|-----------|
| <i>Tabela 1 - Composição Química do aço utilizado</i> | <i>24</i> |
| <i>Tabela 2 - Durezas médias iniciais das estruturas das amostras de partida - escala Vickers - 0,3kg.....</i> | <i>28</i> |
| <i>Tabela 3 - Reagentes utilizados e resultados obtidos</i> | <i>31</i> |
| <i>Tabela 4 - Durezas finais após o tratamento - escala Vickers - 0,3kg</i> | <i>39</i> |
| <i>Tabela 5 - Contagens de interceptos na linha - teste</i> | <i>40</i> |
| <i>Tabela 6 - Contagens e tamanho médio de grão em μm.....</i> | <i>41</i> |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|-----------|
| <i>Figura 1 - Diagrama de Equilíbrio Fe-C (ref. 11)</i> | <i>10</i> |
| <i>Figura 2 - Sítios de Nucleação de Austenita em Carboneto esferoidizados(a) e Perlita Lamelar(b)</i> | <i>20</i> |
| <i>Figura 3 - Estrutura bruta de laminação do aço usado. Aumento: 1000x; ataque: nital</i> | <i>24</i> |
| <i>Figura 4 - Amostra tratada imersa em carvão; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%</i> | <i>25</i> |
| <i>Figura 5 - amostra tratada encapsulada a vácuo. Aumento: 200x; ataque: Nital 1%</i> | <i>26</i> |
| <i>Figura 6 - Estrutura normalizada; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%</i> | <i>26</i> |
| <i>Figura 7 - Estrutura martensítica não revenida. Aumento: 500x; ataque: Nital</i> | <i>27</i> |
| <i>Figura 8 - Estrutura esferoidizada; aumento: 500x.; ataque: Nital 1%</i> | <i>28</i> |
| <i>Figura 9 - Ataque: Nital 1%; Aumento 200x</i> | <i>32</i> |
| <i>Figura 10 - Ataque: Nital + Renex 95; Aumento: 200x</i> | <i>32</i> |
| <i>Figura 11 - Amostra não revenida; Ataque: Villela. Aumento: 200x</i> | <i>33</i> |
| <i>Figura 12 - Ataque: Reagente 6; Aumento : 200x</i> | <i>33</i> |
| <i>Figura 13- Permanência no banho: 13 min. Nital: 10s</i> | <i>35</i> |
| <i>Figura 14 - Permanência no banho: 16min. Nital: 10s</i> | <i>35</i> |
| <i>Figura 15 - Permanência no banho: 17 min. Nital: 10s</i> | <i>35</i> |
| <i>Figura 16 - Permanência no banho: 13min. Nital: 20s</i> | <i>36</i> |
| <i>Figura 17 - Permanência no banho: 16min. Nital: 20s</i> | <i>36</i> |
| <i>Figura 18 - Permanência no banho: 17min. Nital: 20s</i> | <i>36</i> |

| | |
|---|-----------|
| <i>Figura 19 - Comparação entre testes diferentes do mesmo tempo de permanência no banho(17 min). Tempo de ataque com Nital: (a) 15s; (b) 40s.</i> | <i>37</i> |
| <i>Figura 20 - Estrutura de partida: esferoidizada. Aumento: 200x.....</i> | <i>38</i> |
| <i>Figura 21 - Estrutura de partida: normalizada; aumento: 200x.....</i> | <i>38</i> |
| <i>Figura 22 - Estrutura de partida: martensita não revenida. Aumento: 200x</i> | <i>38</i> |

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

O tratamento de austenitização é um dos tratamentos térmicos menos estudados atualmente. A maior parte das pesquisas se ocupa da decomposição da austenita. A introdução os aços dúplex fez que aumentasse o interesse no estudo da etapa de austenitização, uma vez que a resistência e a ductilidade do aço dependem das características da martensita presente¹. Isso levou ao aparecimento de estudos, como os de SOUZA, GUIMARÃES e CHAWLA²(que apresenta medidas quantitativas de formação de austenita em aços com Mn), GARCIA DE ANDRÉS, CABALLERO, CAPDEVILLA e BADESHIA³(que apresenta um modelo matemático da transformação não isotérmica em aços eutetóides), e JACOT, RAPPAZ e REED⁴(que apresenta um modelo matemático para a dissolução de lamelas de perlita).

Normalmente, este tratamento pode ser feito com dois possíveis propósitos: um deles é a homogeneização do lingote fundido, e o outro é a obtenção de austenita para posterior tratamento de têmpera.⁵

A estrutura apresentada pela austenita influencia as propriedades das fases formadas durante o resfriamento, bem como o comportamento do aço no que diz respeito às transformações de fase e deformação plástica. Em particular, o tamanho de grão austenítico tem efeitos na temperatura M_s do aço e na sua temperabilidade. Pesquisas feitas por GRANGE⁶ apontam como o refino de grão austenítico leva à obtenção de aços de alta resistência. Em aços normalizados, o tamanho de grão austenítico afeta a tenacidade à fratura e resistência mecânica do aço⁷.

Portanto, o controle cuidadoso de aspectos do tratamento de austenitização é fundamental para a obtenção de resultados satisfatórios nos tratamentos posteriores.

Além disso, a avaliação do tamanho de grão austenítico costuma ser necessária nas análises dos aços, uma vez que várias propriedades dos aços estão relacionadas com esta característica⁸.

Os reagentes para ataque à temperatura ambiente relatados na literatura normalmente se aplicam principalmente a aços ligados e microligados⁹. Os métodos de revelação de contornos em aços carbono relatados normalmente envolvem tratamentos térmicos especiais, como ciclos controlados para causar precipitação em contornos de grão.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem por objetivos determinar se há influência da estrutura prévia no tamanho de grão austenítico, bem como definir um reagente adequado para a revelação dos antigos contornos, indicando resultados e modo de utilização, cuidados a tomar e peculiaridades do reagente.

3. DEFINIÇÕES; DIAGRAMA Fe – C; O AÇO E SUAS ESTRUTURAS

Aços são ligas de ferro com teor de carbono variando de 0,008%, que é a solubilidade máxima do carbono no ferro à temperatura ambiente, até 2,06%, solubilidade máxima do carbono no ferro, que ocorre a 1147°C, segundo o diagrama de equilíbrio Fe-C. Apesar de os principais elementos de liga dos aços serem o ferro e o carbono, há sempre outros elementos residuais, presentes devido aos processos de fabricação¹⁰. Esses elementos afetam as propriedades da liga, de forma que seus teores são controlados para obtenção ou não de determinadas características.

A figura 1¹¹ mostra o diagrama de equilíbrio Fe–C. Nele estão representados o diagrama de equilíbrio estável(Fe-C) e o diagrama de equilíbrio metaestável(Fe-Fe₃C). Em princípio, os aços podem apresentar cinco fases, segundo o diagrama de equilíbrio:

- * *Ferrita, ou ferro α* : Fase de estrutura cúbica de corpo centrado, que apresenta solubilidade máxima de carbono de 0,025%, a 723°C e que se forma em temperaturas até 910°C, dependendo da composição. Tem baixa dureza, baixa resistência à tração e é ferromagnética até a temperatura de 770°C.

- * *Austenita, ou ferro γ* : Fase cúbica de face centrada, estável acima de 723°C, dependendo da composição, será discutida mais adiante.

- * *Ferro δ* : Fase de estrutura cúbica de corpo centrado, que pode aparecer em temperaturas acima de 1400°C.

- * *Cementita*: Fase metaestável, composta por carboneto de Ferro, Fe₃C, contém 6,67% de carbono É bastante dura e quebradiça.

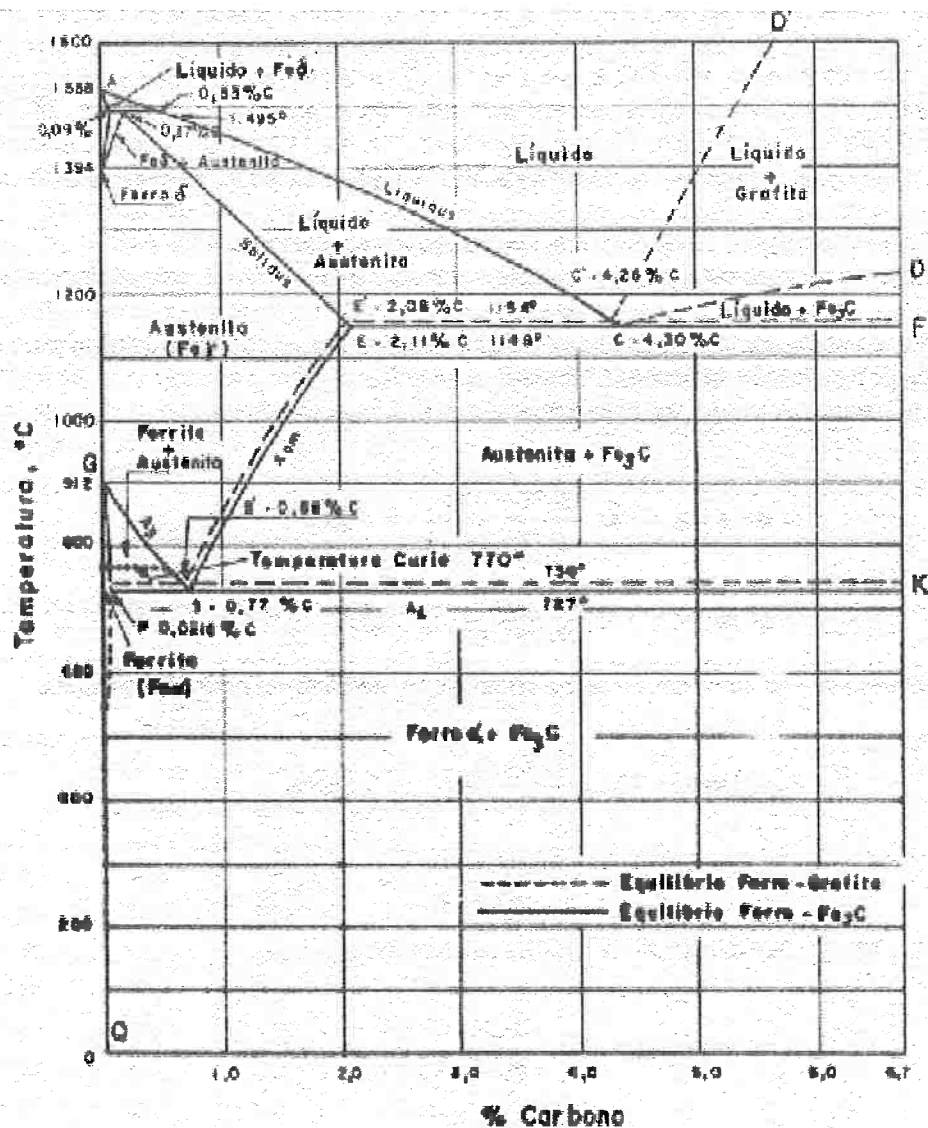


Figura 1 - Diagrama de Equilíbrio Fe-C (ref. 11)

* *Grafita*: Composta basicamente de carbono na sua forma hexagonal, apresenta baixa dureza e muito pouca resistência ao cisalhamento. Sua ocorrência é mais comum nos ferros fundidos.

Apesar de termodinamicamente mais favorável, a formação da grafita é muito lenta. Isso faz que ocorra, em seu lugar a formação de cementita, mais favorável cineticamente.

Através de tratamentos térmicos, podem ser obtidas outras fases. A principal é a *Martensita*, fase metaestável, de estrutura normalmente tetragonal de corpo centrado, obtida por resfriamento rápido de fases com alto teor de carbono, é bastante dura e frágil.

Em composições acima do limite de solubilidade do carbono na ferrita, há a formação da cementita. A presença dessas duas fases, normalmente leva ao aparecimento da estrutura conhecida como *perlita*, composta de ferrita e cementita dispostas em lamelas alternadas, e em certos casos pode haver a formação de uma estrutura de carbonetos esferoidizados.

Dependendo do histórico térmico a que a amostra esteve submetida, essas duas fases podem ainda se apresentar como microestruturas bem diferentes:

- ✱ *Bainita*: Estrutura formada quando o aço é resfriado rapidamente até uma temperatura de aproximadamente 250°C a 600°C e mantido nessa temperatura por um certo tempo. Apresenta relações de orientação entre a ferrita e a cementita, entre a austenita e as fases transformadas. De acordo com a temperatura na qual se forma, a bainita recebe as seguintes classificações:

- ✱ *Superior*: Formada entre 400°C e 600°C , é composta de agulhas de ferrita com pequenos nódulos de cementita dispersos nas suas interfaces;

- ✱ *Inferior*: Formada entre 250°C e 400°C , é composta de agulhas de ferrita e precipitados coerentes de carbonetos.

3.1 Perlita:

A Perlita recebe esse nome devido ao aspecto de madrepérola que normalmente apresenta vista ao microscópio óptico.

É uma estrutura bastante comum, e que contribui para a resistência mecânica do aço.¹²

A formação de perlita ocorre pelo mecanismo de nucleação e crescimento. A primeira fase a nuclear pode ser qualquer uma das duas que constituem a perlita. Além disso, cada colônia de perlita terá ferrita com uma mesma orientação preferencial.¹³

A distância entre as lamelas será menor quanto menor for a temperatura de formação da perlita. Isso ocorre porque quanto menor a temperatura de transformação, maior será a quantidade de energia disponível para a formação de interfaces. Além disso, as lamelas apresentam orientações cristalográficas bem definidas entre a ferrita e a cementita, como a relação de Pitsch/Petch, e a relação de Bagaryatsky:^{1, 14,}

¹⁵

Relação de Pitsch/Petch:

$$(001)_c // (\overline{5}2\overline{1})_\alpha$$

$$[010]_c \text{ formando } 2,6^\circ \text{ com } [113]_\alpha$$

$$[100]_c \text{ formando } 2,6^\circ \text{ com } [13\overline{1}]_\alpha$$

Relação de Bagaryatski:

$$(100)_c // (0\overline{1}1)_\alpha$$

$$(010)_c // (\overline{1}\overline{1}\overline{1})_\alpha$$

$$(001)_c // (211)_\alpha$$

Ambas as relações supracitadas podem ocorrer simultaneamente numa mesma colônia de perlita.

3.2 Carbonetos esferoidizados:

Esta estrutura é composta de nódulos esféricos de carbonetos dispersos em matriz ferrítica. Devido à estrutura, apresenta dureza bastante baixa, e grande ductilidade.

Esta estrutura é muito estável, pois a ferrita é geralmente livre de tensões, e também devido ao fato de as partículas de carbonetos serem esféricas, o que reduz a quantidade de superfície por unidade de volume de partícula. Além disso, esta estrutura proporciona ao aço uma ótima usinabilidade.¹⁶

Há diversas maneiras de se obter esta estrutura¹⁷. Estas normalmente envolvem o aquecimento do aço até uma temperatura próxima ao patamar eutetóide.

Pode-se partir de uma estrutura perlítica, aquecendo-a a aproximadamente 700°C pelo tempo adequando, que em alguns casos chega a ser de centenas de horas.

Outra maneira possível é realizar o revenido de uma amostra martensítica a uma temperatura próxima ao patamar eutetóide. Neste caso, o tratamento é mais curto do que no caso acima mencionado.

3.3 Martensita:

A martensita é a solução supersaturada de carbono na ferrita¹⁸.

É uma fase de estrutura tetragonal de corpo centrado, e a relação c/a é maior quanto maior for o teor de carbono. O aumento do teor de carbono também resulta em aumento da dureza da martensita, devido à maior deformação causada no retículo cristalino pelo carbono em excesso.

A martensita se forma quando a velocidade de resfriamento é muito acentuada, levando a uma temperatura muito baixa para permitir a difusão do carbono para fora da austenita. A temperatura na qual a martensita começa a se formar é chamada de M_s , ou M_I (significando *start* ou *início*), e a temperatura na qual a transformação termina é chamada de M_F (*final*).

Pode apresentar dois tipos diferentes de estruturas: em ripas, para baixos teores de carbono, quando a transformação se dá acompanhada de deformação plástica; ou em lentes, para altos teores de carbono, quando a transformação ocorre acompanhada de maclação.

Ao contrário do que acontece com estruturas como a perlita, cuja formação avança com o tempo, a formação da martensita avança com a diminuição da temperatura. Para cada temperatura situada entre M_s e M_F , há uma proporção de martensita formada e de austenita ainda não transformada¹⁹.

4. Austenitização:

4.1 Austenita:

A austenita é uma fase de estrutura cúbica de face centrada, que pode aparecer a partir de 723°C, dependendo da composição e que apresenta solubilidade de carbono até 2,06%, segundo o diagrama de equilíbrio. Não é ferromagnética, possui boa resistência mecânica e tenacidade. A austenita se torna estável em baixas temperaturas com a presença de grandes concentrações de elementos de liga tais como níquel e manganês²⁰. Pode também ocorrer em baixas temperaturas em aços temperados com altos teores de carbono, situação que é chamada de Austenita retida.

4.2 Formação da austenita

A formação da austenita é um fenômeno de nucleação e crescimento e, portanto, é influenciada pela morfologia do aço anteriormente ao tratamento, que exerce sobre a cinética de transformação e sobre a estrutura austenítica resultante uma influência direta, incluindo o tamanho de grão.

A taxa de nucleação será maior quanto maior for a temperatura. Um aumento na temperatura de 740°C para 800°C causa um aumento de 280 vezes na taxa de nucleação, e de 82 vezes na taxa de crescimento. O número de núcleos aumenta com o aumento do teor de carbono e com o

aumento da dispersão das partículas de carbonetos.^{21,22} No entanto, o mecanismo de formação da austenita não se altera com a variação do teor de carbono, quando se consideram estruturas semelhantes²³. Na perlita, o espaçamento interlamelar pode ser considerado como medida de dispersão das partículas, e nos aços esferoidizados esta é determinada pela quantidade e tamanho dos carbonetos. Como pode haver uma grande variedade no tamanho e distribuição das partículas de carbonetos, pode-se esperar uma grande variação nas taxas de nucleação à medida em que a estrutura inicial é alterada.

A transformação da ferrita é muito mais rápida do que a transformação da cementita. Portanto, ao final da transformação da ferrita, os carbonetos não estão completamente dissolvidos. Uma vez que a transformação, incluindo a dissolução da cementita, tenha acabado, a austenita formada não é homogênea, sendo necessário um tempo para que a composição do aço se estabilize ao longo da amostra.

4.3 Formação de Austenita a Partir de Perlita Lamelar:

A estrutura perlítica apresenta uma quantidade de superfície extremamente elevada, que propicia inúmeras possibilidades para sítios de nucleação. No entanto, segundo BROOKS²⁴, a taxa de nucleação é muito menor do que essa quantidade de superfície permitiria.

A nucleação da austenita pode ocorrer nas interfaces entre a ferrita e a cementita das lamelas, nas interfaces entre grãos de mesma fase, e entre diferente colônias de perlita, .

Como a nucleação é heterogênea, é necessário considerar a energia livre de cada tipo de interface, que é função da diferença de orientação entre cristais vizinhos, ou seja, o ângulo do contorno. As interfaces entre colônias perlíticas são aquelas de maior ângulo, quando se consideram todas as possibilidades. Assim, as interfaces entre a ferrita e a cementita em uma mesma colônia de perlita, são sítios menos favoráveis à nucleação. De fato, foi observado experimentalmente que a nucleação ocorre principalmente nessas regiões, apesar de serem muito menos abundantes quando comparadas com a quantidade de interfaces entre as lamelas.

É necessário um tempo de incubação à temperatura na qual ocorre a transformação para que haja o início da nucleação dos novos cristais. Isso se dá devido ao tempo necessário à difusão do carbono da ferrita (contendo 0,02% de C) e da cementita (com 6,67% de C) para a formação da austenita com 0,8% de C²⁵.

A transformação primeiramente ocorre na ferrita, e os grãos austeníticos formados se propagam lateralmente pelas lamelas. A cementita demora significativamente mais do que a ferrita para se dissolver. Assim, a austenita formada nas lamelas de ferrita tende a apresentar uma frente de crescimento convexa²⁶. As lamelas primeiramente ficam mais finas, depois ficam esferoidizadas, e por fim, acabam por desaparecer completamente²⁷.

4.4 Formação de Austenita a Partir de Carbonetos Esferoidizados

Neste caso, os sítios preferenciais de nucleação são as interfaces entre a ferrita e as partículas de cementita, que se encontram predominantemente nos contornos de grão ferríticos. As regiões de maior ocorrência de nucleação são os pontos em que um carboneto se encontra com dois grãos ferríticos, devido à maior energia de interface dessas regiões.

No caso de a partícula de carboneto estar inteiramente dentro de um grão ferrítico, ela é rapidamente cercada pelo novo cristal que se forma, e se dissolve lentamente, por difusão do carbono para fora da partícula de carboneto..

No caso mais comum, que é o da partícula no contorno de grão, a austenita cresce rapidamente substituindo a ferrita, e pára ao encontrar os contornos de grão ferríticos, passando a crescer lentamente para dentro da partícula de carboneto. Ocorre nucleação em outros pontos nas interfaces entre ferrita e cementita, sendo que cada grão ferrítico acaba sendo inteiramente substituído por um novo grão de austenita. O carbono se difunde para fora da cementita, que vai sendo dissolvida, até que finalmente desapareça por completo.

Os novos cristais de austenita se crescem em duas frentes: uma no grão ferrítico e outra nas partículas de cementita.

4.5 *Formação de Austenita a Partir de Martensita*

Durante o aquecimento até a temperatura de austenitização, ocorre um início de revenido na estrutura, de forma que a estrutura a partir da qual se formam os grãos austeníticos é composta por carbonetos esferoidizados de dimensões muito pequenas dispersos em grãos aciculares de ferrita⁶.

Assim, o mecanismo de formação seria bastante semelhante àquele observado no caso de a estrutura prévia ser composta de carbonetos esferoidizados, com pequenas diferenças decorrentes do grau de esferoidização.

Os sítios preferenciais de nucleação seriam as interfaces entre a ferrita e os carbonetos recém formados, e as interfaces entre as agulhas e o tempo de incubação para nucleação é pequeno.

Apesar do tamanho extremamente reduzido das partículas de cementita, muitas delas ainda não estão completamente dissolvidas quando a ferrita acaba de se transformar. Há a necessidade de um tempo adicional para a total dissolução dessas partículas.

Um aspecto interessante da transformação, apontado por Brooks, é que apesar da dispersão fina de carbonetos resultante do revenido, a taxa de nucleação é comparável àquela encontrada quando se parte das outras duas estruturas mencionadas acima.

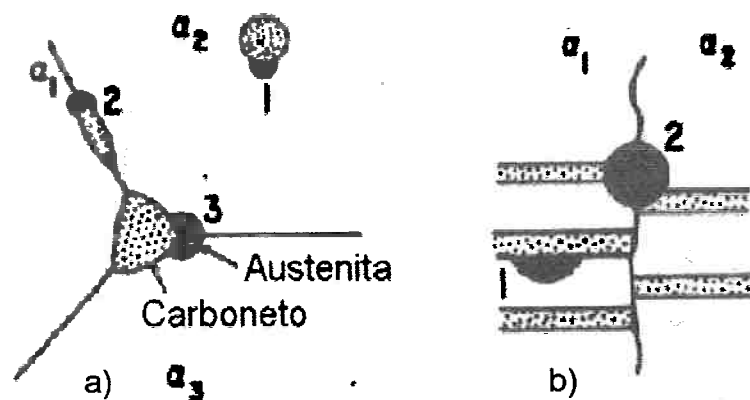


Figura 2 - Sítios de Nucleação de Austenita em Carbonetos Esferoidizados(a) e Perlita Lamelar(b) - ref. 22

4.6 Crescimento do Grão Austenítico:

Os grãos austeníticos nucleados nas interfaces entre ferrita e carbonetos crescem até encontrarem um obstáculo à sua propagação. No instante em que os nódulos crescentes se encontram e param de crescer, tem-se o *grão austenítico original*.

Em aços hipoeutetóides, o tamanho de grão aumenta continuamente à medida em que se aumenta a temperatura. O grão ainda cresce lentamente, mesmo sem que haja elevação da temperatura, mas este efeito é reduzido, e o grão tende a atingir um tamanho máximo, que é aquele normalmente observado depois do tratamento de austenitização.

5. Métodos de Revelação dos Antigos Contornos de Grão Austeníticos

Existem várias maneiras de revelar os antigos contornos de grão austenítico, relatadas em artigos e obras.

MILLSOP⁸ discorreu sobre os diversos métodos, e várias referências bibliográficas citam reagentes e métodos. Segue uma breve descrição dos métodos discutidos por ele:

5.1 Delineação por fases nos contornos:

Um método bastante utilizado é causar a formação de uma nova fase nos contornos de grão. Isso normalmente é feito através de ciclos térmicos controlados, causando a nucleação de pequenas quantidades de ferrita, perlita ou cementita nos contornos, dependendo da composição química. Às vezes, pode ser necessário um tratamento de revenido para melhorar o contraste.

5.2 Oxidação:

Outro método possível consiste em tratar uma amostra polida sob atmosfera oxidante, no campo austenítico(855°C), por 1 hora . A amostra é temperada e levemente polida. Os contornos são revelados pela oxidação preferencial da região durante o tratamento, sendo visíveis a baixa temperatura. É usado principalmente em aços hipoeutetóides e apresenta

como desvantagem o fato de revelar os contornos da austenita obtida durante o tratamento, e não revela os contornos originais que o aço apresenta quando recebido, que podem ser o objeto de estudo.

5.3 *Delineação sob vácuo:*

Outro método usado consiste de aquecer uma amostra polida sob vácuo, causando evaporação preferencial nos contornos de grão, assim como o arredondamento e conseqüente delineação dos contornos austeníticos. Quando a amostra é resfriada, as regiões ocupadas pelos contornos estarão visíveis sob baixas temperaturas.

Este método, assim como a oxidação, tem a desvantagem de revelar os contornos da austenita obtida durante o tratamento.

5.4 *Carburação*

Este método consiste em manter a amostra em um meio carburante por 8 horas a 925°C, sendo então resfriada lentamente.

A delineação dos contornos se dá por formação de cementita durante o resfriamento.

Além da desvantagem apresentada pelos dois métodos anteriores, o tratamento é demorado, podendo causar crescimento acelerado dos grãos austeníticos em certos aços

5.5 Reagentes à Base de Ácido Pícrico

Este método pode ser usado para uma vasta gama de aços, e tem a grande vantagem de ser utilizado à temperatura ambiente. Para tanto, é necessário que o aço apresente uma estrutura martensítica ou bainítica.

Diversas variações destes reagentes têm sido citadas na literatura, a maior parte composta por ácido pícrico e um agente tensoativo²⁸.

Uma desvantagem deste método é que os reativos nem sempre funcionam satisfatoriamente, tendo sua eficiência influenciada pelo teor de carbono e de elementos de liga. Pode-se começar o trabalho utilizando-se Picral ou Villela, e daí partir para variações.

6. **Materiais e Métodos:**

O aço utilizado para as experiências foi fornecido pela Acesita, e tinha a seguinte composição:

| C | Mn | Si | P | S | Cr | Ni | Mo |
|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|----------------|
| 0,720% | 0,650% | 0,250% | 0,017% | 0,004% | 0,029% | 0,010% | 0,0025 |
| Al | Cu | Co | V | Nb | Ti | Sn | N ₂ |
| 0,026% | 0,005% | 0,003% | 0,002% | 0,002% | 0,003% | 0,001% | 68ppm |

Tabela 1 - Composição Química do aço utilizado

O aço foi fornecido apresentando estrutura bruta de laminação, caracterizada pela presença predominante de perlita, com lamelas de diferentes espessuras.



Figura 3 - Estrutura bruta de laminação do aço usado. Aumento: 1000x; ataque: nital

Para a realização dos ensaios, as amostras a serem utilizadas foram normalizadas, e a partir dessa estrutura, foram obtidas as demais estruturas de partida.

Além da estrutura normalizada, foram adotadas mais duas estruturas de partida: estrutura de carbonetos esferoidizados em matriz ferrítica, e martensita não revenida.

Para os tratamentos realizados no forno, as amostras foram encapsuladas em quartzo, sob vácuo de 0,2mbar. Isso foi feito para reduzir ao máximo a descarbonetação e oxidação da superfície das amostras. A eficiência do método foi comprovada pelo fato de praticamente não haver formação de carepa na superfície das amostras e pela redução sensível da zona descarbonetada, como mostram as figuras.



Figura 4 - Amostra tratada imersa em carvão; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%

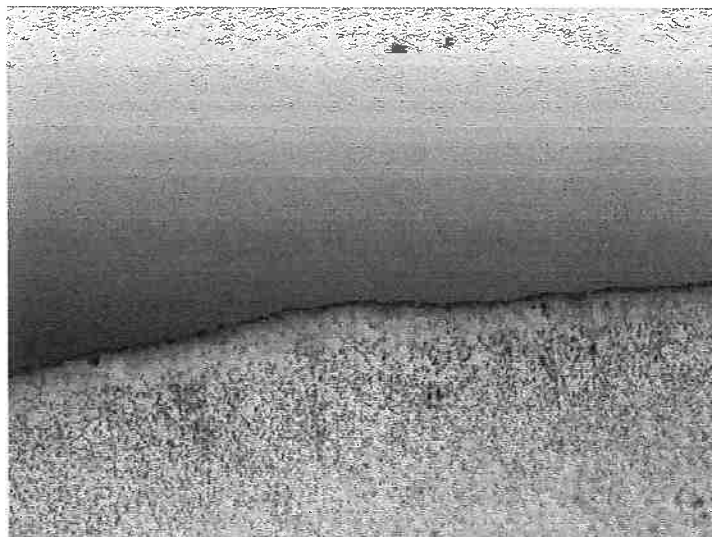


Figura 5 - amostra tratada encapsulada a vácuo. Aumento: 200x; ataque: Nital 1%

6.1 Obtenção das estruturas de partida:

6.1.1 Normalizada:

A normalização foi feita aquecendo-se as amostras a 865°C, e deixando-as resfriar fora do forno, ainda encapsuladas.

Foi obtida uma estrutura predominantemente perlítica com lamelas de espessuras regulares.

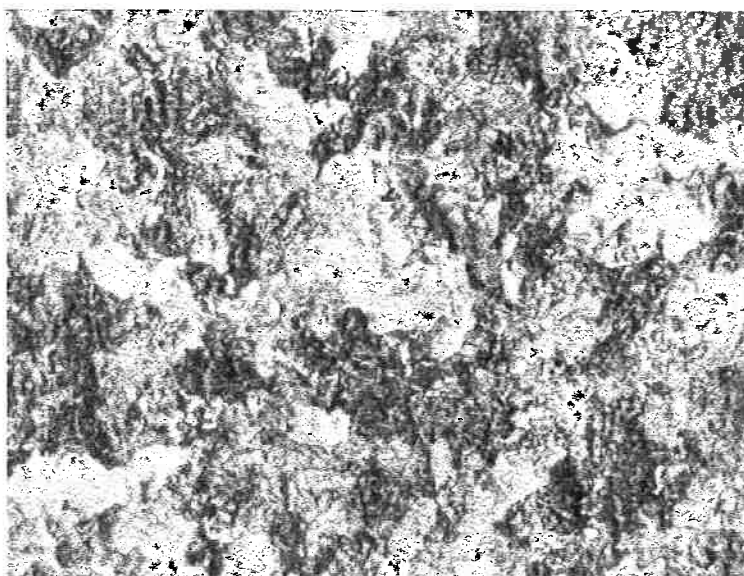


Figura 6 - Estrutura normalizada; Aumento: 200x; ataque: Nital 1%

6.1.2 Martensita não Revenida:

Para obtenção da estrutura martensítica, amostras previamente normalizadas foram austenitizadas a 800°C por 40 minutos, e resfriadas em água tranqüila à temperatura ambiente. A fim de evitar o contato da amostra quente com o ar, a cápsula de quartzo só foi quebrada quando já estava imersa na água.

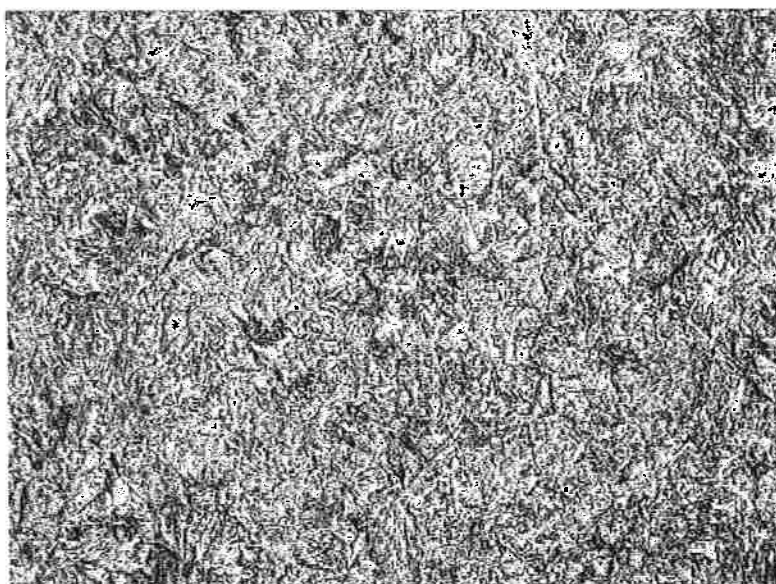


Figura 7 - Estrutura martensítica não revenida. Aumento: 500x; ataque: Nital

6.1.3 Carbonetos Esferoidizados

Há duas maneiras de se obter a estrutura de carbonetos esferoidizados²⁹. Ela pode ser obtida pelo revenido de estruturas martensíticas a temperaturas próximas do patamar eutetóide, ou pode ser obtida por aquecimento prolongado da estrutura perlítica a temperaturas próximas ao patamar eutetóide.

No presente caso, a estrutura foi obtida por revenido de estrutura martensítica, cuja obtenção já foi descrita acima.

O revenido foi realizado à temperatura de 700°C por 30 horas, e a amostra foi resfriada lentamente dentro do forno.

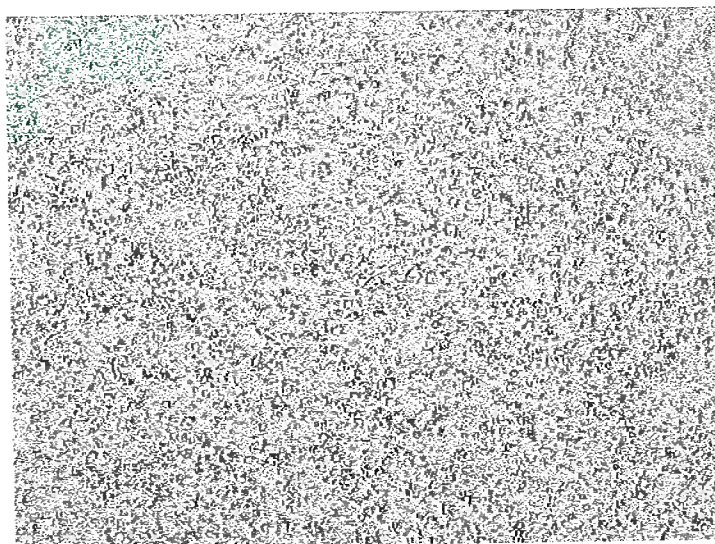


Figura 8 - Estrutura esferoidizada; aumento: 500x.; ataque: Nital 1%

As estruturas obtidas apresentavam os seguintes valores médios de dureza, na escala Vickers, usando carga de 0,3kg:

| <i>Normalizada</i> | <i>Esferoidizada</i> | <i>Temperada</i> |
|---------------------------|-----------------------------|-------------------------|
| 301,1±13,5 | 181,5±7,3 | 834,4±25,1 |

Tabela 2 - Durezas médias iniciais das estruturas das amostras de partida - escala Vickers - 0,3kg

7. Resultados e Discussão.

7.1 Tratamentos:

Para o tratamento de austenitização, as três amostras foram encapsuladas sob vácuo de 0,2mbar, e colocadas no forno a 800°C, sendo mantidas lá por 40 minutos.

As amostras foram então resfriadas em água à temperatura ambiente, sem agitação. Novamente, a cápsula foi imersa na água e só então quebrada para evitar ao máximo qualquer contato com o ar, e conseqüente oxidação.

As amostras foram embutidas a e lixadas até lixa 600, e posteriormente polidas com pasta de diamante até 1micron.

7.2 Reagentes:

Para a revelação dos antigos contornos de grão austeníticos, foram testados diversos reagentes metalográficos³⁰.

Algumas referências apontam um efeito positivo nos reagentes quando da adição de tensoativos³¹. Um em especial, um produto chamado *Teepol*²², foi citado na literatura por apresentar resultados satisfatórios. No entanto, o fabricante do produto informou que este não é mais fabricado. No presente trabalho, foram testados quatro tensoativos:

- ☞ Um detergente comercial, produzido pela Indústria Química Gienex, vendido com o nome de *Gienex - 127*.
- ☞ Dodecil Benzeno Sulfonato de Sódio, preparado no Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica.
- ☞ Lauril Éter Sulfato de Sódio, vendido pela Oxiteno com o nome de *Alkapon N*;
- ☞ Nonil Fenol Etoxilado com 9 mols de Oxidoetileno, vendido pela Oxiteno com o nome de *Renex 95*.

Estes produtos foram adicionados aos reagentes, em pequenas quantidades, e seus efeitos observados.

Dentre os tensoativos testados, o que apresentou melhores resultados foi o *Renex 95*.

Em alguns casos, foi feito um revenido nas amostras com o objetivo de melhorar o contraste ou obter determinados efeitos. Por exemplo, Krauss³² e Kehl³³ citam resultados de ataques com o reativo de Villela em amostras revenidas. Nestes testes, através de contraste, foram revelados os antigos grãos austeníticos, devido às relações de orientação que as agulhas de martensita guardam com os grãos austeníticos que as originaram. Assim, os antigos grãos apresentavam diferenças de tonalidade entre si, ficando evidenciados.

Abaixo, estão listados os reagentes usados, bem como seus efeitos.

| | Reagente | Efeito |
|---|---|--|
| 1 | Nital | Revelação da estrutura, mas não houve revelação satisfatória dos antigos contornos(figura 8). |
| 2 | Nital + Renex 95 | Revelação do antigos contornos ligeiramente melhor do que sem o tensoativo(Figura 9). |
| 3 | Villela Testes feitos em amostras não revenidas e em amostras revenidas a 250°C por 15 minutos | Boa revelação da martensita, mas delineação dos contornos extremamente sutil. Sua ação é melhorada quando há início de precipitação de outras fases no contorno de grão, na amostra não revenida(figura 10). |
| 4 | Picral | Revelação da estrutura, mas não dos antigos contornos. |
| 5 | Picral + Renex 95 | Revelação excelente de estrutura martensítica. |
| 6 | Solução aquosa saturada de ácido pícrico 5% de ácido clorídrico | Delineação insatisfatória dos contornos. Não tem seus resultados melhorados com revenimento da amostra(figura 10). |

Tabela 3 - Reagentes utilizados e resultados obtidos



Figura 9 - Ataque: Nital 1%; Aumento 200x

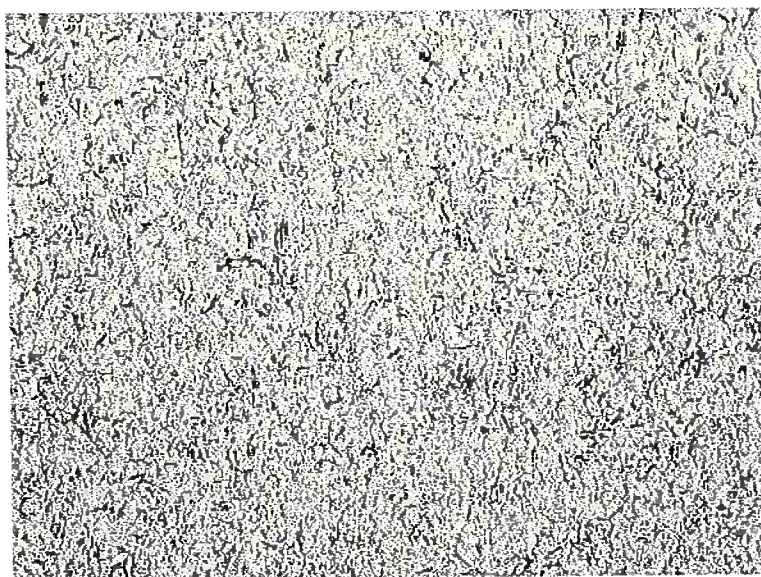


Figura 10 - Ataque: Nital + Renex 95; Aumento: 200x

O uso do tensoativo no Nital ajudou a evidenciar melhor a estrutura martensítica, mas em ambos os casos, a visualização dos antigos contornos é bastante difícil.

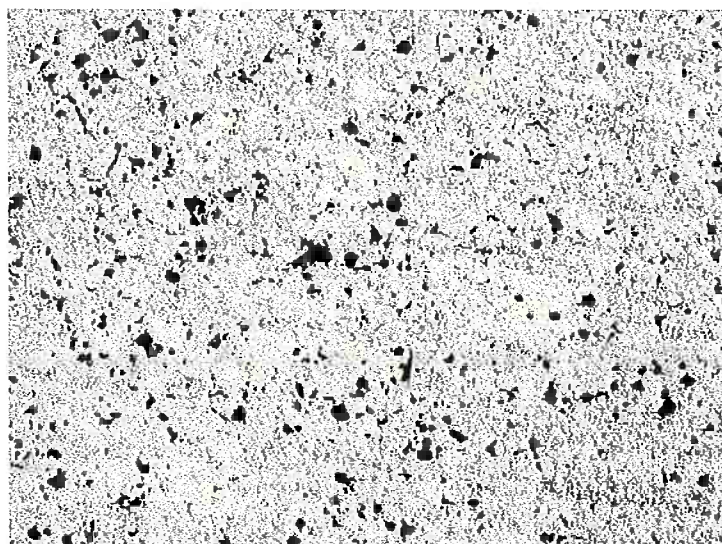


Figura 11 - Amostra não revenida; Ataque: Villela. Aumento: 200x



Figura 12 - Ataque: Reagente 6; Aumento : 200x

Os contornos foram revelados satisfatoriamente com o uso de um reagente citado por Krauss³⁴, que apresenta a seguinte composição:

- ⌘ 2g de ácido pícrico;
- ⌘ 25g de NaOH em lentilhas
- ⌘ 100ml de H₂O(destilada)

As séries de figuras abaixo(figuras 12-17) mostram os resultados com dois tempos de permanência no banho do reagente. As amostras, não revenidas, foram deixadas em um banho deste composto em ebulição por diferentes tempos, e depois com Nital, de concentração 1%.

O tempo de ataque ideal encontrado foi de 16 minutos no banho preliminar em ebulição, seguido de ataque com Nital de concentração 1% por cerca de 20 segundos.

Estes tempos foram escolhidos através de dois critérios: clareza dos contornos, e repetibilidade dos ensaios. Tempos de permanência menores que 16 minutos no banho levaram, às vezes a delineações bastante claras dos contornos, mas estes resultados se mostraram de difícil repetição, especialmente quanto ao tempo de ataque com nital. Todos os testes realizados com tempo de permanência de 16 minutos apresentaram resultados bastante semelhantes, tornando estes parâmetros confiáveis. A figura 18 mostra a pouca repetibilidade dos resultados com tempo de permanência no banho de 17 minutos.

Algumas particularidades do reagente podem ser apontadas:

Para melhor manuseio das amostras, é aconselhado o uso de resina epoxídica de cura a frio para o embutimento.

O banho do composto mencionado ataca a baquelite, normalmente usada para embutir as amostras, deixando-a porosa e com resistência reduzida.



Figura 13- Permanência no banho: 13 min. Nital: 10s

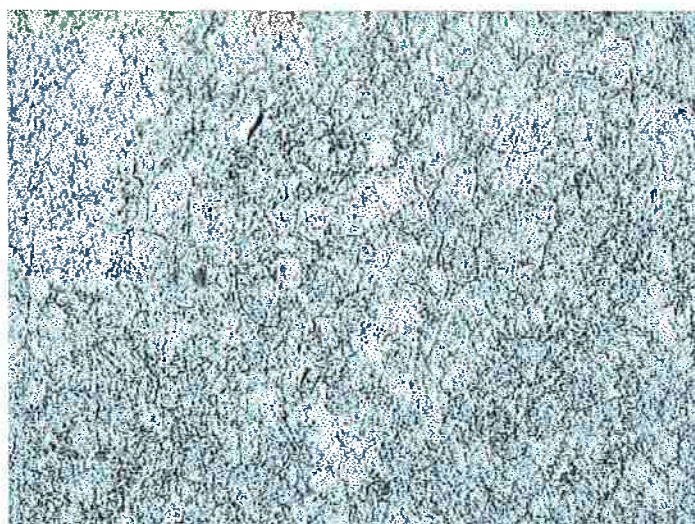


Figura 14 - Permanência no banho: 16min. Nital: 10s



Figura 15 - Permanência no banho: 17 min. Nital: 10s



Figura 16 - Permanência no banho: 13min. Nital: 20s

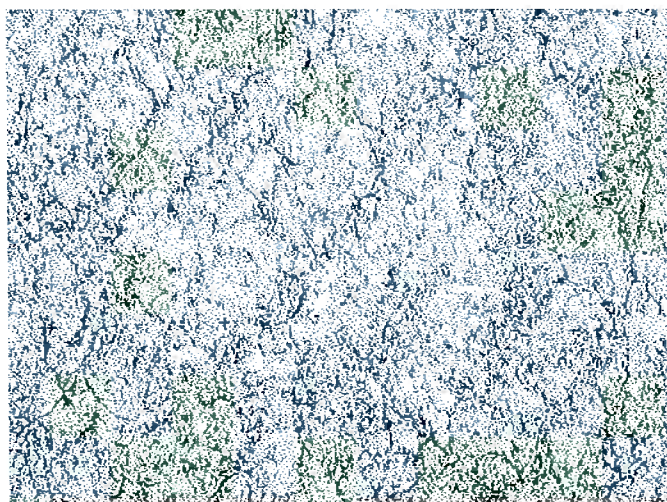


Figura 17 - Permanência no banho: 16min. Nital: 20s



Figura 18 - Permanência no banho: 17min. Nital: 20s

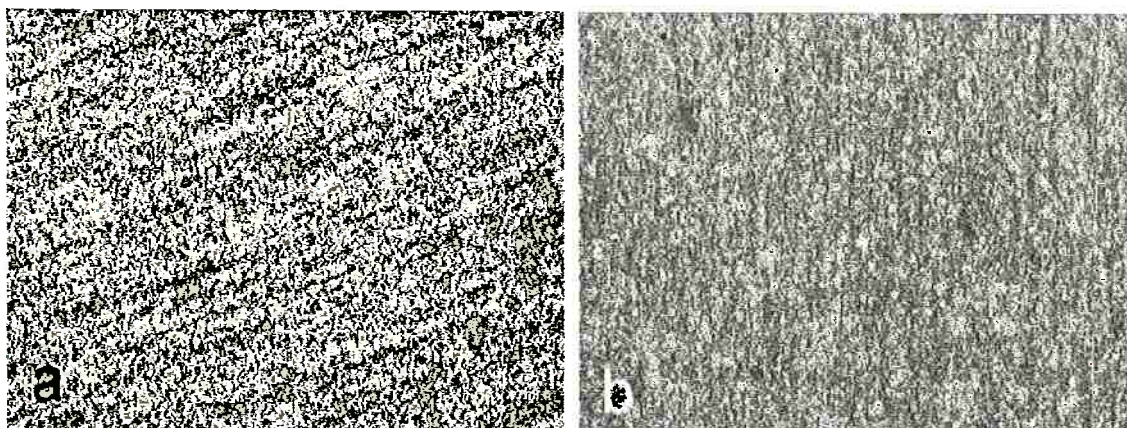


Figura 19 - Comparação entre testes diferentes do mesmo tempo de permanência no banho(17 min). Tempo de ataque com Nital: (a) 15s; (b) 40s.

Outro efeito notado do reagente em resinas de embutimento é que resinas à base de poliéster , de cura rápida a frio, também reagem com o banho, ficando extremamente escorregadias e difíceis de manusear.

Deve-se prestar atenção ao fato de a resina epoxídica ser menos densa que o reativo, o que faz que o embutimento não afunde no banho. É necessário, portanto, tomar o cuidado de verificar se a amostra realmente está em contato com o reagente.

O reativo deve ser preparado na hora da utilização e, uma vez utilizado para o preparo de uma amostra, ou mais de uma simultaneamente, não serve para uso posterior, mesmo que este seja imediato.

Este reativo pode ainda ser usado de uma maneira alternativa. Após um ataque longo com nital, a amostra pode ser polida novamente, com o cuidado para não remover inteiramente o ataque anterior. Ela é então colocada em um novo banho, e observada diretamente.

As figuras a seguir mostram os resultados obtidos, com 20 segundos de ataque com nital:

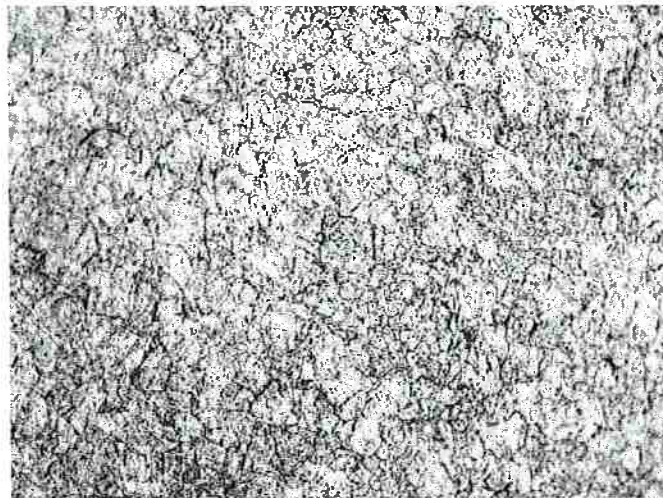


Figura 20 - Estrutura de partida: esferoidizada. Aumento: 200x



Figura 21 - Estrutura de partida: normalizada; aumento: 200x

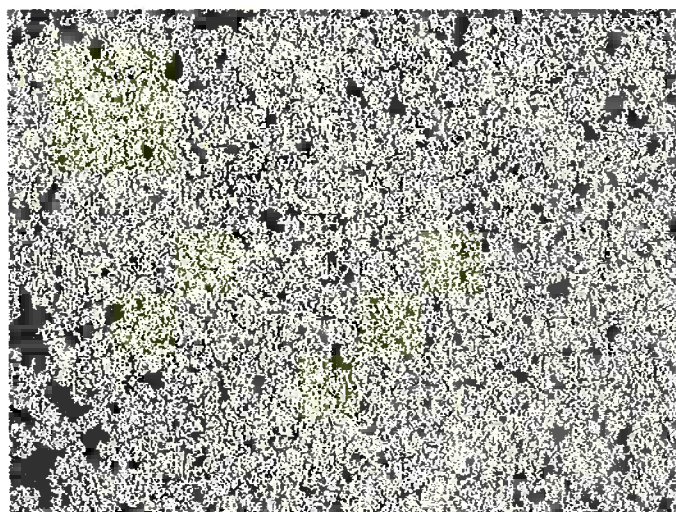


Figura 22 - Estrutura de partida: martensita não revenida. Aumento: 200x

7.3 Medidas

Os tamanhos de grão foram medidos através do uso de uma linha de teste circular, de raio de $60\mu\text{m}$, com aumento de 500 vezes³⁶. Foi feita uma contagem de interceptos, e o comprimento da linha de teste foi dividido pelo número encontrado, dando o tamanho médio de grão em μm (tabelas 4 e 5).

Foram feitas medidas de dureza das amostras temperadas. Os resultados estão dispostos na tabela.

| | Esferoidizada | Normalizada | Temperada |
|--------------|----------------------|--------------------|-------------------|
| | 966 | 990 | 1080 |
| | 912 | 966 | 1025 |
| | 890 | 990 | 1025 |
| | 966 | 990 | 1025 |
| | 890 | 1025 | 1052 |
| | 966 | 1025 | 1119 |
| | 942 | 1052 | 1181 |
| | 966 | 990 | 1119 |
| | 942 | 990 | 1052 |
| | 966 | 1052 | 1080 |
| | 942 | 990 | 1025 |
| | 890 | 1025 | 1025 |
| | 842 | 966 | 1052 |
| | 990 | 1052 | 1052 |
| | 912 | 990 | 1025 |
| Média | 932,1 \pm 41,1 | 1006,2 \pm 29,8 | 1062,5 \pm 46,2 |

Tabela 4 - Durezas finais após o tratamento - escala Vickers - 0,3kg

| <i>Esferoidizada</i> | <i>Normalizada</i> | <i>Temperada</i> |
|-----------------------------|---------------------------|-------------------------|
| <i>Contagens</i> | <i>Contagens</i> | <i>Contagens</i> |
| 52,0 | 58,5 | 76,0 |
| 47,0 | 59,0 | 74,0 |
| 50,0 | 47,0 | 81,0 |
| 52,0 | 52,0 | 75,0 |
| 49,0 | 60,0 | 78,0 |
| 51,0 | 57,0 | 78,0 |
| 53,0 | 58,0 | 81,0 |
| 48,0 | 59,0 | 79,0 |
| 51,0 | 56,0 | 84,5 |
| 49,0 | 57,0 | 83,5 |
| 48,0 | 61,0 | 83,0 |
| 50,0 | 59,0 | 84,5 |
| 50,0 | 60,5 | 79,0 |
| 51,0 | 62,0 | 82,0 |
| 57,0 | 58,0 | 80,0 |
| 49,0 | 57,0 | 87,5 |
| 49,5 | 59,5 | 82,5 |
| 54,0 | 62,0 | 84,0 |
| 49,5 | 61,0 | 85,0 |
| 53,0 | 60,5 | 81,0 |

Tabela 5 - Contagens de interceptos na linha - teste

| <i>Estrutura</i> | <i>Contagens</i> | <i>Desvio Padrão</i> | <i>Diâmetro Médio de Grão - μm</i> |
|----------------------|------------------|----------------------|--|
| Esferoidizada | 50,7 | 2,4 | $7,4 \pm 0,3$ |
| Normalizada | 58,2 | 3,5 | $6,5 \pm 0,4$ |
| Temperada | 80,9 | 3,6 | $4,7 \pm 0,2$ |

Tabela 6 - Contagens e tamanho médio de grão em μm

8. Conclusões

O tamanho de grão austenítico é influenciado pela estrutura de partida do tratamento de austenitização. Esta relação está ligada à quantidade de sítios preferenciais de nucleação presentes em cada estrutura, determinada principalmente pela dispersão das partículas de carbonetos. O fato de a austenita resultante das estruturas aciculares não apresentar tal estrutura não pode ser encarado como uma contestação de resultados anteriores, uma vez que o tempo de permanência no forno pode ter levado à uniformização das formas dos grãos.

As diferenças de dureza final podem ser decorrentes de diferenças de dissolução de carbono, mas provavelmente não se devem ao tamanho de grão.

O reativo encontrado é eficiente para aços carbono na faixa de composição utilizada. Há resultados citados na literatura que indicam sua eficiência para teores mais altos de carbono. Logo, é provável que a eficiência deste reativo se estenda a várias outras composições, com diferenças nos tempos ótimos de permanência no banho do composto, e no tempo de ataque com nital.

Quanto aos outros reativos testados, especialmente aqueles baseados em ácido pícrico, é muito provável que sejam eficientes para outras faixas de composição. É também possível que seja eficiente para a composição utilizada, sendo isto uma questão de se encontrar o agente tensoativo mais adequado para a situação.

9. Referências Bibliográficas

1. SPEICH, G.R.; DEMAREST V. A.; MILLER, R.L. - Formation of Austenite During Intercritical Annealing of Dual-Phase Steels - Metallurgical Transactions, Vol. 12A , 1982
2. SOUZA, M.M.; GUIMARÃES, J. R. C.; CHAWLA, K. K. - Intercritical Austenitization of Two Fe-Mn-C Steels - Metallurgical Transactions, - Vol. 13A - 1982
3. GARCIA DE ANDRÉS, C.; CABALLERO, F. G.. CAPDEVILLA, C.; BHADESHIA, H. K. D. H. - Modelling of Kinetics and Dillatometric Behavior of Non-Isothermal Pearlite-to-Austenite Transformation in na Eutectoid Steel - Scripta Materiallia, vol. 39, págs. 791-796 - 1998
4. JACOT, A. RAPPAZ, M.; REED, R. C. - Modelling of Reaustenitization from the Pearlite Strucuture in Steel - Acta Materiallia, Vol. 46, Págs. 3949-3962, 1998
5. BROOKS, C. R. - Principles of Austenitization of Steels - Pág. 1- Elsevier Applied Science - Londres, 1992
6. GRANGE, R. A. - Strengthening Steel By Austenite Grain Refinement - Transactions of the American Society for Metals, Vol. 59 págs. 26-48, 1966
7. KRAUSS, G. - Steel and its Heat Treatment - Pág 180. - Materials Park –American Society for Metals - 1990
8. MILLSOP, R. - A Survey of Austenitic Grain Size Measurement, em *Hardenability Concepts with Applications to Steels* - TMS-AIME, Warrendale PA, 1978, págs. 316-333

-
9. PEÑALBA, F.; GARCIA DE ANDRÉS, C.; CARSI, M.; ZAPIRAIN, F. - Austenitic Grain Size Evolution and Continuous Cooling Transformation Diagrams in Vanadium and Titanium Microalloyed Steels. - Journal of Materials Science - Vol. 31, págs. 3847-3853 - 1996
 10. CHIAVERINI, V. - Aços Carbono e Aços Liga, pág. 18 - ABM - São Paulo, 1970
 11. CHIAVERINI, V. - Tratamentos Térmicos das Ligas Ferrosas - pg. 15 - ABM, São Paulo - 1987
 12. HONEYCOMBE, R. W. K. - Aços - Microestrututra e propriedades, pág. 63 - Fundação Calouste Gulbenkian - Lisboa, 1984
 13. HULL, F.C.; MEHL, R. - The Strucuture of Pearlite - Transactions American Society for Metals - Vol. 30, págs. 381-424 - 1942
 14. SILVA, A. L. C.; MEI, P. R. - Aços e Ligas Especiais, pág. - Eletrometal Metais Especiais - Sumaré, 1988
 15. PITSCHE, W. - Die Orientierungszusammenhang zwischen Zementit und Ferrit im Perlit. - Acta Metallurgica - Vol. 10 - 1962
 16. CHIAVERINI, V. - Tratamentos térmicos das ligas ferrosas - pg. 77-78. - ABM, São Paulo - 1987
 17. METALS HANDBOOK, 10ª Edição - Vol. 4. - Heat Treating., pág 26-50, American Society for Metals - Metals Park, 1991
 18. LAKHTIN, - Engineering Physical Metallurgy pág. 180 - MIR Publishers, Moscou
 19. THELNING, K. - Steel and its heat treatment - Bofors handbook. Pág. 15 - Butterworks, Londres, 1978

-
20. SAMUELS, L. - Optical Microscopy of Carbon Steels ,Pág 7. - Metals Park – American Society for Metals - 1980
 21. LAKHTIN, Y. - Engineering Physical Metallurgy , pág 156 - MIR Publishers, Moscou -
 22. ROBERTS, G. A., MEHL, R. F. - The Mechanism of Formation of Austenite From Ferrite-Cementite Aggregates - Transactions of the American Society for Metals, vol. 31, Pág 613-650, 1943.
 23. BAEYERTS, M. - Effects of Initial Strucuture on Austenite Grain Formation and Coarsening - Transactions of the American Society for Metals - vol. 30 - Págs. 458-490, 1942
 24. BROOKS, C. R. - Principles of Austenitization of Steels - Cap. 10 - Elsevier Applied Science - Londres, 1992
 25. KRAUSS, G. - Steel and Its Heat Treatment - Pág. 183 - Materials Park –American Society for Metals - 1990
 26. SPEICH, G.R; SZIRMAE, A. - Formation of Austenite from Ferrite and Ferrite-Carbide Aggregates - Transactions AIME, vol. 245, Pág. 1063-1074. - 1969
 27. SAMUELS, L. - Optical Microscopy of Carbon Steels, Págs 248-250. - Metals Park – American Society for Metals - 1980
 28. MORI, F. Y., BARBOSA, C. A., SOUZA, M. H. C., FALLEIROS, I. G. S. – Controle do tamanho de grão austenítico de um aço para trabalho a quente através da adição de nióbio – Metalurgia – ABM, Vol. 33, No. 241, dez. 1977, págs. 743-748
 29. NEHREMBERG - Austenite Grain Growth as Related to Prior Structure - Journal of Metals, Jan. 1950. Págs 162 – 174

-
- 30. PETZOW, G. - Metallographic Etching, págs. 61-68 - American Society for Metals - Metals Park, 1978**
 - 31. METALS HANDBOOK, 9ª Ed. - Vol 9 - Metallography págs. 166-179 - American Society for Metals - Metals Park, 1985**
 - 32. KRAUSS, - Steel and its Heat treatment, pág. 191 - Materials Park – American Society for Metals - 1990**
 - 33. KEHL, G. - Principles of Metallographic Laboratory Practice - Pág. 270 - McGraw-Hill - Nova Iorque, 1949**
 - 34. KRAUSS, - Steel and its Heat treatment, pág. 193 - Materials Park – American Society for Metals - 1990**
 - 35. PADILHA, A. F. - Materiais de Engenharia - Microestrutura e Propriedades - Págs. 223 a 235 - Hemus - São Paulo, 1997**