

ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

RODOLFO AKIRA OZAKI

**ANÁLISE COMPARATIVA DE TÉCNICAS DE QUANTIFICAÇÃO DE FRAÇÃO  
VOLUMÉTRICA DE INCLUSÕES EM PONTE DE FERRO PUDLADO**

São Paulo

2019

RODOLFO AKIRA OZAKI

**ANÁLISE COMPARATIVA DE TÉCNICAS DE QUANTIFICAÇÃO DE FRAÇÃO  
VOLUMÉTRICA DE INCLUSÕES EM PONTE DE FERRO PUDLADO**

Trabalho de formatura apresentado à  
Escola Politécnica da Universidade de São  
Paulo

Departamento de Engenharia Metalúrgica e  
de Materiais

São Paulo

2019

RODOLFO AKIRA OZAKI

**ANÁLISE COMPARATIVA DE TÉCNICAS DE QUANTIFICAÇÃO DE FRAÇÃO  
VOLUMÉTRICA DE INCLUSÕES EM PONTE DE FERRO PUDLADO**

Trabalho de formatura apresentado à  
Escola Politécnica da Universidade de São  
Paulo

Departamento de Engenharia Metalúrgica e  
de Materiais

Orientador: Fernando José Gomes Landgraf

São Paulo

2019

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço ao professor e orientador Fernando José Gomes Landgraf, por todo o apoio durante a produção deste trabalho. Sou enormemente grato pelo cuidado e dedicação que motivaram a pesquisa acerca de tantos detalhes na área da Arqueometalurgia, onde surgiram inúmeros assuntos interessantes, nem todos abordados neste trabalho, infelizmente. Agradeço ao professor Cesar Roberto de Farias Azevedo e ao técnico Rafael Rocha Maia, por aceitarem o convite como membros da banca avaliadora e pelas experiências e conhecimento transmitidos aos alunos do departamento. Meus agradecimentos aos técnicos Israel Aparecido Cruz do Laboratório de Metalografia e Diogo Cesar Borges Silva do Laboratório de Manufatura, que auxiliaram grandemente os experimentos, assim como trouxeram relevantes explicações sobre os métodos, procedimentos e equipamentos.

Sou profundamente grato à minha mãe, Amélia Mariko Morishita Ozaki, e irmãos, Raphael Massayuki Ozaki e Henrique Jun Ozaki, que sabem a dedicação que exigiu para concretização deste trabalho. Ainda dentro da família, agradeço à minha avó Tochico Yonekura Morishita, aos meus tios-avôs Oswaldo Inocima e Naoko Yonekura Inocima e meus primos Igor Tetsuo Inocima, sua esposa Akiyo Inocima e Fábio Massao Inocima, pelo grandioso apoio emocional e afetivo, que foram fundamentais para minha motivação para fazer meu melhor.

Agradeço aos professores Ivan Gilberto Sandoval Falleiros, Neusa Alonso Falleiros, Ivette Frida Cymbaum Oppenheim, Hélio Goldenstein, André Paulo Tschiptschin, Marcelo Breda Mourão, Marcelo de Aquino Martorano, Cláudio Geraldo Schön, Eduardo Franco de Monlevade, Sérgio Duarte Brandi, Ticiane Sanches Valera, Hélio Wiebeck, Guilherme Frederico Bernardo Lenz e Silva e Flávio Beneduce Neto, que contribuíram ativamente como educadores, mostrando como assuntos fundamentais da Ciência dos Materiais podem ser vistos de maneira mais simples, fazendo da experiência politécnica no departamento mais completa e compreensível. Não tenho palavras para agradecer ao professor Samuel Marcio Toffoli, pela sensibilidade ao tratar dos diversos assuntos internos, trazendo informações e soluções que distanciaram muitas das preocupações vividas como aluno.

Também sou grato à minha psicóloga, Marina Campos Pagani, que me fez enxergar alegria em cada uma das pequenas coisas que eu sempre gostei, mas que não mais percebia. Minha gratidão ao gastroenterologista Manoel Antonio Costacurta de Azevedo, responsável por diagnosticar e tratar os problemas que tive, que causaram dor que me acompanhou por anos.

Minha gratidão é grande ao meu amigo Alexander Klebau. Wir hatten eine tolle Zeit zusammen, deren Wert ich bis heute schätze. Vielen Dank.

Agradeço profundamente aos meus amigos Ivan Hitoshi Oyama, Sabrina Shin, Gustavo Oliveira Silva, Alexandre Nobuo Kunieda, Amana de Andrade Gatti, Bárbara Kawamura, Chrisnael Saavedra Ruiz, Claudio Hanashiro Barbosa Silva, Fernando Henrique de Carvalho Miguel, Gean Oliveira Gonçalves, Ivan Verlangieri, Mauricio Tassoni Neves, Rafael Alves Terras, Rafael Bittencourt Aguiar Cunha, Rafael Eugênio Crempe, Sarah Fernandes Teixeira, Taís Tanamatis e Thiago Andrade Patente, que me acompanharam durante a criação deste trabalho, cujo apoio foi inesquecível.

Finalmente, agradeço ao grupo (여자)아이들 por existirem, fazendo do mundo um lugar melhor e mais feliz. Stan (G)I-DLE!

## RESUMO

O objetivo do trabalho é o estudo comparativo de métodos de quantificação de fração volumétrica de inclusões não-metálicas na análise de um componente de ponte produzida por Pudlagem. Os métodos abordados foram: Metalografia Quantitativa, Densidade Hidrostática, Polarização Magnética de Saturação e Tomografia Computadorizada de Raio-X. Cada método possui especificidades características, o que se refletiu nos resultados em alguma vantagem operacional ou em incerteza associada ao método. A fração volumétrica média mostrou boa correlação entre os diferentes métodos, com exceção da Tomografia de Raio-X, cujo resultado foi inferior aos demais.

Palavras-chave: Fração Volumétrica. Inclusões. Metalografia Quantitativa. Densidade Hidrostática. Tomografia Computadorizada. Raio-X. Arqueometalurgia. Pudlagem.

## ABSTRACT

The objective of this paper is the comparative study of quantitative methods to obtain the volume fraction of non-metallic inclusions of the analysis of a bridge component made of puddled iron. The methods here addressed were: Quantitative Metallography, Hydrostatic Density, Saturation Magnetic Polarization and X-Ray Computed Tomography. Each method has its own aspects that affected the results either as operational advantage or associated uncertainty. The average volume fraction was accurate for the different methods, except for X-Ray Tomography, which showed a lower average compared to the others.

Keywords: Volume Fraction. Inclusion. Quantitative Metallography. Hydrostatic Density. Computer Tomography. X-Ray. Archaeometallurgy. Puddling.

## LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1: Evolução comparativa da escala de produção entre os vários métodos de refino de ferro</i>	3
<i>Figura 2: Escala de produção de aço, ferro forjado e ferro fundido no final do séc. XIX.</i>	4
<i>Figura 3: Desenho esquemático ilustrativo sobre a Pudlagem</i>	5
<i>Figura 4: Conversor Bessemer</i>	7
<i>Figura 5: Desenho esquemático do forno do tipo Siemens-Martin</i>	9
<i>Figura 6: Ponte Imperial D. Pedro II, sobre o Rio Paraguaçu, que divide as cidades Cachoeira e São Félix.</i>	10
<i>Figura 7: Mapa ferroviário na Bahia. A Estrada de Ferro Central da Bahia está identificada como 119. Marcações do autor.</i>	12
<i>Figura 8: Inscrição na Ponte Imperial D. Pedro II, indicando provável fabricante.</i>	13
<i>Figura 50: Trilho coletado na cidade Mineiros do Tietê, SP.</i>	19
<i>Figura 51: Catálogo da companhia que construiu o trilho, mencionando o significado das marcações</i>	19
<i>Figura 52: Microestrutura do trilho produzido por Carnegie Steel Company Ltd, pelo Refino Bessemer</i>	20
<i>Figura 9: Ferro “forjado” (wrought iron), com matriz de ferrita com baixo teor de carbono. Inclusões alongadas na direção de maior deformação de forjamento, plásticas na temperatura de trabalho</i>	21
<i>Figura 10: Ferro pudlado. Seção longitudinal atacada com ácido nítrico. Matriz de ferrita com inclusões de escória alongadas pela laminação. Aumento de 150x.</i>	21
<i>Figura 11: Ferro pudlado em seção transversal, sem ataque. Aumento de 55x.</i>	21
<i>Figura 12: Ferro pudlado em seção longitudinal, sem ataque. Aumento de 100x. Notam-se inclusões de escória alongadas pela laminação.</i>	21
<i>Figura 13: Diagrama com sentidos dos cálculos envolvidos na Metalografia Quantitativa</i>	23
<i>Figura 14: Massas específicas de materiais ferrosos produzidos em diferentes regiões</i>	25
<i>Figura 15: Constituintes da ponte. Duas cantoneiras, dois rebites e uma alma.</i>	28
<i>Figura 16: Componentes da ponte. A –Alma; B – Rebite; C – Cantoneira.</i>	29
<i>Figura 17: À esquerda, aplicação do filtro threshold em amostra 145-L1, aumentada 100x. À direita, a guia para regular o filtro.</i>	31
<i>Figura 18: Dados gerados do software ImageJ ao se analisar determinada área. Fração volumétrica é dada por %Area.</i>	31
<i>Figura 19: Recorte da micrografia da amostra 145-L1, em aumento de 100x, realizada no microscópio óptico.</i>	32
<i>Figura 20: Imagem obtida após aplicação de filtro no Image J, para quantificação</i>	32
<i>Figura 21: Exemplo de quatro micrografias de regiões vizinhas da amostra 145-L, em aumento de 50x, utilizadas para composição.</i>	34
<i>Figura 22: Amostras 145 preparadas para ensaio de densidade hidrostática</i>	35
<i>Figura 23: Arranjo experimental para medida de densidade hidrostática</i>	36



<i>Figura 24: Desenho esquemático do equipamento da Globalmag Transdutores Magnéticos</i>	39
<i>Figura 25: Comportamento da polarização magnética (J) de metais ferromagnéticos com variação de campo magnético (H)</i>	40
<i>Figura 26: Representação do funcionamento do Tomógrafo de Raios-X</i>	42
<i>Figura 27: Amostra 145-L com aumento de 50x.</i>	45
<i>Figura 28: Amostra 145-L com 50x com filtro do ImageJ. A fração volumétrica medida: 10,6%.</i>	45
<i>Figura 29: Amostra 145-L com aumento de 100x.</i>	45
<i>Figura 30: Amostra 145-L com 100x com filtro do ImageJ. A fração volumétrica medida: 8,3%.</i>	45
<i>Figura 31: Amostra 145-T, com aumento de 50x.</i>	46
<i>Figura 32: Amostra 145-T com 50x com filtro do ImageJ. A fração volumétrica medida: 6,6%.</i>	46
<i>Figura 33: Amostra 145-T, com aumento de 100x.</i>	46
<i>Figura 34 Amostra 145-T, com aumento de 100x. A fração volumétrica medida: 5,4%.</i>	46
<i>Figura 35: Amostra 145-L1, com aumento de 200x.</i>	47
<i>Figura 36: Amostra 145-L1, com aumento de 200x. A fração volumétrica medida: 12,3%.</i>	47
<i>Figura 37: Resultado da imagem composta da amostra 145-T</i>	48
<i>Figura 38: Resultado da composição de imagens da amostra 145-L.</i>	49
<i>Figura 39: Amostra 145-T, com aumento de 50x, em filtro preto e branco. A fração volumétrica: 5,1%.</i>	50
<i>Figura 40: Amostra 145-L, com aumento de 50x, em filtro preto e branco. A fração volumétrica medida: 8,5%</i>	50
<i>Figura 41: Inclusão de grande dimensão na amostra 145-T, a 100x de aumento, em escala de cinza</i>	53
<i>Figura 42: Aplicação do filtro threshold para evidenciar e quantificar apenas a wustita na inclusão</i>	53
<i>Figura 43: Amostra 145-L, com aumento de 200x, com foco numa inclusão de grande dimensão</i>	54
<i>Figura 44: Aplicação do filtro evidenciando apenas a fase da wustita.</i>	54
<i>Figura 45: Visualização da amostra 145 no software VGStudio MAX 2.1, onde identificam-se, à esquerda, o modelo 3D da amostra e plano visualizado (superior), visão de topo (inferior); no centro, a visão do plano selecionado; à direita, visão lateral mostrando posicionamento do plano</i>	58
<i>Figura 46: Análise volumétrica com fração volumétrica em destaque. À esquerda, observam-se a visão de topo e do modelo tridimensional; à direita, as visões lateral e frontal da amostra 145.</i>	59
<i>Figura 47: Amostra 145-L, aumento de 50x. As bordas no lado esquerdo estão sombreadas</i>	64
<i>Figura 48: Filtro aplicado sobre micrografia com regiões de baixa iluminação. Foram criadas regiões que não correspondem a inclusões</i>	64
<i>Figura 49: Filtro aplicado na imagem reconstruída da amostra 145-L, identificando regiões não identificadas no filtro.</i>	65
<i>Figura 53: Gráfico comparativo da fração volumétrica de inclusões encontradas em cada método para amostra 145.</i>	69

## LISTA DE TABELAS

<i>Tabela 1: Etapas da construção da E. F. Central da Bahia</i>	11
<i>Tabela 2: Definições das classificações de inclusões não metálicas quanto a sua origem</i>	15
<i>Tabela 3: Possíveis fontes de inclusão</i>	16
<i>Tabela 4: Principais símbolos e notações</i>	23
<i>Tabela 5: Densidade da água, de acordo com a temperatura</i>	37
<i>Tabela 6: Parâmetros utilizados no Tomógrafo Computadorizado de Raio-X</i>	43
<i>Tabela 7: Médias ponderadas das Fração Volumétrica de Inclusões por Metalografia Quantitativa</i>	51
<i>Tabela 8: Dados experimentais da medida de densidade hidrostática</i>	52
<i>Tabela 9: Quantificação da fração de wustita em inclusões em amostra 145-L, realizadas em distintos aumentos</i>	55
<i>Tabela 10: Fração volumétrica de inclusões a partir dos resultados experimentais do ensaio de densidade hidrostática</i>	56
<i>Tabela 11: Resultados da fração volumétrica, partindo de medidas de polarização magnética de saturação</i>	57
<i>Tabela 12: Fração Volumétrica de Inclusões por Tomografia Computadorizada de Raio-X</i>	60
<i>Tabela 13: Comparação da Fração Volumétrica de Inclusões pelos Métodos de Quantificação utilizados</i>	71

## LISTA DE EQUAÇÕES

$P_P = L_L = A_A = V_V$	(1)	23
$\vec{J}_s = \mu_0 \sum_{i=0}^n X_i \frac{\vec{m}_i}{V_i}$	(2)	26
$E_n = 2 \sqrt{\frac{\sum_i (\bar{A} - A_i)^2}{n(n-1)A_T^2}}$	(3)	33
$\rho_a = \frac{m_{a\_ar}}{m_{a\_ar} - m_{a\_im}} \rho_{\acute{a}gua}$	(4)	37
$\rho_a = \rho_{Fe} X_{Fe} + \rho_w X_w + \rho_f X_f$	(5)	38
$\rho_{inc} X_{inc} = \rho_w X_w + \rho_f X_f$	(6)	38
$X_{Fe} + X_{inc} = 1$	(7)	38
$X_{inc} = \frac{\rho_a - \rho_{Fe}}{\rho_{inc} - \rho_{Fe}}$	(8)	38
$B = J - \mu_0 H$	(9)	40
$J_s^a = X_{Fe} J_s^{Fe} + X_{inc} J_s^{inc}$	(10)	41
$X_{inc} = 1 - \frac{J_s^a}{J_s^{Fe}}$	(11)	41
$\rho_{inc} = 0,2941 \cdot \rho_w + 0,7059 \cdot \rho_f$	(12)	55

## LISTA DE SÍMBOLOS

### *Elementos Químicos*

<b>Al</b>	Alumínio
<b>Ca</b>	Cálcio
<b>Cr</b>	Cromo
<b>Fe</b>	Ferro
<b>K</b>	Potássio
<b>Mg</b>	Magnésio
<b>Mn</b>	Manganês
<b>N</b>	Nitrogênio
<b>O</b>	Oxigênio
<b>P</b>	Fósforo
<b>S</b>	Enxofre
<b>Si</b>	Silício
<b>Ti</b>	Titânio
<b>V</b>	Vanádio

### *Notações referentes à Metalografia Quantitativa*

### Unidades ou notação

<b><i>N</i></b>	Número de objetos	
<b><i>P</i></b>	Número de pontos	
<b><i>L</i></b>	Comprimento linear	m
<b><i>A</i></b>	Área superficial	m <sup>2</sup>
<b><i>V</i></b>	Volume	m <sup>3</sup>
<b><i>P<sub>P</sub></i></b>	Proporção pontos na fase pelo total de pontos $P_{\alpha}/P_T$	%
<b><i>L<sub>L</sub></i></b>	Proporção linear entre comprimentos $L_{\alpha}/L_T$	%
<b><i>A<sub>A</sub></i></b>	Fração de área $A_{\alpha}/A_T$	%
<b><i>V<sub>V</sub></i></b>	Fração volumétrica $V_{\alpha}/V_T$	%

**Grandezas Físicas****Unidades ou notação**

$m$	Massa	kg
$\rho$	Densidade	kg/m <sup>3</sup>
$J_s$	Polarização Magnética de Saturação	T
$\mu_0$	Permeabilidade magnética no ar	
$T$	Temperatura	°C

**Notações usadas na Quantificação de inclusões**

$X_{inc}$	Fração Volumétrica de Inclusões	%
$\sigma$	Desvio-padrão	%
$E_n$	Erro Amostral	%

**Grandezas Físicas****Unidades ou notação**

$m$	Massa	kg
$\rho$	Densidade	kg/m <sup>3</sup>
$J_s$	Polarização Magnética de Saturação	T
$\mu_0$	Permeabilidade magnética no ar	
$T$	Temperatura	°C

**Siglas de Departamentos e Laboratórios**

<b>PMT</b>	Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo
<b>LCMHC</b>	Laboratório de Caracterização Metalográfica Humbertus Colpaert
<b>IPT</b>	Instituto de Pesquisas Tecnológicas

# Sumário

<b>AGRADECIMENTOS</b>	<b>I</b>
<b>RESUMO</b>	<b>III</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>IV</b>
<b>LISTA DE FIGURAS</b>	<b>V</b>
<b>LISTA DE TABELAS</b>	<b>VII</b>
<b>LISTA DE EQUAÇÕES</b>	<b>VIII</b>
<b>LISTA DE SÍMBOLOS</b>	<b>IX</b>
<b>1. INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
1.1 BREVE HISTÓRIA DO REFINO DOS AÇOS	2
1.1.1 <i>Processo de Pudlagem</i>	4
1.1.2 <i>Refino em Forno Bessemer</i>	6
1.1.3 <i>Refino em forno Siemens-Martin</i>	7
1.2 CONTEXTO DAS AMOSTRAS COLETADAS	10
1.2.1 <i>Localização e contexto histórico</i>	11
1.2.2 <i>Fabricante da ponte</i>	13
1.2.3 <i>Mossend Iron Works</i>	13
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>15</b>
2.1 INCLUSÕES NÃO METÁLICAS EM AÇO	15
2.1.1 <i>Origem das inclusões</i>	15
2.1.2 <i>Tamanho da inclusão, quantidade e distribuição no ferro e no aço</i>	17
2.2 DIFERENÇAS MICROESTRUTURAIS ENTRE OS PRODUTOS DE MÉTODOS DISTINTOS	19
2.3 MÉTODOS EMPREGADOS NA INSPEÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE INCLUSÕES	22
2.3.1 <i>Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões pela Metalografia Quantitativa</i>	22
2.3.2 <i>Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões por Densidade Hidrostática</i>	24
2.3.3 <i>Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões por Polarização Magnética de Saturação</i>	26
2.3.4 <i>Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões pela Tomografia Computadorizada de Raio-X</i>	27
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>28</b>
3.1 AMOSTRAS	28
3.2 MÉTODO I: METALOGRAFIA QUANTITATIVA	29
	<b>XI</b>

3.2.1	<i>Preparo e tratamento das Amostras</i>	29
3.2.2	<i>Determinação da Fração Volumétrica de Inclusões</i>	30
3.2.3	<i>Erro Amostral</i>	33
3.2.4	<i>Composição de imagens</i>	33
3.3	MÉTODO II: DENSIDADE HIDROSTÁTICA	35
3.3.1	<i>Procedimento Experimental</i>	35
3.3.2	<i>Equipamentos</i>	35
3.3.3	<i>Preparação das Amostras</i>	35
3.3.4	<i>Procedimento experimental</i>	36
3.3.5	<i>Cálculo da Densidade</i>	36
3.3.6	<i>Cálculo da Fração Volumétrica de Inclusões pela Densidade Hidrostática</i>	38
3.4	MÉTODO III: POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA DE SATURAÇÃO	39
3.4.1	<i>Cálculo da Fração Volumétrica de Inclusões pela Polarização Magnética de Saturação</i>	41
3.5	MÉTODO IV: TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIO-X	42
<b>4.</b>	<b>RESULTADOS EXPERIMENTAIS</b>	<b>44</b>
4.1	RESULTADOS DO MÉTODO I: METALOGRAFIA QUANTITATIVA	44
4.1.1	<i>Imagens compostas de 145-L e 145-T</i>	48
4.1.2	<i>Resultados de Fração Volumétrica por Metalografia Quantitativa</i>	51
4.2	RESULTADOS DO MÉTODO II: DENSIDADE HIDROSTÁTICA	52
4.2.1	<i>Resultados das medidas de densidade hidrostática</i>	52
4.2.2	<i>Determinação da proporção entre as fases presentes nas inclusões</i>	53
4.2.3	<i>Fração Volumétrica de inclusões por meio da Densidade Hidrostática</i>	56
4.3	RESULTADOS DO MÉTODO III: POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA DE SATURAÇÃO	57
4.4	RESULTADOS DO MÉTODO IV: TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIO-X	58
4.4.1	<i>Evidências da Fração Volumétrica encontradas na Tomografia Computadorizada de Raio-X</i>	59
4.4.2	<i>Resultados de Fração Volumétrica por Tomografia Computadorizada de Raio-X</i>	60
<b>5.</b>	<b>DISCUSSÃO DOS RESULTADOS</b>	<b>61</b>
5.1	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS DO MÉTODO I: METALOGRAFIA QUANTITATIVA	61
5.1.1	<i>Fatores que influenciam os resultados na Metalografia Quantitativa</i>	63
5.2	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS DO MÉTODO II: DENSIDADE HIDROSTÁTICA	66
5.3	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS DO MÉTODO III: POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA DE SATURAÇÃO	67
5.4	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS DO MÉTODO IV: TOMOGRAFIA COMPUTADORIZADA DE RAIO-X	68
5.5	ANÁLISE COMPARATIVA DOS RESULTADOS	69

<b>6. CONCLUSÕES</b>	<b>70</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>72</b>
<b>ANEXO I: DADOS EXPERIMENTAIS DA METALOGRAFIA QUANTITATIVA</b>	<b>A</b>
<b>ANEXO II: FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE INCLUSÕES</b>	<b>B</b>



# 1. Introdução

Os metais utilizados em construções estruturais garantem estabilidade e resistência por meio de suas propriedades mecânicas, como resistência mecânica, rigidez, ductilidade, dureza, tenacidade e resiliência. Essas propriedades são influenciadas pela natureza do metal. É comum que os metais tenham mais de um elemento químico em sua composição, que nas ligas metálicas são introduzidas intencionalmente. Porém existem também impurezas, que são minoritários na composição, que podem estar na forma de inclusões não metálicas, como óxidos e sulfetos. Empiricamente, a hipótese de que a maior quantidade de inclusões afeta as propriedades mecânicas costuma se confirmar. Além disso, a distribuição dessas dentro do material também podem modificar bastante as propriedades mecânicas, podendo criar, por exemplo, regiões de maior fragilidade.

O tema da influência das inclusões nas propriedades mecânicas se tornou mais importante com o crescente interesse da sociedade pela estabilidade das obras civis construídas em ferro no séc. XIX (OLIVEIRA; PARDAL, 2017) (MARQUES; BORGES; BITTENCOURT, 2014). Naquele século coexistiram diferentes métodos de produção de ferro, como Forja Catalã, Pudlagem, Bessemer, Thomas e Siemens-Martin, resultando em materiais com diferentes frações volumétricas de inclusões e, portanto, propriedades distintas (FÖLL, 2019). Houve investigação sobre o comportamento ferro pudlado acerca da fadiga (MAYORGA; SIRE; PLU, 2015).

O estudo de objetos metálicos arqueológicos encontra-se na área da Arqueometalurgia. Um dos objetivos relativos a esses objetos é sua datação. Em objetos metálicos, isso não é tão simples. Enquanto os materiais orgânicos podem ser datados com o uso de carbono 14, os cerâmicos por meio do método da termoluminescência, inexistem algum método preciso e direto de datação para metais. Uma das formas é encontrar alguma relação entre microestrutura e a evolução das técnicas de fabricação ao longo da história.

No séc. XIX houve um grande aperfeiçoamento do refino de ferro em grande escala, a partir de técnicas que processam aço líquido, resultando em baixa fração volumétrica de escória. A explicitação das transformações microestruturais não está suficientemente clara na Literatura

deste período. Uma hipótese interessante a ser investigada é a datação a partir da quantificação da fração volumétrica de inclusões.

A Ponte Imperial D. Pedro II, localizada na Bahia, construída em 1885, foi escolhida para investigação da quantificação de fração volumétrica de inclusões neste trabalho. A escolha foi feita devido à grande dimensão do material disponível. A amostra foi gentilmente fornecida pelo Prof. Túlio Nogueira Bittencourt, descrita em (MARQUES; BORGES; BITTENCOURT, 2014) e já foi trabalhada por Elmer Mamani Calcina, porém com outro enfoque (MAMANI CALCINA; AZEVEDO, 2016).

Espera-se que o aço tenha menor fração volumétrica de inclusões quanto mais recente ele for, apesar de que Elmer M. Calcina (2016) comentou que o ferro de Ipanema, produzido em 1882, tem menor fração de inclusões do que o material da ponte D. Pedro II, de 1885. Este resultado sugere que a ponte tenha sido fabricada com ferro pudlado.

A quantidade de inclusões é característica de cada processo, assim como a faixa de composição química possível (DILLMANN; L'HÉRITIER, 2007). Observa-se que metais produzidos por métodos mais antigos têm fração volumétrica de inclusões não-metálicas consideravelmente maior em relação aos atuais.

A fração volumétrica de inclusões pode ser medida por métodos distintos, cada um com suas incertezas associadas. O presente trabalho tem como objetivo comparar resultados de quantificação de fração volumétrica de inclusões medidas por diferentes técnicas: Metalografia Quantitativa, Densidade Hidrostática, Polarização Magnética de Saturação e Tomografia Computadorizada de Raio-X.

## 1.1 Breve história do refino dos aços

A fim de compreender o contexto do material da Ponte D. Pedro II, noções de como os materiais ferrosos eram produzidos são fundamentais. A motivação do capítulo é poder identificar quais as características típicas de metais produzidos no séc. XIX e determinar por qual o método e período a amostra feita, utilizando como medida a fração volumétrica de inclusões.

Para tanto, será feita uma breve contextualização da produção por Pudlagem, Refino em forno *Bessemer* e *Siemens-Martin*.

Helmut Föll (2019) escreve sobre a história do aço e fez uma extensa análise no período de interesse, mostrando inclusive a proporção do volume de produção dos diferentes métodos coexistentes na segunda metade do séc. XIX, mostrados na Figura 1.

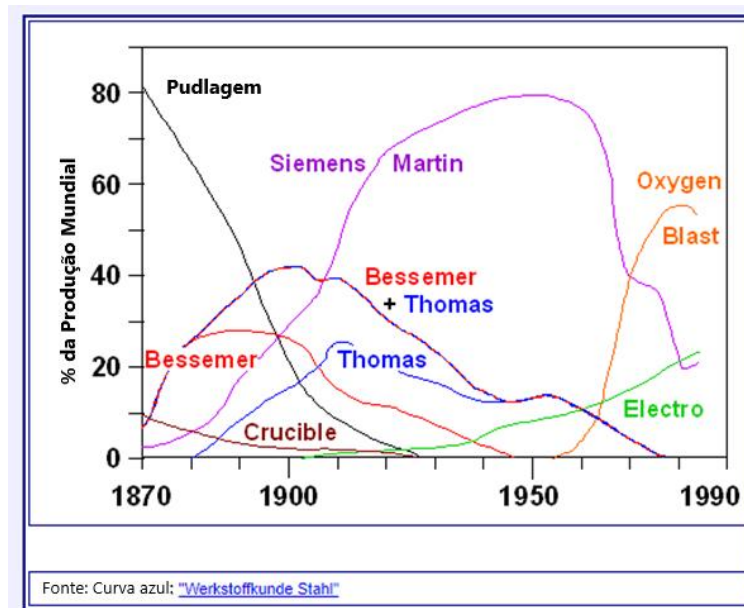


Figura 1: Evolução comparativa da escala de produção entre os vários métodos de refino de ferro  
Fonte: Adaptado de FÖLL, 2019

Observa-se que em 1870 a Pudlagem era o método predominante para produção de ferro forjado, porém, sua tendência nas décadas seguintes foi de declínio. Por volta de 1892, o aço produzido pelos métodos Bessemer e Thomas superaram em quantidade o pudlado. Em 1910, o Siemens-Martin superou todos os outros métodos por décadas.

O declínio de alguns métodos e ascensão de outros, só fica clara a diferença relativa entre eles, evidenciada pelo eixo vertical ser percentual. A Figura 2 mostra como a produção de aço estava com tendência de aumento de produção nessa época.

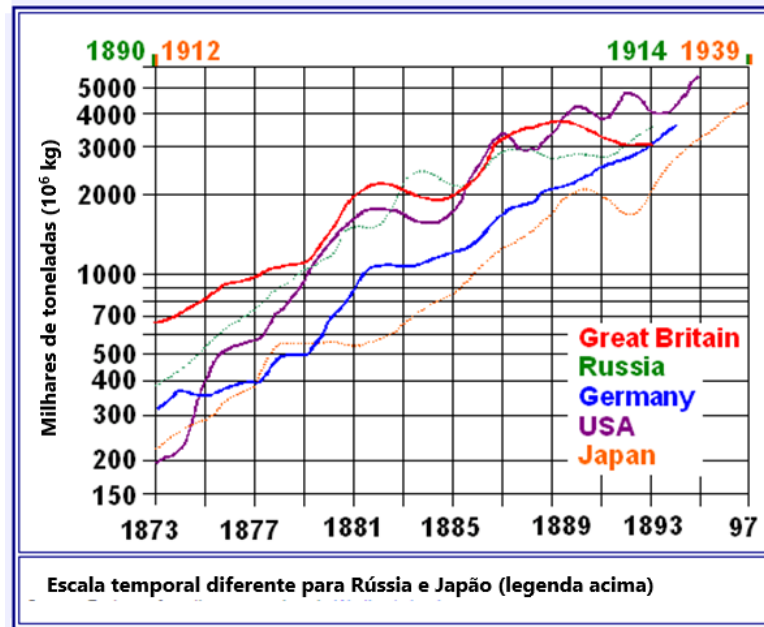


Figura 2: Escala de produção de aço, ferro forjado e ferro fundido no final do séc. XIX.  
Fonte: Adaptada de FÖLL, 2019.

Nota-se que a escala é logarítmica e que todos os países indicados tiveram tendência de aumento na produção ao longo das décadas compreendidas entre 1870 e 1890. Outro detalhe interessante é que os períodos relativos à Rússia e ao Japão estão, respectivamente, indicados separadamente na parte superior.

### 1.1.1 Processo de Pudlagem

Merton C. Flemings fez, em 2009, uma revisão bastante completa acerca da Pudlagem. O processo foi desenvolvido no ano de 1784, por Henry Cort, na Inglaterra. Seu intuito era promover a descarbonetação do ferro gusa (*pig iron*). O calor da queima do coque era fornecido ao ferro gusa sem contato entre carvão e gusa, o que evitava contaminação do enxofre no aço. Por meio de aquecimento vigoroso, chegava à fusão do gusa. Ao atingir fusão total reduzia-se o aquecimento e, com o uso de barras, agitava-se a carga para promover o maior contato possível entre metal e ar. Conforme o carbono é removido do metal para a atmosfera ocorre a solidificação do ferro, pois a temperatura de fusão do ferro forjado é superior à do ferro gusa. A própria atmosfera do forno agia como agente oxidante, resultando numa massa pastosa que era

incorporado às “lupas”. Para que o metal fosse utilizável, ainda seria necessário o forjamento com uso de um martelo, momento em que muitas inclusões são removidas. Depois da forja, o ferro forjado era laminado, supostamente removendo mais inclusões. Um desenho esquemático está ilustrado na Figura 3. O processo era interessante na época, pois os ferros-gusa obtidos em altos-fornos a carvão ou coque não eram considerados de qualidade. A produtividade da Pudlagem era de aproximadamente 250 kg a cada hora e meia de trabalho. (FLEMINGS; RAGONE, 2009)

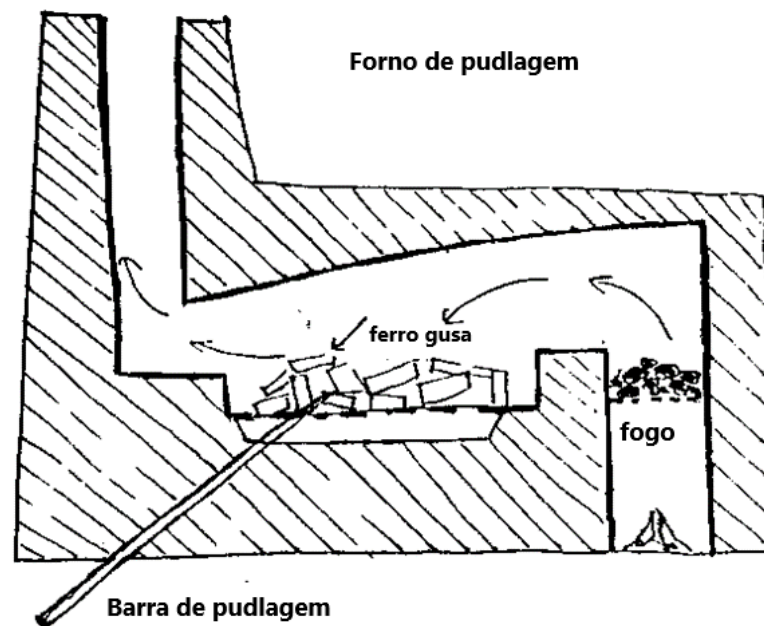


Figura 3: Desenho esquemático ilustrativo sobre a Pudlagem  
Fonte: Adaptado de ANDREWS; C, 2016

Em 1811, Joseph Hall fez uma importante contribuição para o processo: como alternativa ao método de Cort substituiu o agente oxidante. Ao invés de utilizar a atmosfera do próprio forno, como oxidante, ele propôs o uso de óxido de ferro para oxidar o carbono. Com isso, diferente de seu predecessor, o método se tornou bastante interessante comercialmente, não tendo tantas perdas de ferro, nem com tempos tão longos de produção. (FLEMINGS; RAGONE, 2009)

Mais tarde, para se diferenciar os dois processos nomearam-se, respectivamente, *dry puddling process (via seca)* e *wet puddling (via úmida)*, os processos de Cort e de Hall, uma vez que o posterior envolvia maiores quantidades de escória. Um dos aspectos únicos do processo de Hall era que após a fusão completa do ferro gusa ele era agitado vigorosamente, tendo

bastante contato com o ar. A chama e os fumos no interior do forno entravam em contato com o ferro a ser fundido por cima, fazendo com que tanto o carbono quanto enxofre provenientes da queima (que gera a chama) não se incorporasse tão facilmente ao metal. (FLEMINGS; RAGONE, 2009)

Merton C. Flemmings (2009) menciona que embora muitos autores não vejam tantas diferenças entre as duas formas de pudlagem, o processo desenvolvido por Hall é novo, inovador e envolve caminhos químico e de processos diferentes do anterior no que diz respeito ao ponto de vista metalúrgico, além da redução de custos e avanço na qualidade. Mais do que isso, também comenta: não fosse o aço tão mais viável comercialmente quanto o ferro forjado, o processo de pudlagem ainda seria interessante.

### 1.1.2 Refino em Forno Bessemer

Em 1855, Henry Bessemer (1813-1898) patenteou seu Método, utilizado a partir de 1860 na Inglaterra. Ele se diferencia dos anteriores por conta da intensidade do sopro de ar, que queima do carbono presente no ferro líquido, passando através dele. Além de oxidar impurezas, o sopro de ar também contribui para aumento da temperatura para mais de 1600°C, superior à temperatura de fusão do ferro. A matéria-prima era a mesma que a da Pudlagem – ferro gusa fundido (*pig iron*).

O refino era feito num conversor com formato oval, com capacidade entre 15 e 25 toneladas, ilustrado na Figura 4. O sopro dura aproximadamente 25 minutos, o que tornava difícil o controle do processo na época em relação a outros métodos (e.g. Siemens-Martin, no qual a duração da etapa de trabalho da carga era de 6 a 14 horas).



*Figura 4: Conversor Bessemer*

*Fonte: ©SCIENCE MUSEUM/SCIENCE & SOCIETY PICTURE LIBRARY, 2017*

O Método Bessemer tinha como objetivo aumentar a escala de produção, porém a qualidade não era a melhor. A patente deu início à produção em massa de aço, que apresentaram, infelizmente, fragilidade a quente e a frio, causados, respectivamente, pela presença de enxofre e fósforo na maioria dos minérios ingleses. Posteriormente, foi desenvolvido o Método Thomas, uma das variantes do Bessemer, que solucionou o problema envolvendo o fósforo por meio do uso de calcário e fluxantes, de efeito escorificante, fazendo com que os produtos oxidados contendo fósforo ( $P_2O_5$ ) pelo sopro de ar migrassem para a escória ao invés de serem aprisionados no aço na forma de inclusões (FÖLL, 2019).

### 1.1.3 Refino em forno Siemens-Martin

De acordo com a revisão de H. Föll (2019), apesar de Bessemer e Thomas terem nomes reconhecidos por seus feitos, o Método Siemens-Martin surgiu não muito depois e foi predominante por um período mais longo, como evidenciado na Figura 1.

O forno Siemens-Martin foi um método idealizado pelos alemães Carl Wilhelm Siemens (1823-1883) e Friedrich August Siemens (1826-1904), em Londres, e pelos franceses Pierre Emile Martin (1824–1915) e François Marie Emile Martin (1794-1871) (FÖLL, 2019).

Dos irmãos Siemens, Carl Wilhelm, nomeado Sir William Siemens em 1883, trabalhou a partir de 1840 em Londres. Foi ele o responsável pela concepção do forno revérbero regenerativo ou *open hearth furnace*. Friedrich August, passou entre os anos 1847 e 1851 trabalhando junto de seu irmão na Inglaterra, retornando posteriormente à Alemanha. Ele foi quem criou a patente para a invenção de seu irmão (FÖLL, 2019).

O filho Pierre Emile Martin e seu pai François Marie Emile Martin, *experts* em produção de aço, usaram a patente Siemens para descobrir uma solução para um dos problemas que os irmãos Siemens enfrentaram – a degradação dos refratários a temperaturas acima de 1600°C – utilizando materiais melhores e mais caros. O real significado disso é que os Martin conseguiram possibilitar ao método que o metal ultrapassasse ponto de fusão, entrando em estado líquido (FÖLL, 2019).

Um forno revérbero do tipo Siemens-Martin apresentou uma série de novidades. Seu princípio de funcionamento contava com regeneração de energia, que se dava pelo pré-aquecimento dos refratários e dos gases utilizados, diminuindo enormemente os gastos energéticos, como visto na Figura 5. Além disso, um típico forno atingia temperaturas da ordem de 1800°C, bastante acima da temperatura de fusão do ferro puro, 1538°C. Por ser então possível ter o metal estado líquido, reações que envolvem o metal e a escória possibilitaram uma separação muito melhor do que era desejado no aço e o que deveria ser removido com a escória. Outra consequência interessante é a possibilidade do uso de sucata de ferro gusa, podendo reaproveitar metal sem interesse comercial como matéria prima para aço com melhores propriedades mecânicas. Também se fez possível a retirada de amostras para análise química, realizada no laboratório piloto, ganhando um controle muito melhor de composição química do aço, sem ter que esperar que a corrida toda seja encerrada para fazer sua análise. Finalmente, outra grande vantagem é a escala de produção, que, por ter menos limitações em relação ao Bessemer-Thomas, produzia tipicamente de 50 a 100 toneladas por corrida, com exemplos de fornos de até 500 t, em



detrimento às 5 t, de conversores Bessemer. Contudo, há uma desvantagem clara, que é o tempo de corrida, muito longo de 30 minutos. (FÖLL, 2019).

A Figura 5 ilustra esquematicamente o funcionamento do Método Bessemer.

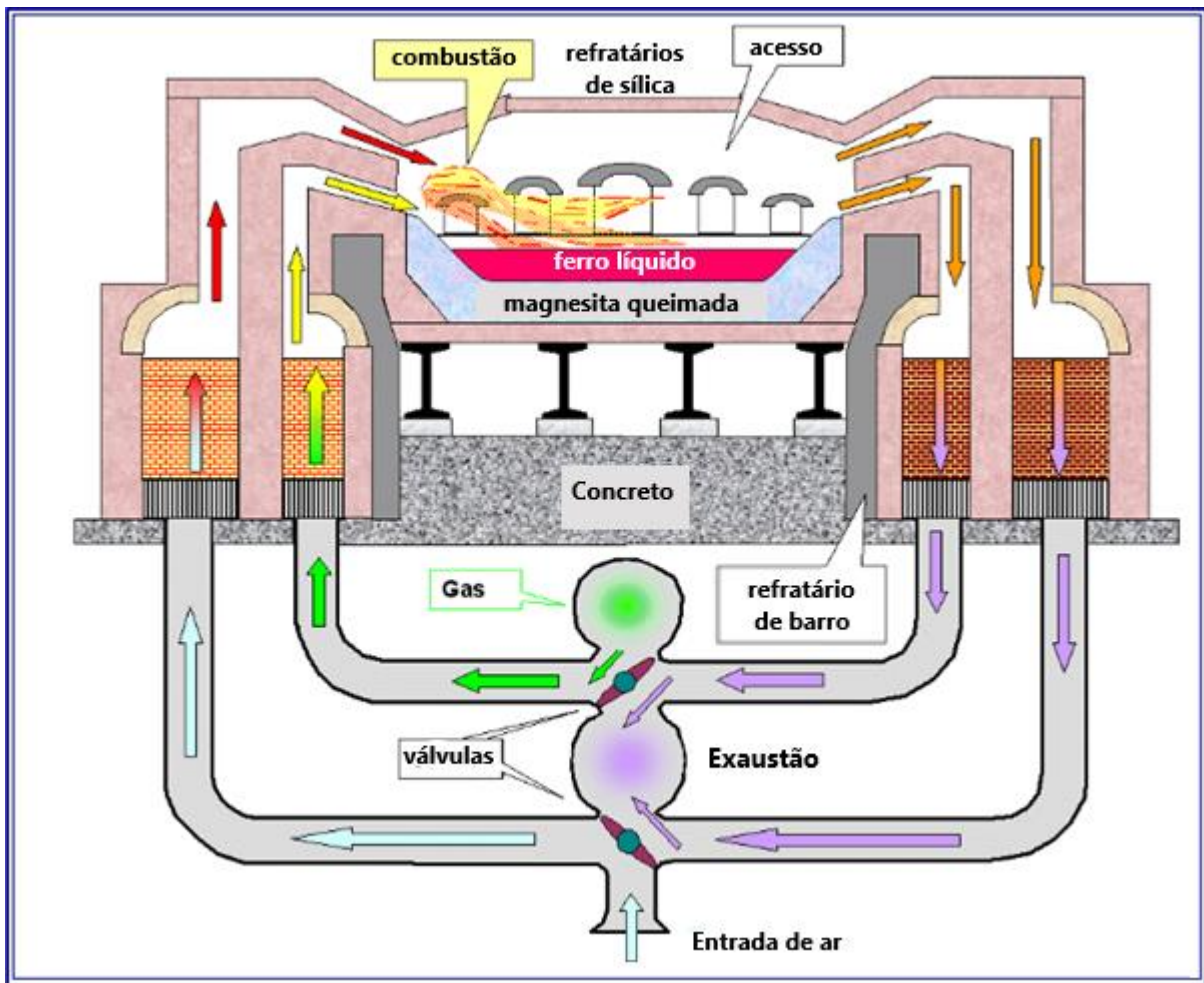


Figura 5: Desenho esquemático do forno do tipo Siemens-Martin  
Fonte: Adaptada de FÖLL, 2019

## 1.2 Contexto das amostras coletadas

O objeto de análise é um componente da Ponte Imperial D. Pedro II, que divide as cidades Cachoeira e São Félix, na Bahia. A inauguração da ponte foi feita em 1885, na segunda metade do Segundo Reinado do Brasil Império (1840-1889). Sua construção tinha motivações político-econômicas, sendo parte da infraestrutura ferroviária nacional. Na Figura 6, tem-se uma fotografia da ponte.



*Figura 6: Ponte Imperial D. Pedro II, sobre o Rio Paraguaçu, que divide as cidades Cachoeira e São Félix.  
Fonte: A, C., 2018*

### 1.2.1 Localização e contexto histórico

A ponte é parte da Estrada de Ferro Central da Bahia (E. F. Central da Bahia), que liga a região portuária do Recôncavo até o interior, seguindo em direção a Feira de Santana. A ferrovia ficou mais conhecida com o nome mencionado, mas ao longo de sua construção, foi inicialmente chamada de Paraguassu Steam Tram Road, em 1866, e Brazilian Imperial Central Bahia Railway, em 1875 (CARLETTO, 1979) A construção da Estrada foi feita em sete etapas (CAVALCANTI, 2000) ilustradas na Tabela 1.

*Tabela 1: Etapas da construção da E. F. Central da Bahia*

<b>Etapa</b>	<b>Trecho</b>	<b>Extensão (km)</b>	<b>Aberto para tráfego</b>
<b>01</b>	Ramal de Feira de Santana Cachoeira – Villa de Feira de Santa Anna <sup>1</sup>	45	02.12.1876
<b>02</b>	Linha principal São Félix – Tapera <sup>2</sup>	84	23.12.1881
	Ramal Monte Cruzeiro Tapera <sup>2</sup> – Santa Terezinha	2	23.12.1881
<b>03</b>	Linha principal Tapera <sup>2</sup> – João Amaro	97	15.10.1883
<b>04</b>	Linha principal João Amaro – Queimadinhos	63	11.01.1885
<b>05</b>	Sub-ramal de Feira de Santana Cruz – São Gonçalo	3	16.01.1886
<b>06</b>	Linha principal Queimadinhos <sup>3</sup> – Bandeira de Mello	11	19.05.1887
<b>07</b>	Ramal de Olhos d'Água Queimadinhos <sup>3</sup> – Olhos d'Água <sup>4</sup>	13.6	15.11 .1887
<b>Total</b>	Linha principal e Ramais	316.6	

*Nomes atuais das cidades são <sup>1</sup>Feira de Santana; <sup>2</sup>Taperi; <sup>3</sup>Marcialino de Souza; <sup>4</sup>Machado Portella*  
*Fonte: CAVALCANTI, 2000*

A Estrada de Ferro Central da Bahia teve em sua primeira etapa o trecho fora da linha principal, ligando as cidades Cachoeira à atual Feira de Santana. A obra teve início em 1867 e conclusão em 02 de dezembro de 1876. Na segunda etapa foi criada a linha principal, que tinha São Félix, no Recôncavo Baiano, como um dos extremos e a atual Taperi, a Oeste, no interior do Estado, inaugurado no final de 1881.



### 1.2.2 Fabricante da ponte

Para entender melhor sobre a natureza da ponte, é importante saber sobre sua fabricação. Uma inscrição em alto relevo com o nome “Mossend” foi encontrado na ponte, que pode ser relacionado como o possível fabricante do material (Figura 8).



*Figura 8: Inscrição na Ponte Imperial D. Pedro II, indicando provável fabricante.  
Fonte: BITTENCOURT, 2015.*

Localizada na Escócia, existiu, de fato, uma companhia metalúrgica na região, chamada Mossend Iron Works. Sua história será brevemente descrita.

### 1.2.3 Mossend Iron Works

A fábrica nomeada Mossend Iron Works foi criada em 1839 pelo metalúrgico e empresário (*ironmaster*) e engenheiro John Neilson (1779-1865), cuja família tinha forte relação com a metalurgia. Seu pai, Walter Neilson também foi *ironmaster* e seu irmão James Beaumont Neilson foi o criador do Processo *Hot Blast* para ferro e aço, patenteado em 1828, em Mossend (MONKLAND et al., 1999).

A Mossend Iron Works foi uma das maiores produtoras de ferro maleável de sua época. A partir de 1880, a fábrica contou com forno Siemens-Martin. Isso quer dizer que na mesma fábrica coexistiram distintos métodos de produção de ferro forjado e aço (TWEEDIE, 2019). No ano de 1886 houve fusão com outra fábrica, dando origem à Summerlee and Mossend Iron and Steel Co (LEWIS; MURDOCH, 2007). Em 1887, houve aquisição de alto forno. Em 1889 a fábrica sofreu com uma paralização de cerca de um ano e três meses, resultando na finalização de seus serviços, sendo retomada por William Beardmore and Co. em 1906, em funcionamento até a década de 1920. No ano de 1937 as atividades com os fornos foram encerradas e, no ano seguinte, a fábrica foi demolida (TWEEDIE, 2019).



## 2. Revisão Bibliográfica

### 2.1 Inclusões não metálicas em aço

Em sua obra, *Non-Metallic Inclusions in steel part III – The origin and behavior of inclusions and their influence on the properties of steel* (1968), Kiessling explica e traz detalhes sobre as origens e seus efeitos de inclusões não metálicas no aço. O tópico sobre inclusões não metálicas desta revisão foi enriquecido com muito do conhecimento passado através deste autor.

#### 2.1.1 Origem das inclusões

As inclusões podem ser classificadas em dois grandes grupos, de acordo com sua origem: *endógena* ou *exógena*. Essa classificação é, entretanto, uma simplificação, pois é possível que um precipitado endógeno surja de um sítio de nucleação exógeno durante diferentes etapas do processo de produção de aço. (KIESSLING, 1968)

A partir do momento em que um núcleo de inclusão entra no metal líquido, este será parte do produto final metálico – não importando se ela foi proveniente de nucleação homogênea ou de uma fonte exógena. Ou seja, muitas inclusões não metálicas sofrem variações de sua composição química ao longo da produção do aço (KIESSLING, 1968). As definições estão dispostas na Tabela 2.

Tabela 2: Definições das classificações de inclusões não metálicas quanto a sua origem

Inclusão de origem <i>endógena</i>	Inclusão de origem <i>exógena</i>
<ul style="list-style-type: none"><li>• São resultantes de reações que ocorrem enquanto o metal ainda é líquido ou em sua solidificação.</li><li>• Definição de Sim: são formadas pela precipitação como resultado de reações homogêneas no aço.</li><li>• Compostas principalmente de óxidos e sulfetos.</li><li>• As reações podem ser influenciadas ora pelo uso de aditivos (e.g. escorificantes, fundentes) ou por alterações na solubilidade durante o resfriamento ou solidificação do aço.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• São resultantes da incorporação de partículas provenientes da escória, refratário ou de outros materiais que tenham contato com o metal líquido.</li><li>• São maiores, ocorrem esporadicamente e em regiões preferenciais, possuem formas irregulares e estruturas complexas.</li><li>• Compostas principalmente de óxidos, cuja composição química se assemelha à do refratário e/ou da escória</li></ul>

Fonte: KIESSLING, 1968

Essas considerações referem-se à metalurgia do séc. XX. No caso da Pudlagem, a maior parte das inclusões são exógenas, pelo aprisionamento da escória ao metal.

É razoável supor que esse aço seja muito mais “limpo” que o pudlado, pois em sua fabricação o aço é produzido em estado líquido e a escória se separa facilmente por diferença de densidade. Eventualmente podem ser encontradas inclusões exógenas (Tabela 3), mas de ocorrência esporádica.

Apenas a análise de uma inclusão de aparência complexa (extensas, multifásicas, com formas irregulares e estrutura complexa) não é suficiente para classificar sua origem como exógena. Ela pode ter sido criada por um fragmento do refratário e, mesmo assim, não ter composição média, i.e., estrutura da inclusão semelhante à do refratário original por conta de precipitações endógenas de oxigênio por meio de inúmeros possíveis óxidos (KIESSLING, 1968).

*Tabela 3: Possíveis fontes de inclusão*

<b>Possíveis fontes de inclusão</b>	<b>Elementos-chave</b>
Forno	Escória Refratário Ferroligas
Vazamento	Refratários Oxidação
Panela	Desoxidação Escória Refratários
Teeming	Stopper and nozzle refractories Oxidação Desoxidação
Molde do lingote	Refratários Desoxidação
Tratamento térmico e conformação mecânica	Sulfetação superficial Oxidação interna <i>Hot-shortness</i>
Soldagem	Escória Revestimento do eletrodo <i>Hot tearing</i>

*Fonte: KIESSLING, 1968*



A composição das inclusões *endógenas* varia dentro do sistema FeO-MnO-MgO-CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>, que indica que existem diversas fontes possíveis para a origem dessas inclusões. Mais do que apenas a composição e estrutura da inclusão, seu formato, tamanho, distribuição e posição no lingote são de elevada relevância para se rastrear sua origem (KIESSLING, 1968).

Kiessling (1968) evidencia como diferentes tipos de inclusões acabam localizadas no interior do lingote solidificado (Tabela 3). As inclusões podem ser decorrentes da sequência de processos (banho, cadinho, vazamento e solidificação), cada um com condições físicas e químicas próprias. Os mecanismos de desoxidação também são de grande importância na formação de óxidos não metálicos.

### 2.1.2 Tamanho da inclusão, quantidade e distribuição no ferro e no aço

A norma ASTM E45 Standard Methods for Determining Inclusions of Steel Comparison Charts classificava as inclusões em: alumina, sulfeto, silicatos e globulares. Os graus de severidade de ocorrência eram classificados baseados no número ou comprimento das partículas presentes num campo visual de 0,5 mm<sup>2</sup>.

KIESSLING (1968) menciona sobre as composições de aços produzidos no séc. XX, comparando-os focando nas inclusões não metálicas.

BERGH (1962) realizou análise da quantidade e do tamanho de inclusões num lingote de 6 toneladas do aço-carbono elétrico plano. Sua composição química era 0,16% C, 0,35% Si, 0,67% Mn, 0,015% P, 0,017% S, 0,009% N e aproximadamente 100 ppm O (KIESSLING, 1968).

Uma das conclusões foi que o número de inclusões cresce rapidamente quanto menor sua dimensão. Da análise da região mais próxima ao centro do lingote, 98% de todas as inclusões são menores do que 0,2 µm, embora elas representem apenas cerca de 2% de todo oxigênio presente no aço, o que indica que a maior quantidade de oxigênio se encontra nas maiores inclusões que são menos numerosas. Na seção superior do lingote foi encontrado, em média, uma inclusão de 40 a 60 µm para cada elemento de área de cerca de 900 µm<sup>2</sup>, ou seja, distância média entre inclusões era de 30 µm (KIESSLING, 1968).

Posteriormente, PLÖCKINGER (1963) mostra que o percentual de 0,003% em aços obtidos em fornos a vácuo e de 0,005 a 0,010% em aços convencionais submetidos à desoxidação convencional eram considerados extremamente baixos. Da análise de aços com composições semelhantes (0,20% C, 0,27 Si, 0,81% Mn, 0,009% P, 0,013% S, 0,55% Ni, 0,51% Cr, 0,20% Mo) fez-se a comparação do tamanho das inclusões em aço fundido ao ar com desoxidação com CaSi contrapondo-se ao aço obtido em forno a vácuo. A redução do diâmetro médio foi de 60 para 20  $\mu\text{m}$  (KIESSLING, 1968).

Além destes resultados, constatou-se também que as inclusões mais destrutivas para o aço possuem origem exógena, oriundas de refratários e da escória. A quantidade e tamanho não puderam ser inferidas e/ou discutidas pela alta variação de resultados quando processos distintos são observados (KIESSLING, 1968).

## 2.2 Diferenças Microestruturais entre os produtos de Métodos distintos

Não foram encontradas imagens nas buscas de Literatura das inclusões de aços Siemens-Martin. Entretanto, a coleção de objetos do LCMHC do PMT-USP inclui um trilho com identificação CARNEGIE 1901 ET III, coletado na cidade Mineiros do Tietê, no interior de São Paulo, visto na Figura 9.



Figura 9: Trilho coletado na cidade Mineiros do Tietê, SP.

Fonte: LANDGRAF, 2019

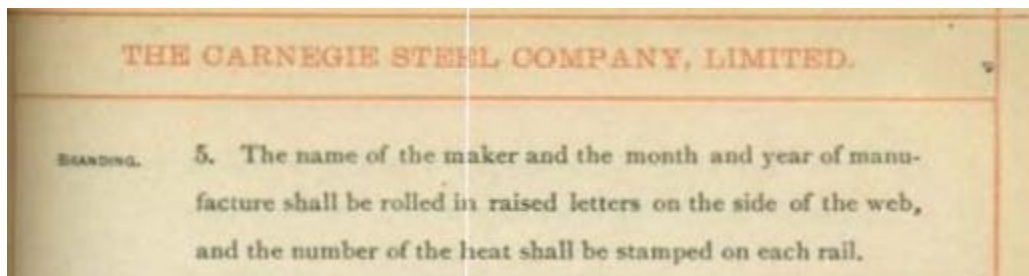


Figura 10: Catálogo da companhia que construiu o trilho, mencionando o significado das marcações

Fonte: Carnegie Steel Company Limited, 2019

Com o auxílio do catálogo da Carnegie Steel Company Limited, Figura 10, atribui-se significado às marcações encontradas no trilho. “O nome do fabricante, mês e ano da manufatura, laminado em alto relevo na lateral do trilho e o número da corrida devem estar estampados em cada trilho”.

Conclui-se que o trilho, com base na identificação em alto relevo no trilho e nas informações presentes no catálogo, que ele foi fabricado pela companhia Carnegie, em abril de 1901. Supõe-se que ET se refere a Edgar Thompson Works, primeira usina integrada a usar fornos Bessemer, no distrito de Pittsburgh, nos Estados Unidos. A primeira corrida no Bessemer ocorreu no ano 1875, para construir trilhos para Pennsylvania Railroad. Na mesma usina, também foram instalados fornos Siemens-Martin, porém apenas a partir de 1912 (MEESE, 2019). Portanto, é muito provável que o trilho tenha sido fabricado com refino Bessemer.

A microestrutura desse trilho, supostamente um aço Bessemer está ilustrada na Figura 10. Visualmente, conclui-se que a fração volumétrica de inclusões é muito inferior à observada nas amostras de ferro pudlado.

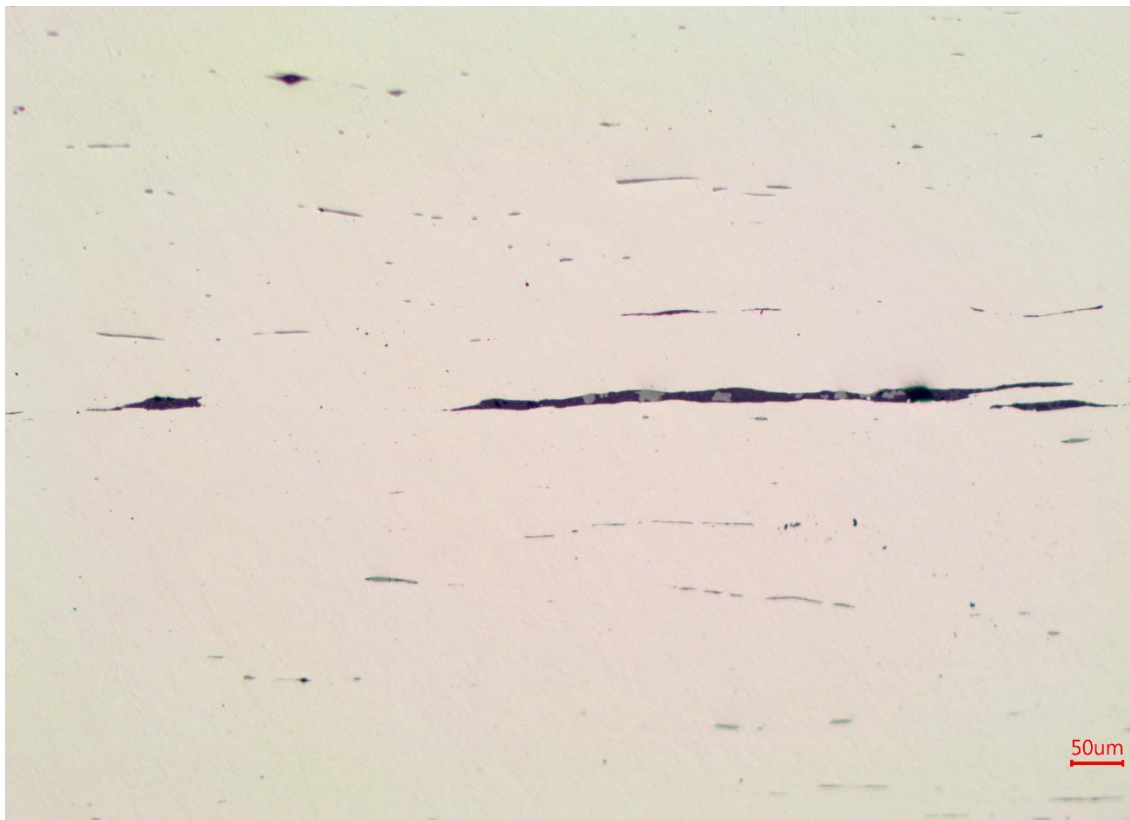
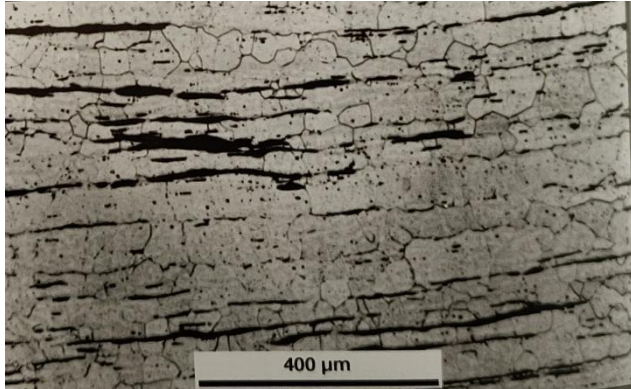


Figura 11: Microestrutura do trilho produzido por Carnegie Steel Company Ltd, pelo Refino Bessemer  
Fonte: ALVES, 2019.



Já no caso do ferro pudlado, imagens disponíveis na Literatura indicam uma fração volumétrica de inclusões de escória bastante significativa, como vistos em Figura 12, Figura 13, Figura 14 e Figura 15. (COLPAERT, 1974)



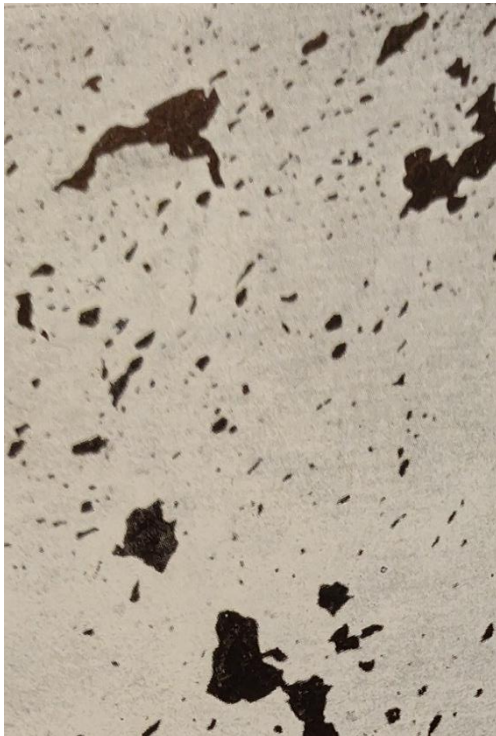
*Figura 12: Ferro “forjado” (wrought iron), com matriz de ferrita com baixo teor de carbono. Inclusões alongadas na direção de maior deformação de forjamento, plásticas na temperatura de trabalho*

*Fonte: COLPAERT, 1974. Amostra de DoITPoMS (Department of Materials Science and Metallurgy), University of Cambridge.*



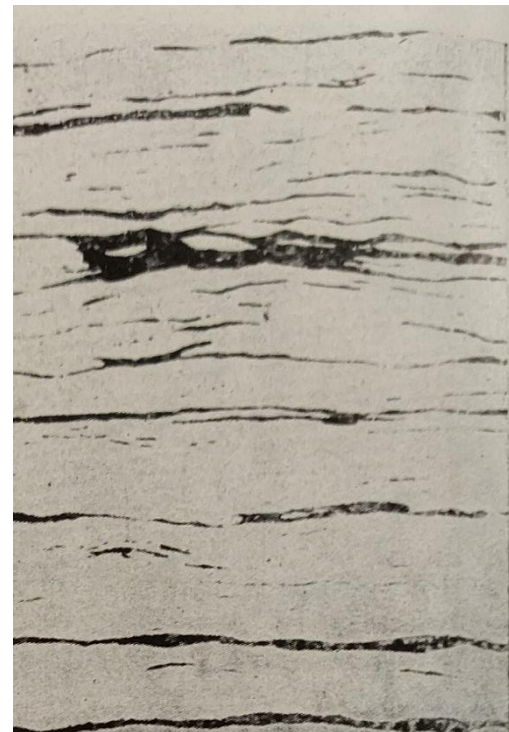
*Figura 13: Ferro pudlado. Seção longitudinal atacada com ácido nítrico. Matriz de ferrita com inclusões de escória alongadas pela laminação. Aumento de 150x.*

*Fonte: COLPAERT, 1974*



*Figura 14: Ferro pudlado em seção transversal, sem ataque. Aumento de 55x.*

*Fonte: COLPAERT, 1974*



*Figura 15: Ferro pudlado em seção longitudinal, sem ataque. Aumento de 100x. Notam-se inclusões de escória alongadas pela laminação.*

*Fonte: COLPAERT, 1974*

## 2.3 Métodos empregados na inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões

A quantidade de inclusões presentes em peças metálicas pode ser medida pela fração volumétrica. Trata-se de uma relação entre o volume ocupado pelas inclusões e o volume total da amostra. No entanto, a determinação dessa fração ainda não pode ser obtida com uso de medidas imediatas, ou seja, é encontrada por meio de medidas e de cálculos. Para isso, diferentes métodos para determinação da quantidade de inclusões podem ser aplicados.

Serão abordados a seguir os métodos: Metalografia Quantitativa, Polarização Magnética de Saturação, Densidade Hidrostática e Tomografia de Raio-X.

### 2.3.1 Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões pela Metalografia Quantitativa

A estrutura metalográfica possui alta relevância para determinar as propriedades de um material. Os metais, em sua maioria, têm estrutura bastante heterogênea, que pode ser decorrente de heterogeneidade de composição química (segregações) ou de inclusões não-metálicas. Existem também outras fases metálicas que podem ser identificadas nas micrografias metalográficas. As propriedades dos metais são fortemente dependentes da dispersão, morfologia e fração volumétrica dessas outras fases metálicas e das inclusões não-metálicas.

No método da Metalografia Quantitativa faz-se a análise de imagens de superfícies polidas de metais em microscópio óptico. Com as metalografias em mãos, pode-se seguir por diversas maneiras de se chegar na fração volumétrica, com notação  $V_V$  no diagrama apresentado na Figura 16. Destacam-se três modos distintos: 1) Sobrepor uma malha à micrografia e realizar a contagem de pontos coincidentes a inclusões ou segundas fases ( $P_\alpha$ ). A proporção desses pontos pelo total de pontos da malha,  $P_T$ , é dada por  $P_p$ ; 2) contagem de interceptos, de forma análoga à contagem de pontos; 3) medida a soma da área das inclusões  $A_\alpha$ , que, quando dividida pela área total, resulta em  $A_A$ .

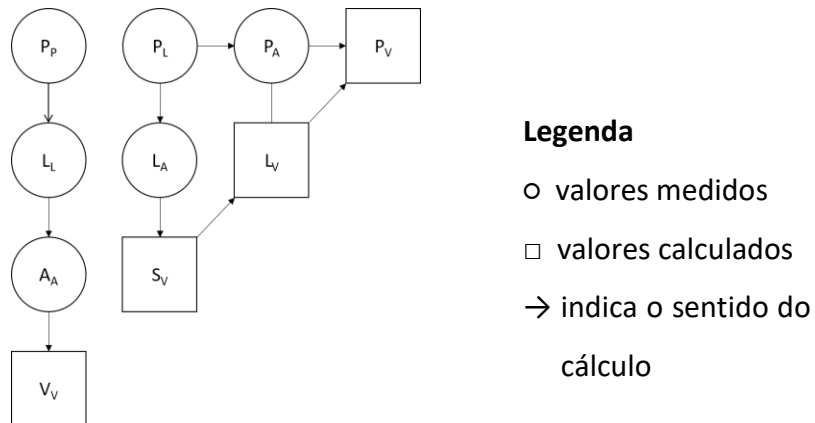


Figura 16: Diagrama com sentidos dos cálculos envolvidos na Metalografia Quantitativa  
Fonte: ASM Handbook

A equação (1) é uma das equações básicas da estereologia, que estabelece que as relações dadas por  $P_P$ ,  $L_L$ ,  $A_A$ ,  $V_V$  são as mesmas para o material analisado. Os métodos propostos têm como objetivo determinar a fração volumétrica,  $V_V$ , pela determinação da relação de pontos  $P_P$ , ou de área  $A_A$ .

$$P_P = L_L = A_A = V_V \quad (1)$$

Exemplos de medidas utilizadas neste método encontram-se na Tabela 4.

Tabela 4: Principais símbolos e notações

Símbolos	Notações combinadas
P: Número de pontos	$P_P = P_a/P_T$
L: Comprimento linear (mm)	$L_A = L/A_T$
A: Área em superfícies planas (mm <sup>2</sup> )	$A_A = A/A_T$
S: Área em superfícies curvas (mm <sup>2</sup> )	$S_V = S/V_T$
V: Volume de estruturas tridimensionais (mm <sup>3</sup> )	$N_V = N/V_T$
N: Quantidade de objetos	

Fonte: ASM Handbook

A Norma ASTM E1245 - *Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis* (2016) define as práticas de quantificação de inclusões por análise de imagem automática. Afirma-se que há um plano preferencial para se fazer medidas quantitativas, aparecendo pelo menos duas vezes, nos tópicos 5.7 e 9.1:

*5.7 The orientation of the sectioning plane relative to the hot-working axis of the product will influence test results. In general, a longitudinally oriented test specimen surface is employed in order to assess the degree of elongation of the malleable (that is, deformable) inclusions.*

*9.1 In general, test specimen orientation within the test lot is the same as described in Practice E45 (Microscopical Methods). The plane-of-polish should be parallel to the hot-working axis and, most commonly, taken at the quarter-thickness location. Other test locations may also be sampled, for example, subsurface and center locations, as desired or required.*

A principal referência consultada relativa ao método da Metalografia Quantitativa, o Metals Handbook, apresenta muitos conceitos da estereologia envolvidos na quantificação de frações volumétrica e outros parâmetros. Uma das conclusões apontadas na obra é que a escolha do plano (longitudinal ou transversal ou qualquer outro plano) não interfere na determinação da fração volumétrica, que é mais precisa quanto maior o número de planos analisados na quantificação.

### 2.3.2 Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões por Densidade Hidrostática

Na Literatura do séc. XIX, J. Percy menciona em seu livro “*Metallurgy – Iron and Steel*” (1864) sobre a resistência de ferro forjado, utilizando a densidade dos materiais como parâmetro, identificada como gravidade específica, como visto na Figura 17.



TABLE III.

## EXPERIMENTS ON THE STRENGTH OF CAST-IRON AFTER REPEATED MELTINGS.

The iron employed was No. 3, Eglinton hot-blast, which was re-melted eighteen times in a cupola with coke. The bars employed were 5 ft. long and 1 inch in sectional area, and were broken down by loading in the centre. The crushing experiments were conducted on cubes 0.75 in. and 0.875 in. in the side.

Number of melting.	Specific gravity.	Percentage of			Breaking weight per sq. in. in lbs.	Deflection.	Resistance per sq. in. to crushing force, in tons.
		Silicon.	Sulphur.	Carbon.			
1	6.969	0.77	0.42	2.76	490.0	1.440	44.0
2	6.970	..	..	..	441.9	1.446	43.6
3	6.886	..	..	..	401.6	1.486	41.1
4	6.938	..	..	..	413.4	1.260	46.7
5	6.842	..	..	..	431.6	1.303	41.1
6	6.771	..	..	..	438.7	1.320	41.1
7	6.879	..	..	..	449.1	1.440	40.9
8	7.025	1.75	0.60	2.30	491.3	1.753	41.1
9	7.102	..	..	..	346.5	1.620	55.1
10	7.108	1.98	0.26	3.50	566.9	1.626	57.7
11	7.113	..	..	..	651.9	1.636	69.8
12	7.160	..	..	..	692.1	1.666	73.1
13	7.134	..	..	..	634.8	1.646	66.0
14	7.530	..	..	..	603.4	1.513	95.9
15	7.248	..	..	..	371.1	0.643	76.7
16	7.330	..	..	..	351.3	0.506	70.5
17	lost.	lost.	lost.	lost.	lost.	lost.	lost.
18	7.385	2.22	0.75	3.75	312.7	0.476	88.0

Tables IV. to VIII. inclusive.—ABSTRACT OF MEAN RESULTS OF EXPERIMENTS ON THE TENSILE STRENGTH OF WROUGHT-IRON BARS, PLATES, AND ANGLE-IRON; STEEL BARS AND PLATES. (From Kirkaldy's Experiments.)

TABLE IV.

## ROUND AND SQUARE BARS.







	Districts and Brands.	* No. of experiments.	Specific gravity.	Breaking strain per square inch.		Contraction of area per cent.
				lbs.	tons.	
1	Yorkshire. Low Moor.....	20	7.760	61,648	27.5	49.8
	.. Bowling .....					
	.. Farnley.....	12	7.720	58,181	26.0	49.4
2	Lanarkshire  GOVAN 					
	Do. Extra B Best	30	7.683	57,411	25.6	39.9
	Do. Best scrap .....					
	Do. Best Best B Best	61	7.658	58,737	26.2	36.0
	Do. B Rivet .....					
	Do. Best * .....	24	..	58,265	26.0	22.6
3	Staffordshire charcoal 	4	..	57,216	25.6	60.9
	Do. B B scrap .....	4	..	59,370	26.5	52.0
	Do.  S. C.  Best	21	7.689	58,698	26.2	39.5
	Do. Best Best .....					
	Do.  Best K. R. M.	4	..	55,000	24.6	27.0
4	Lancashire Best Rivet .....	8	..	53,775	24.0	48.6

Figura 17: Massas específicas de materiais ferrosos produzidos em diferentes regiões

Fonte: PERCY; D; S, 1864, p. 868.

Para referência, a densidade do ferro puro é: 7874 kg/m<sup>3</sup>. Os valores reportados por Percy na Figura 17 variam entre 6771 e 7760 kg/m<sup>3</sup>, dependendo da região e do método pelo qual o metal foi produzido. Uma conclusão lógica é de que a densidade da amostra deve ser inferior à do metal puro, dada a presença de inclusões, que tem densidades muito inferiores à do ferro.

Propõe-se que a diferença da densidade medida na amostra em relação à do ferro puro seja proporcional à fração volumétrica de inclusões, fazendo-se necessária pesquisa sobre as inclusões presentes acerca da natureza, composição, dispersão e densidade das fases presentes nas inclusões.

### 2.3.3 Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões por Polarização Magnética de Saturação

A medida da polarização magnética de saturação tem sido utilizada para analisar fração volumétrica de uma segunda fase, baseado no comportamento dia ou paramagnético dela. A austenita retida é um exemplo de segunda fase com essa característica, analisada por G. V. Bida, Hugo Berti, Alan Barros de Almeida, e Arthur Nishikawa (ALMEIDA; LANDGRAF, 2014; BERTI NETO; LANDGRAF, 2005; BIDA; NICHIPURUK; TSAR'KOVA, 2001; VALDEBENITO et al., 2017).

Conceitos sobre o magnetismo que ajudam a compreender como a fração volumétrica de inclusões é medida a partir de suas propriedades magnéticas serão abordados neste capítulo.

Os compostos químicos podem ser classificados de acordo com suas propriedades magnéticas. A forma mais ampla os organiza em três grandes grupos quando expostos a um campo magnético: ferromagnéticos, que apresentam forte atração; paramagnéticos, que são fracamente atraídos e diamagnéticos, que são fracamente repelidos. As propriedades magnéticas dependem da composição química, microestruturas e temperatura.

Uma das propriedades importantes é a polarização magnética de saturação. Ela é proporcional à somatória dos momentos magnéticos atômicos por unidade de volume, dada pela equação (2)

$$\vec{J}_s = \mu_0 \sum_{i=0}^n X_i \frac{\vec{m}_i}{V_i} \quad (2)$$

sendo:

$J_s$ : Polarização Magnética de Saturação (T)

$X_i$ : Fração volumétrica

$\mu_0$ : Permeabilidade Magnética do vácuo

$m_i$ : Momento de dipolo magnético (A.m<sup>2</sup>)

$V_i$ : Volume (m<sup>3</sup>)

Compostos dia e paramagnéticos tem polarização de saturação praticamente desprezível em relação aos ferromagnéticos. Nos materiais ferromagnéticos, a polarização é diminuída por elementos químicos não magnéticos em solução sólida, pois isso diminui a somatória dos momentos magnéticos atômicos.

Para materiais ferrosos como ferro forjado ou aço, o elemento que claramente possui propriedades magnéticas é o ferro, que é justamente o elemento que constitui a matriz. As inclusões podem se manifestar em diferentes fases e composições, que em geral tem pouca ou quase nenhuma reação ao serem magnetizadas.

Para quantificar as inclusões, magnetiza-se uma amostra ferrosa com a aplicação de um campo magnético externo ( $H$ ). Conforme a intensidade do campo aumenta, os domínios magnéticos se movimentam e se reorganizam até todos estarem alinhados na mesma direção e sentido, que é o estado de saturação magnética. O valor da saturação encontrado experimentalmente pode ser um pouco diferente do teórico, limitado pela resolução detectada pelo equipamento.

#### 2.3.4 Inspeção da Fração Volumétrica de Inclusões pela Tomografia Computadorizada de Raio-X

A técnica pode ser utilizada para determinar fração volumétrica de porosidade. É uma reconstrução em três dimensões (3D), portanto uma forma totalmente diferente de análise da proposta pelos outros métodos aqui abordados. A fração volumétrica de inclusões é dada por análise metrológica, feita pelo *software* VGStudio MAX 2.1.

### 3. Materiais e Métodos

#### 3.1 Amostras

O objeto a ser quantificado é uma parte da Ponte Imperial D. Pedro II, localizada no município de Cachoeira, na Bahia. A amostra foi gentilmente fornecida pelo Túlio ao Laboratório de Caracterização Metalográfica Humbertus Colpaert (LCMHC), do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais (PMT) da Escola Politécnica (EP) da Universidade de São Paulo (USP).

A visão macroscópica, apresentada na Figura 18, dá noção das dimensões do objeto de análise, assim como também mostra qual a direção longitudinal da ponte.

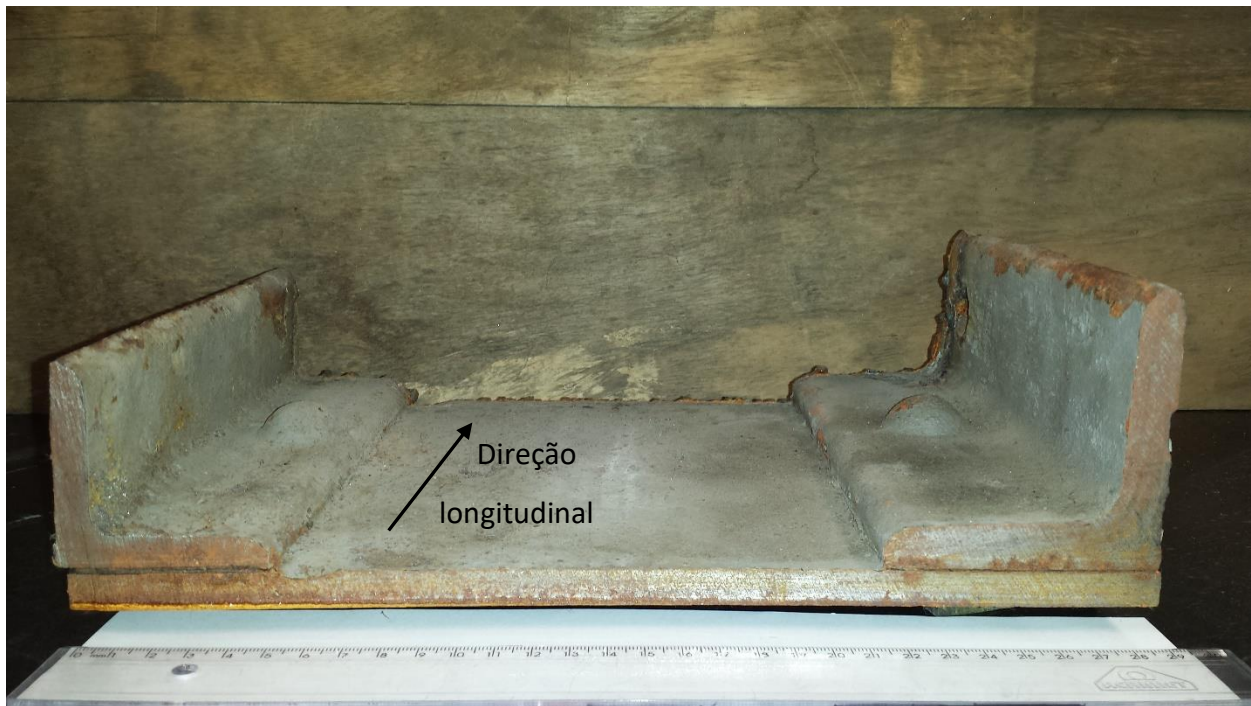


Figura 18: Constituintes da ponte. Duas cantoneiras, dois rebites e uma alma.  
Fonte: Próprio autor, 2017.

O objeto fornecido para análise é composto por três partes notáveis: cantoneiras, rebites e alma, ilustradas na Figura 19. Todas os experimentos aqui documentados foram realizados com corpos de prova provenientes da alma da ponte (A).

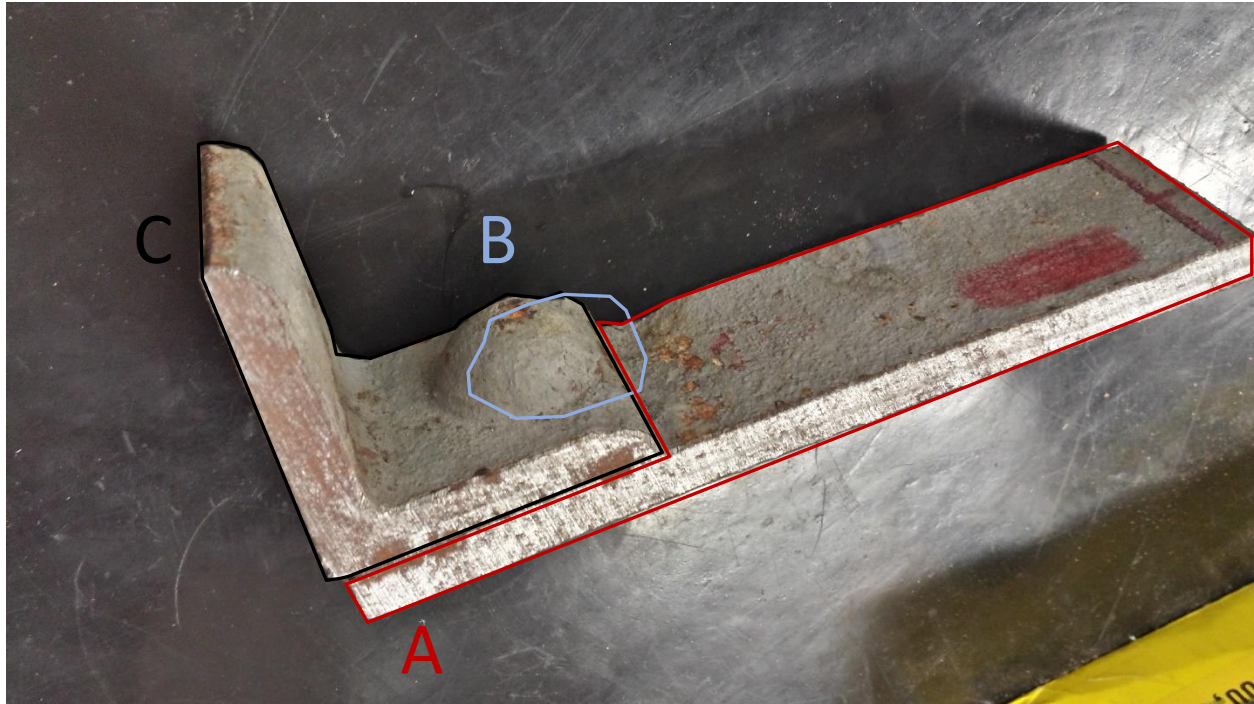


Figura 19: Componentes da ponte. A –Alma; B – Rebite; C – Cantoneira.  
Fonte: Próprio autor, 2017.

### 3.2 Método I: Metalografia Quantitativa

Foram preparadas duas amostras provenientes do material identificado como 145, referente à alma da Ponte Imperial D. Pedro II: uma na seção longitudinal, outra na transversal, nomeadas, respectivamente, 145-L e 145-T.

#### 3.2.1 Preparo e tratamento das Amostras

O procedimento foi realizado em quatro etapas: corte, embutimento a quente, lixamento e polimento. A primeira etapa foi feita com uso de disco abrasivo, seguido de lixamento das bordas para remoção de rebarbas; em seguida, foi feito embutimento a quente em baquelite; o

lixamento se fez consecutivamente nas granulometrias 100#, 220#, 600# e 1000#. A cada troca de lixa, a amostra foi lavada com água corrente, além da troca da direção de lixamento, sempre perpendicular à feita anteriormente; por fim, o polimento foi feito com pasta de diamante de granulometrias de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ , cada qual com um pano específico, com uso de álcool como lubrificante. Após polimento, foi feita secagem com ar quente paralelo à face da amostra, evitando manchas de secagem.

Em 2015, foi feito o preparo e análise das amostras por Cássio Junqueira no LCMHC, do PMT-USP. Essas amostras serão nomeadas como 145-L e 145-T.

Adicionalmente, em 2017, foram preparadas amostras no Laboratório de Metalografia do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT), pelo técnico Israel Aparecido Cruz. O polimento das amostras, contou com um passo adicional, utilizando sílica coloidal para obtenção de maior qualidade e contraste nas imagens. As amostras serão denominadas 145-L1 e 145-L2.

Foram registradas 20 micrografias das amostras 145-L e 145-T em aumento de 100x e 500x para quantificação, além de diversas

### 3.2.2 Determinação da Fração Volumétrica de Inclusões

A análise das imagens foi feita com auxílio do *software ImageJ*, um editor de imagens que permite alterar contraste, brilho e gama. A proposta é utilizar a função filtro *threshold* para selecionar apenas as inclusões, deixando a matriz metálica branca. Para isso, é necessário um passo anterior, que é a transformação da imagem em 8-bits, fazendo com que ela fique em escalas de cinza. A Figura 20 exemplifica o uso do filtro, selecionando apenas as inclusões, realçadas em vermelho. É possível controlar o filtro, na janela *Threshold* de modo a selecionar as regiões de interesse para quantificação (inclusões) e eliminando as demais (matriz).



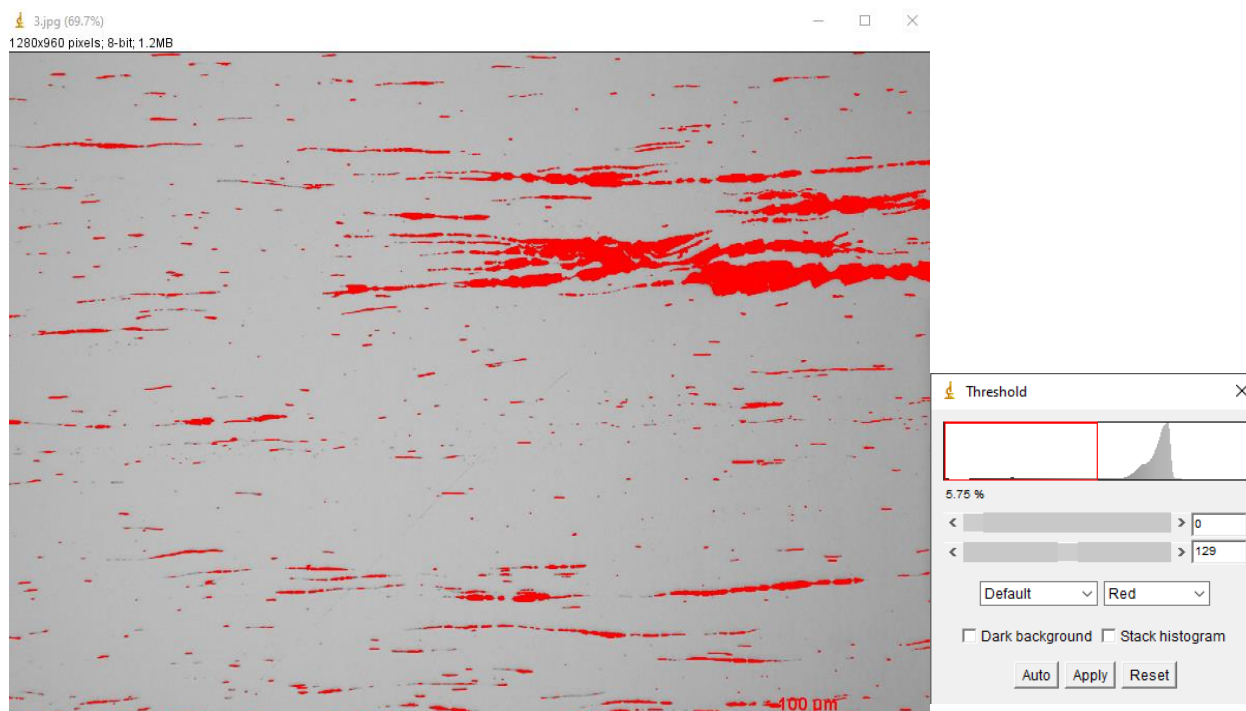


Figura 20: À esquerda, aplicação do filtro threshold em amostra 145-L1, aumentada 100x. À direita, a guia para regular o filtro. Fonte: Próprio autor, 2019.

O próprio *software* fornece o valor da fração de área ocupada pelas regiões selecionadas como inclusões ou outras fases.

Um exemplo de saída típica do *ImageJ*, identifica a medida, e mostra a fração de área (Figura 21), que é resultado da quantificação da micrografia na Figura 23.

Results					
File	Edit	Font	Results		
	Area	Mean	Min	Max	%Area
1	1211022	14.658	0	255	5.748

Figura 21: Dados gerados do *software ImageJ* ao se analisar determinada área. Fração volumétrica é dada por %Area. Fonte: Próprio autor, 2017.

A Figura 22 e a Figura 23 representam a mesma micrografia na Figura 20, porém são recortes que mostram a imagem antes e depois do filtro. As regiões da matriz estão brancas enquanto as

áreas de inclusões estão totalmente escuras, possibilitando a contagem da fração de área ocupada pelas regiões escuras.



*Figura 22: Recorte da micrografia da amostra 145-L1, em aumento de 100x, realizada no microscópio óptico.  
Fonte: CRUZ, 2017*



*Figura 23: Imagem obtida após aplicação de filtro no Image J, para quantificação  
Fonte: Próprio autor, 2017.*

Devido à natureza do material em conjunto com as condições ambientes, houve rápida oxidação da amostra, fazendo-se necessárias diversas repetições do preparo das amostras para registro fotográfico em microscópio óptico, resultando nas micrografias.

Ao longo do período de pesquisa, propôs-se uma maneira alternativa para quantificação, fazendo uma composição de imagens, justapostas de mesmo aumento, varrendo toda a área da amostra. No caso, a motivação é o aumento da representatividade, reduzindo efeitos de heterogeneidades nas imagens. A decisão resultou num grande número de micrografias, em



diversos aumentos. Para cada aumento, são necessárias pelo menos 20 imagens com regiões aleatórias, ou seja, sem priorizar quantidade, dispersão ou tamanhos de inclusões.

### 3.2.3 Erro Amostral

O Erro Amostral,  $E_n$ , pode ser aproximado pela equação (3), encontrada no ASM Handbook – Vol. 9: Metallography and Microstructures, no capítulo de Caracterização Quantitativa e Representação de Geometria Microestrutural Global (GOKHALE, 2004).

$$E_n = 2 \sqrt{\frac{\sum_i (\bar{A} - A_i)^2}{n(n-1)A_T^2}} \quad (3)$$

sendo:

$\bar{A}$ : média das áreas de inclusão

n: número de amostras analisadas

$A_i$ : área de inclusão na amostra

$A_T$ : área total analisada

O Erro Amostral é uma grandeza estatística utilizada quando as amostras não correspondem à totalidade da população que se pretende analisar, indicando uma aproximação da diferença da média encontrada a partir das amostras medidas e da média global. No contexto dos ensaios realizados na Metalografia Quantitativa para as amostras 145, ele corresponde à diferença entre fração volumétrica de inclusões do material e a média calculada a partir das diversas micrografias analisadas nos diferentes aumentos.

### 3.2.4 Composição de imagens

A composição de imagens teve como inspiração a possibilidade de se documentar a área total da amostra coberta nelas micrografias em pequenos aumentos (de 50 a 100x). Inicialmente, a ideia seria referenciar visualmente o local da amostra que seria quantificado e, posteriormente, foi observado que outra forma de se analisar se fez possível.

Na Figura 24, exemplificam-se os passos iniciais da composição, com quatro micrografias da amostra 145-T em aumento de 50x, de regiões vizinhas. Notam-se nas imagens partes que são idênticas, que podem ser sobrepostas, criando uma imagem que abrange a área total da amostra, porém com o detalhamento individual de cada micrografia. A composição foi feita com o uso do *software GIMP*.

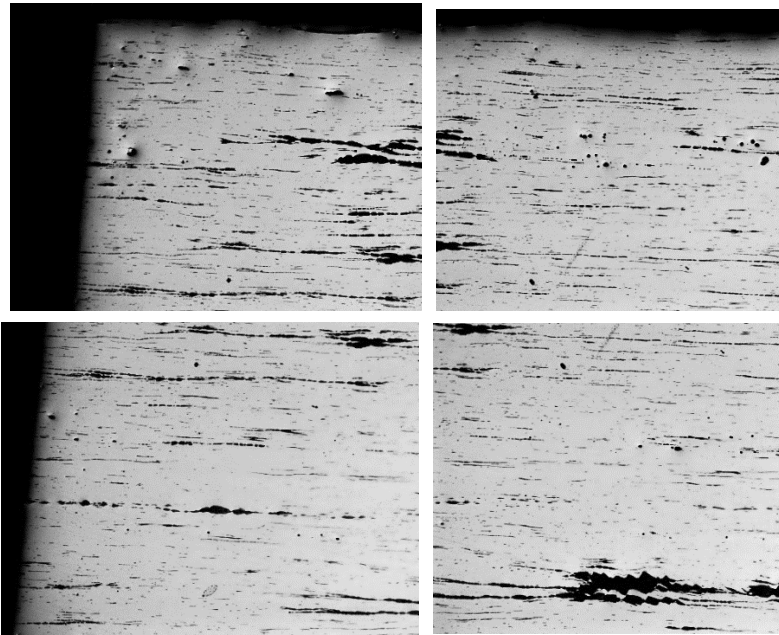


Figura 24: Exemplo de quatro micrografias de regiões vizinhas da amostra 145-L, em aumento de 50x, utilizadas para composição. Fonte: JUNQUEIRA, 2015.

Para reconstruir a amostra a partir das imagens, foi preciso varrer a área da amostra toda, que foi feito no menor aumento possível do microscópio óptico (50x). As micrografias foram feitas por Cássio Junqueira, em 2015, para ambas amostras 145-L e 145-T, que geraram imagens compostas para cada uma delas. O resultado das composições será mostrado na Figura 40 e Figura 41 no tópico: 4.1.1 Imagens compostas de 145-L e 145-T

### 3.3 Método II: Densidade Hidrostática

#### 3.3.1 Procedimento Experimental

Com o objetivo de determinar a densidade de materiais metálicos sinterizados, impermeáveis, metais duros ou materiais porosos, pode-se fazer o procedimento baseado no princípio de Arquimedes, que utiliza o deslocamento de água. Dada a natureza metálica da amostra, utiliza-se o método para materiais com baixa porosidade, definida como inferior a 10%.

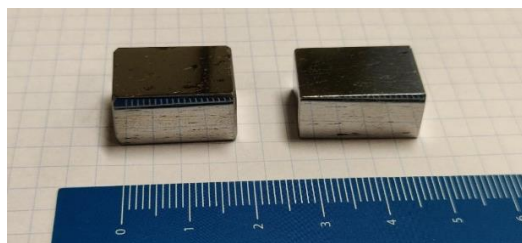
#### 3.3.2 Equipamentos

Os equipamentos utilizados no procedimento foram: balança analítica, líquido de pesagem, recipiente para a água, base para a pesagem da amostra na água, fio de suspensão e termômetro.

A balança analítica de prato único permite leituras dentro de 0,01% da massa da amostra. O líquido de pesagem foi água destilada à qual foi adicionada surfactante (álcool de 0,05 a 0,1% em massa) para redução de efeitos da tensão superficial. O recipiente foi um béquer de vidro. Para fazer medidas com a amostra ao ar e submersa na água, utilizou-se o fio de suspensão, resistente à corrosão, de 0,2 mm de diâmetro, dada que a massa da amostra era inferior a 50 g.

#### 3.3.3 Preparação das Amostras

Para o ensaio, foram preparados dois corpos de prova cúbicos, ilustrados na Figura 25. Fez-se lixamento em todas as faces de cada amostra com lixas #100, #200, #400, #600 e #1200, reduzindo as irregularidades superficiais para evitar a aderência de bolhas de ar, que prejudicam a medida correta da massa.



*Figura 25: Amostras 145 preparadas para ensaio de densidade hidrostática  
Fonte: Próprio autor, 2019.*

### 3.3.4 Procedimento experimental

As medidas para ensaio de determinação de densidade hidrostática foram feitas em oito passos, descritos abaixo:

1. Com os corpos de prova preparados, medir a massa das amostras ao ar  $m_{a_{ar}}$ , usando a balança analítica de precisão, calibrando-a em zero antes da medida. Repetir duas vezes as medidas;
2. Montar arranjo experimental como em Figura 26;
3. Fazer calibração da medida de massa em zero;
4. Fixar a amostra com o fio de suspensão e imergi-la no líquido;
5. Certificar-se de que o corpo imerso e o fio estão livres de bolhas;
6. Medir a temperatura do líquido com uso de termômetro;
7. Realizar medida de massa  $m_{a_{im}}$ ;
8. Repetir passos 3-7 duas vezes.

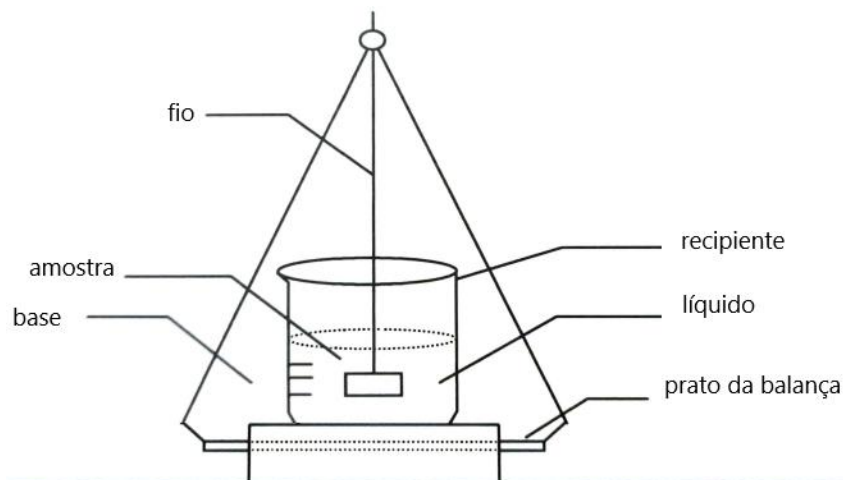


Figura 26: Arranjo experimental para medida de densidade hidrostática

### 3.3.5 Cálculo da Densidade

Uma vez que se tem valores das massas, necessita-se determinar o valor para a densidade da água, que varia com a temperatura. Com todos esses dados definidos, o cálculo da densidade hidrostática da amostra pode ser calculado, e é dado pela equação (4).

$$\rho_a = \frac{m_{a_{ar}}}{m_{a_{ar}} - m_{a_{im}}} \rho_{\text{água}} \quad (4)$$

Onde:

$\rho_a$ : Densidade da amostra (kg/m<sup>3</sup>)

$m_{a_{ar}}$ : Massa da amostra ao ar (kg)

$m_{a_{im}}$ : Massa da amostra imersa no líquido(kg)

$\rho_{\text{água}}$ : Densidade da água (kg/m<sup>3</sup>)

Nota-se a presença da densidade da água, que varia com a temperatura. Para isso, utiliza-se os dados da Tabela 5:

Tabela 5: Densidade da água, de acordo com a temperatura

$T(^{\circ}\text{C})$	$\rho_{\text{água}} (g/cm^3)$	$T(^{\circ}\text{C})$	$\rho_{\text{água}} (g/cm^3)$	$T(^{\circ}\text{C})$	$\rho_{\text{água}} (g/cm^3)$
15,0	0,9991	21,0	0,9980	27,0	0,9965
15,5	0,9990	21,5	0,9979	27,5	0,9964
16,0	0,9990	22,0	0,9978	28,0	0,9962
16,5	0,9989	22,5	0,9977	28,5	0,9961
17,0	0,9988	23,0	0,9975	29,0	0,9959
17,5	0,9987	23,5	0,9974	29,5	0,9958
18,0	0,9986	24,0	0,9973	30,0	0,9956
18,5	0,9985	24,5	0,9972	30,5	0,9955
19,0	0,9984	25,0	0,9970	31,0	0,9953
19,5	0,9983	25,5	0,9969	31,5	0,9952
20,0	0,9982	26,0	0,9968	32,0	0,9950
20,5	0,9981	26,5	0,9966		

Fonte: Handbook of Chemistry and Physics, 66<sup>th</sup> Ed., 1985-1986, p. 4-5

### 3.3.6 Cálculo da Fração Volumétrica de Inclusões pela Densidade Hidrostática

Com base na Regra das Misturas, aproxima-se que a densidade da amostra seja dada pela equação (5).

$$\rho_a = \rho_{Fe}X_{Fe} + \rho_wX_w + \rho_fX_f \quad (5)$$

Onde:  $\rho$ : densidade (kg/m<sup>3</sup>)       $a$ : amostra       $w$ : wustita       $inc$ : inclusões  
 $X$ : fração volumétrica (%)       $Fe$ : ferro       $f$ : fayalita

A equação (5) possibilita relacionar o valor das medidas de densidade hidrostática da amostra com as frações volumétricas das fases. Nota-se que é preciso saber alguma relação entre as fases para que se possa obter as inclusões.

Considera-se que a amostra é composta apenas da matriz metálica e das duas fases majoritárias presentes nas inclusões, mostrada na equação (6). Define-se  $\rho_{inc}$  como densidade média das inclusões, como sendo a média ponderada pelas suas inclusões.

$$\rho_{inc}X_{inc} = \rho_wX_w + \rho_fX_f \quad (6)$$

A equação (7) relaciona as frações volumétricas de ferro e inclusões no material.

$$X_{Fe} + X_{inc} = 1 \quad (7)$$

Reescrevendo a equação (5), substituindo (6) e (7) isolando a fração volumétrica de inclusões, obtém-se a equação (8), obtida em dois passos

$$\begin{aligned} \rho_a &= \rho_{Fe}X_{Fe} + \rho_{inc}X_{inc} \\ \rho_a &= \rho_{Fe}(1 - X_{inc}) + \rho_{inc}X_{inc} \\ X_{inc} &= \frac{\rho_a - \rho_{Fe}}{\rho_{inc} - \rho_{Fe}} \end{aligned} \quad (8)$$

### 3.4 Método III: Polarização Magnética de Saturação

Considerando que o objetivo é quantificar as inclusões numa amostra metálica cuja composição tem ferro como elemento majoritário, é possível estimar a quantidade de elementos ferromagnéticos por meio do método de Polarização Magnética de Saturação. Faz-se a hipótese de que as medidas encontradas na amostra, quando comparadas com as do ferro puro, tenham diferença proporcional à fração de inclusões.

O equipamento utilizado para medição da polarização magnética de saturação foi desenvolvido pela Globalmag Transdutores Magnéticos e foram realizados no Laboratório de Transformações de Fases, no PMT-USP. O desenho esquemático, mostrando as vistas superior e laterais está na Figura 27.

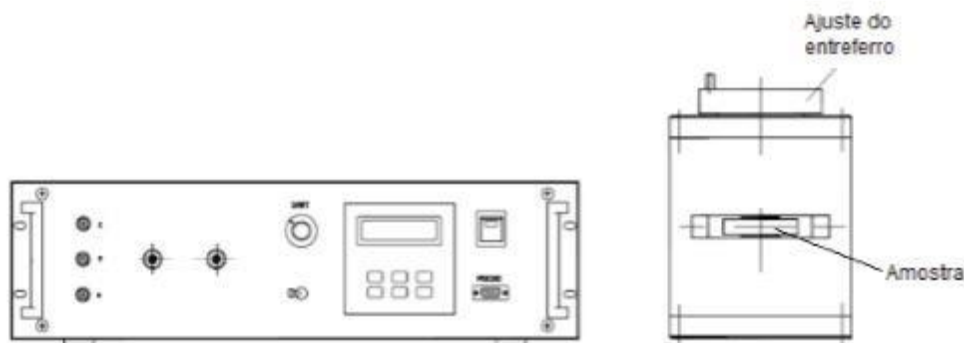


Figura 27: Desenho esquemático do equipamento da Globalmag Transdutores Magnéticos  
Fonte: VALDEBENITO et al., 2017

Arthur Nishikawa realizou, em 2017, medidas com o equipamento, sendo a metodologia empregada na amostra 145. Foi preparado um corpo de prova de diâmetro 4mm e comprimento 10mm. Naquele método, as amostras são expostas ao campo magnético de ímãs de neodímio ferro boro, que atinge 200 kA/m. O instrumento dispõe de peças polares móveis que são acopladas às faces da amostra, para garantir a saturação magnética. Uma bobina sonda, que envolve o corpo de prova, é conectada a um medidor de fluxo (VALDEBENITO et al., 2017).

A bobina é composta pelo enrolamento da medida em anti-série com um enrolamento de compensação do fluxo do ar, que vai subtrair a componente  $\mu_0 H$ , que é o campo criado pelo ímã, como mostra a equação (9). O fluxo, assim medido, é proporcional à magnetização do material magnético colocado no interior da bobina. O objetivo do experimento é medir a polarização

magnética,  $J_s$ , na condição de saturação magnética, que se atinge com a aplicação de um campo na ordem de 200 kA/m, conforme Figura 28 (VALDEBENITO et al., 2017).

$$B = J - \mu_0 H \quad (9)$$

Sendo:

B: indução magnética

$\mu_0$ : Permeabilidade do meio

H: Campo magnético externo

J: Polarização magnética

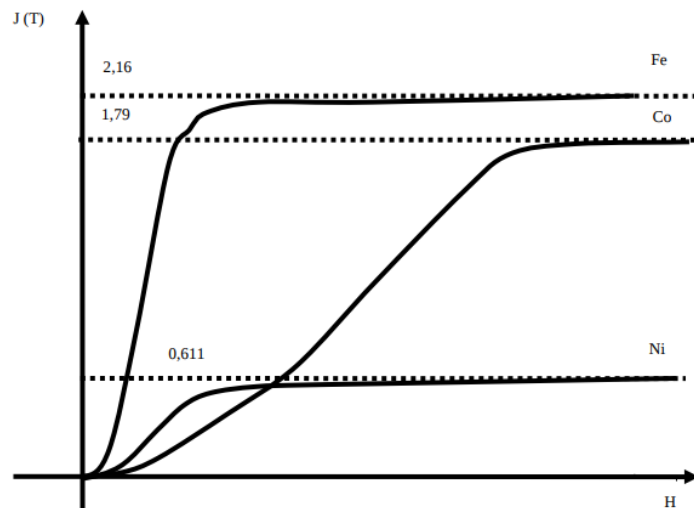


Figura 28: Comportamento da polarização magnética (J) de metais ferromagnéticos com variação de campo magnético (H)  
Fonte: LANDGRAF, 2011

A polarização magnética total na amostra é dada pela soma dos produtos da polarização magnética de cada fase por sua fração volumétrica. Uma vez que a escória apresenta valores muito baixos de polarização magnética, quando comparados com o ferro, considera-se nula sua contribuição.



### 3.4.1 Cálculo da Fração Volumétrica de Inclusões pela Polarização Magnética de Saturação

Considera-se que, na amostra metálica podem contribuir para a polarização magnética de saturação um componente da matriz metálica e outro das inclusões de escória. A equação (10) expressa a polarização magnética total em termos dessas componentes. A já enunciada equação mostra que as frações da matriz e das inclusões de escória são as únicas que compõem a amostra.

$$J_s^a = X_{Fe}J_s^{Fe} + X_{inc}J_s^{inc} \quad (10)$$

Onde:

$J_s$ : Polarização Magnética De Saturação      Fe: Ferro Puro

X : Fração Volumétrica      inc: Inclusões

a: Amostra

$$X_{Fe} + X_{inc} = 1 \quad (7)$$

Assumindo que as fases presentes nas inclusões de escória não incluem a fase magnetita, a contribuição magnética dessas fases para a saturação magnética do material investigado será nula. Pela substituição de (7) em (10) encontra-se o valor da fração volumétrica de inclusões de escória a partir da equação (11).

$$X_{inc} = 1 - \frac{J_s^a}{J_s^{Fe}} \quad (11)$$

### 3.5 Método IV: Tomografia Computadorizada de Raio-X

O equipamento utilizado foi o *TomoScope HV Compact* da marca *Werth*, do Laboratório de Micromanufatura, Núcleo de Bionanomanufatura (BIONANO) do IPT, sendo os ensaios realizados pelo Pesquisador Assistente Diogo Cesar Borges Silva, coautor do artigo “Análise de materiais e dimensionamento de peças metálicas utilizando tomografia computadorizada de raios-x” (2013), no qual descreveu a metodologia empregada na amostra 145, da alma da Ponte D. Pedro II.

O funcionamento do equipamento se dá pela emissão de radiação proveniente de uma fonte, que atravessa a amostra, atingindo um detector, que é posicionado atrás da amostra, fazendo a leitura e criando uma projeção em 2D. A amostra é rotacionada em passos, e o equipamento constrói, a partir das projeções bidimensionais, uma visão tridimensional, dando noções de espaço, área e volume, como ilustrada na Figura 29. (SILVA; BALDO, 2013)

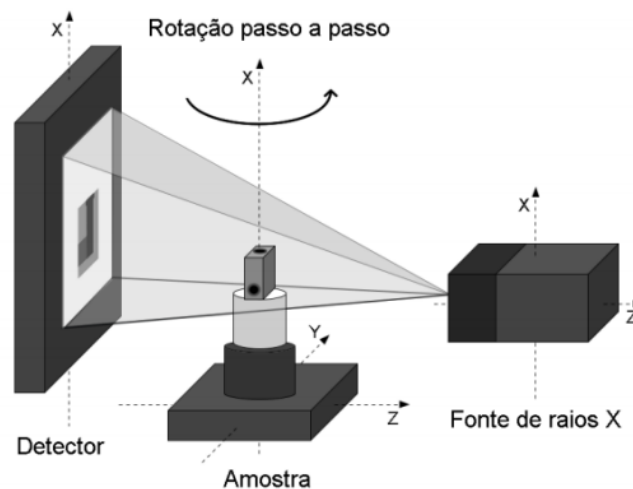


Figura 29: Representação do funcionamento do Tomógrafo de Raios-X  
Fonte: SILVA; BALDO, 2013

O cálculo do volume da amostra foi feito com o *software* da própria marca e a análise de fração volumétrica foi realizada com o uso do *software* VGStudio MAX 2.1.

Foram preparadas 6 amostras cilíndricas de altura e diâmetro medindo, respectivamente, 10 e 2 mm.

Os parâmetros utilizados no ensaio estão dispostos na Tabela 6.

*Tabela 6: Parâmetros utilizados no Tomógrafo Computadorizado de Raio-X*

<b>Janela de medição</b>	16 mm x 16 mm
<b>Faixa de resolução</b>	5 - 10 $\mu\text{m}$
<b>Corrente aplicada</b>	75 $\mu\text{A}$
<b>Tensão aplicada</b>	190 kV
<b>Tempo de integração</b>	2 s
<b>Média de imagens</b>	2 imagens por posição
<b>Passo angular</b>	0,225° (com volta de 360°)
<b>Filtro utilizado</b>	1 mm de Estanho
<b>Temperatura do laboratório</b>	Controlada na faixa de 20°C $\pm$ 0,5°C

## 4. Resultados experimentais

As amostras coletadas são referentes à alma da ponte D. Pedro II, identificadas com a numeração 145. Na Metalografia Quantitativa, foram realizados corpos de prova para análise das faces em direções distintas: transversal e longitudinal. As amostras foram nomeadas como 145T e 145L, respectivamente. Nas demais técnicas, não houve essa distinção.

### 4.1 Resultados do Método I: Metalografia Quantitativa

Os resultados obtidos na Metalografia Quantitativa são bastante numerosos. Por este motivo, grande parte das imagens estará no Anexo I – Resultados de Fração Volumétrica por Análise de Área nas diversas amostras.

Pela Metalografia Quantitativa foram analisadas pelo menos quatro amostras, duas delas, 145-L e 145-T, preparadas e analisadas por Cássio Junqueira, enquanto as demais, 145-L1 e 145-L2, foram preparadas por Israel A. Silva.

As micrografias de cada uma das amostras foram registradas com 50 e 100x de aumento. Uma das amostras (145-L1) teve análise quantitativa com maior aumento, de 200x.

Na Figura 30, Figura 31, Figura 32 e Figura 33 mostram registros fotográficos da amostra 145-L com suas respectivas imagens com aplicação de filtro preto e branco para quantificação de fração volumétrica de inclusões, nos aumentos de 50 e 100x. O valor medidos estão indicados nas legendas das figuras em que o filtro foi aplicado.



Figura 30: Amostra 145-L com aumento de 50x.  
Fonte: Próprio autor, 2019.



Figura 31: Amostra 145-L com 50x com filtro do ImageJ. A fração volumétrica medida: 10,6%.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

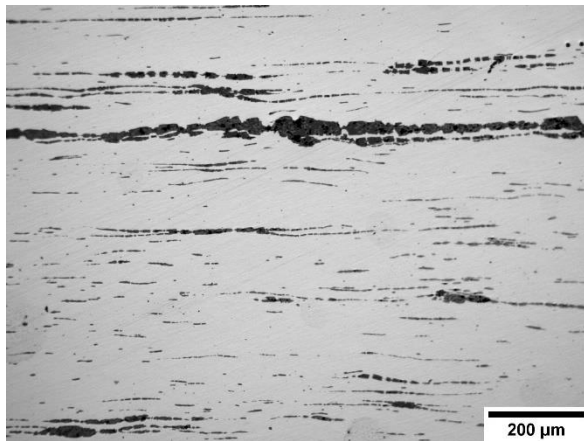


Figura 32: Amostra 145-L com aumento de 100x.  
Fonte: Próprio autor, 2019.



Figura 33: Amostra 145-L com 100x com filtro do ImageJ. A fração volumétrica medida: 8,3%.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

Analogamente, na Figura 34, Figura 35, Figura 36 e Figura 37 correspondem à amostra 145-T com suas respectivas imagens com aplicação de filtro preto e branco para quantificação de fração de área, nos aumentos de 50 e 100x. O valor medidos estão indicados nas legendas das figuras em que o filtro foi aplicado.

Observam-se inclusões com morfologia diferentes às presentes na 145-L, pois são cortes em planos distintos.

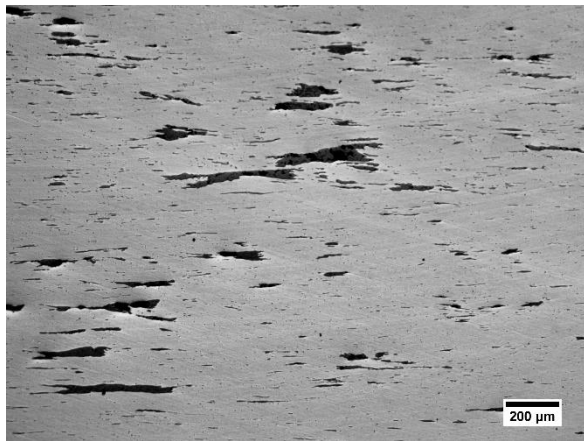


Figura 34: Amostra 145-T, com aumento de 50x.  
Fonte: Próprio autor, 2019..



Figura 35: Amostra 145-T com 50x com filtro do ImageJ. A fração volumétrica medida: 6,6%.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

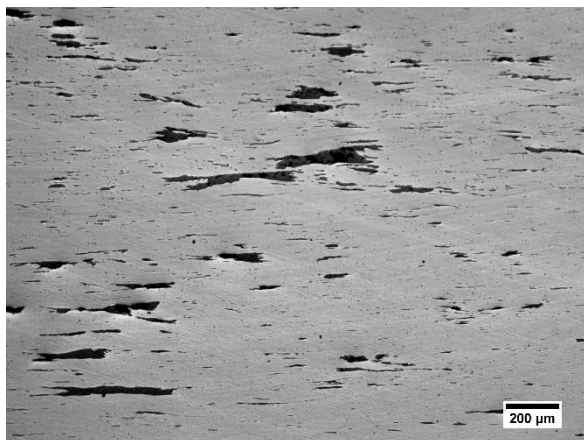


Figura 36: Amostra 145-T, com aumento de 100x.  
Fonte: Próprio autor, 2019.



Figura 37 Amostra 145-T, com aumento de 100x. A fração volumétrica medida: 5,4%.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

A amostra 145-L1 foi quantificada no aumentos 50, 100 e 200x. Devido à semelhança das imagens, apresentam-se, na Figura 38 e Figura 39 apenas a micrografia em maior aumento (200x). É possível verificar que o campo analisado se reduz quanto maior é o aumento.

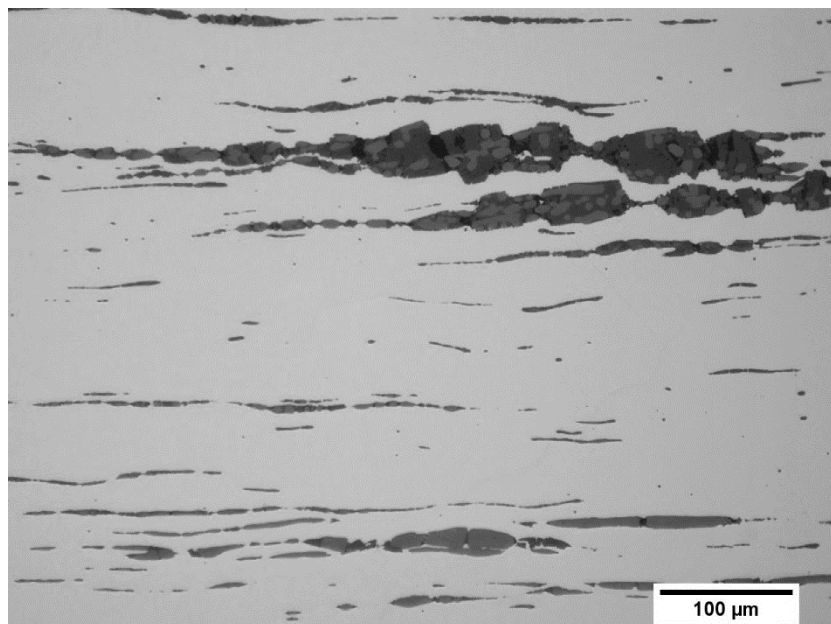


Figura 38: Amostra 145-L1, com aumento de 200x.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

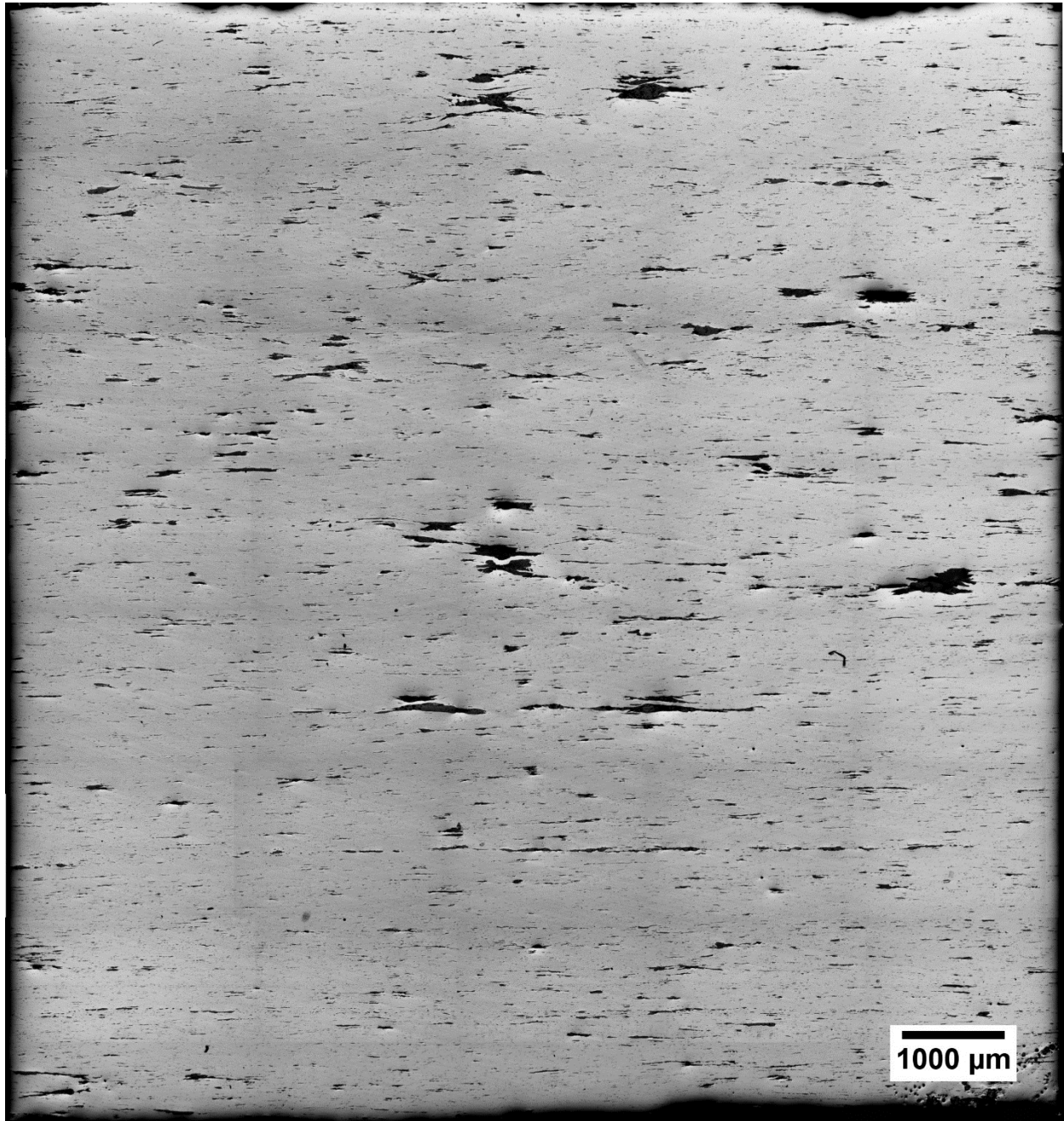


Figura 39: Amostra 145-L1, com aumento de 200x. A fração volumétrica medida: 12,3%.  
Fonte: Próprio autor, 2019.



#### 4.1.1 Imagens compostas de 145-L e 145-T

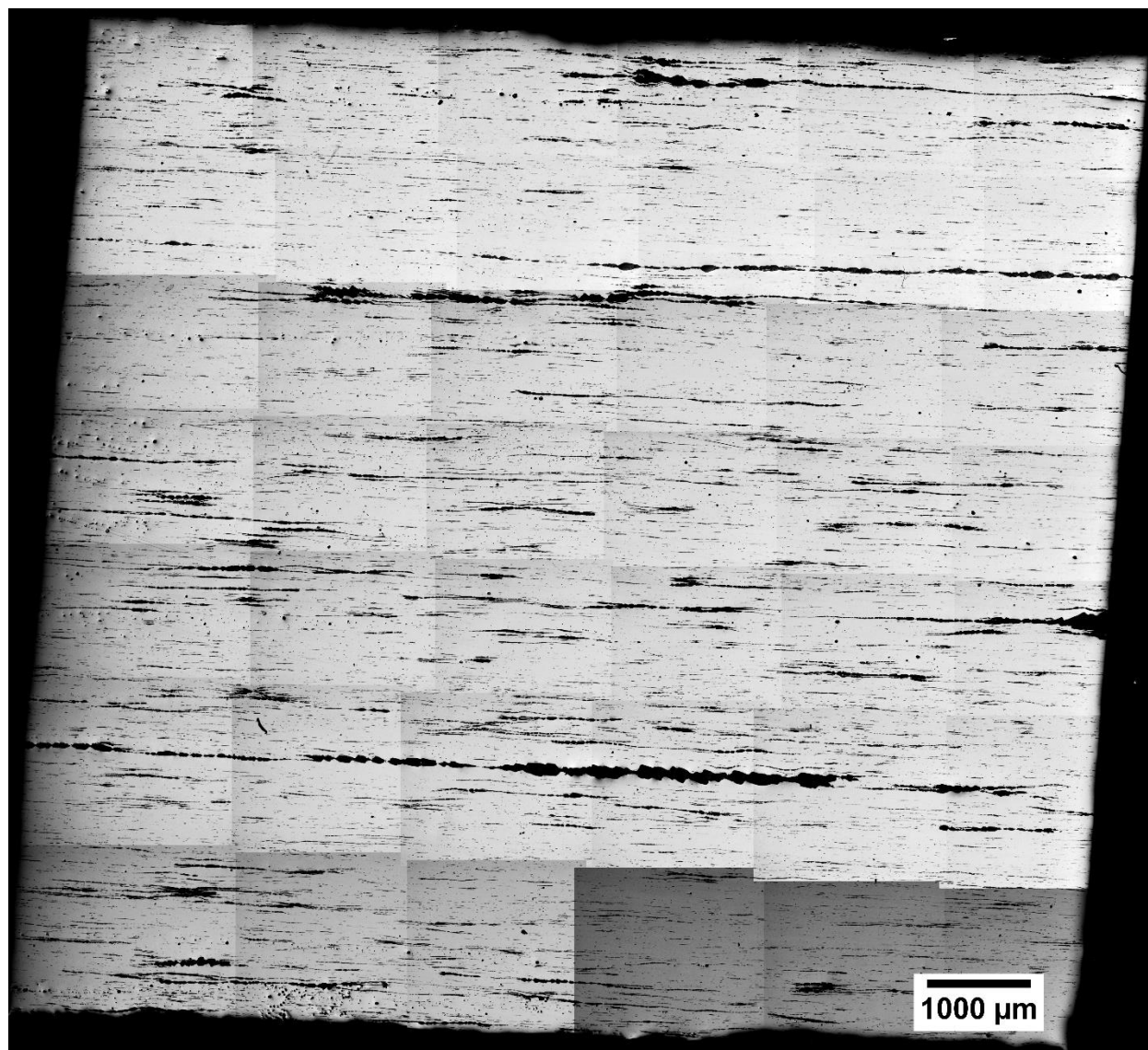
O resultado da composição das micrografias de 145-L e 145-T pode ser visto na Figura 40 e Figura 41, tendo cada uma delas, 7 linhas e 6 colunas, totalizando 42 imagens. A reconstrução da amostra 145-T foi bem-sucedida.



*Figura 40: Resultado da imagem composta da amostra 145-T*  
*Fonte: Próprio autor, 2019.*



A reconstrução da amostra 145-L foi realizada, mas a iluminação no momento do registro prejudicou a qualidade das imagens. Por este motivo, algumas regiões ficaram mais escuras, o que impossibilitou análise quantitativa por imagem.



*Figura 41: Resultado da composição de imagens da amostra 145-L.  
Fonte: Próprio autor, 2019.*

Após uso do filtro preto e branco no *software ImageJ*, foram obtidas e analisadas as imagens integrais das amostras 145-L e 145-T cujas frações volumétricas medidas foram de, respectivamente, 8,5 e 5,1%, mostradas na Figura 42 e Figura 43.

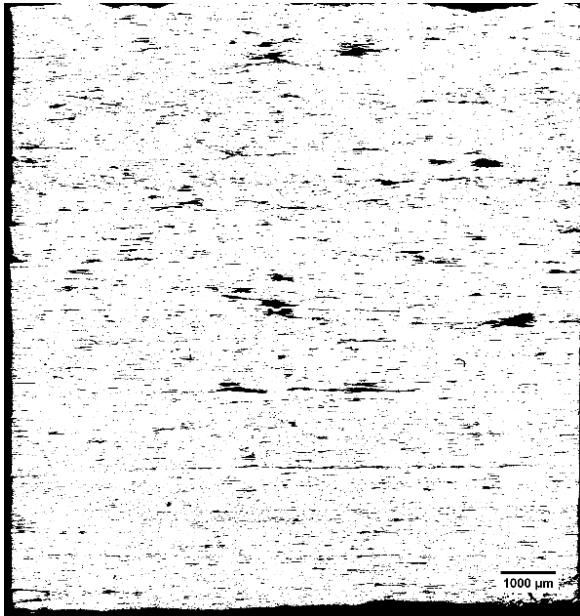


Figura 42: Amostra 145-T, com aumento de 50x, em filtro preto e branco. A fração volumétrica: 5,1%.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

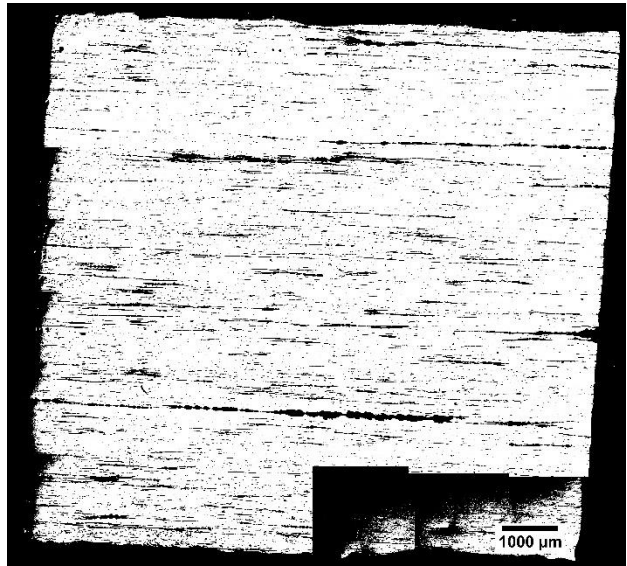


Figura 43: Amostra 145-L, com aumento de 50x, em filtro preto e branco. A fração volumétrica medida: 8,5%.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

#### 4.1.2 Resultados de Fração Volumétrica por Metalografia Quantitativa

Estão dispostos na Tabela 7 as médias ponderadas (por área) das frações volumétricas de inclusões em cada amostra e aumento, assim como o número de imagens analisadas, organizados pelas amostras. A média de fração de inclusões está indicada por  $\bar{X}_{inc}$ , o desvio padrão, por  $\sigma$ , e o erro de amostragem, por  $E_n$ .

Como já mencionado, 145-L1 e 145-L2 foram preparadas no IPT, e as demais, 145-L e 145-T, o PMT-USP. Estão indicadas na tabela as análises feitas por Cássio Junqueira, assim como os valores que correspondem à reconstrução das amostras.

Tabela 7: Médias ponderadas das Fração Volumétrica de Inclusões por Metalografia Quantitativa

Amostra	Aumento	Quantidade de imagens	$\bar{X}_{inc}$ (%)	$\sigma$ (%)	$E_n$ (%)
<b>145-L1</b>	50x	16	<b>7,0</b>	2,3	0,1
	100x	25	<b>6,3</b>	2,6	0,0
	200x	36	<b>11,2</b>	10,2	0,1
<b>145-L2</b>	50x	22	<b>8,2</b>	2,9	0,4
	100x	41	<b>6,9</b>	4,0	0,0
<b>145-L</b>	50x	42	<b>8,8</b>	2,1	0,0
	100x	20	<b>10,7</b>	4,4	0,1
		20	<b>10,3<sup>1</sup></b>	3,7	0,1 <sup>1</sup>
<b>145-T</b>	50x	46	<b>6,6</b>	1,7	0,0
	100x	20	<b>6,5</b>	3,2	0,1
		20	<b>6,3<sup>1</sup></b>	2,9	0,1 <sup>1</sup>
<b>145-L<sup>2</sup></b>	2x	1	<b>7,8</b>	--	--
<b>145-T<sup>2</sup></b>	2x	1	<b>6,7</b>	--	--

<sup>1</sup> Valores medidos por Cássio Junqueira

<sup>2</sup> Imagens reconstruídas das amostras

## 4.2 Resultados do Método II: Densidade Hidrostática

As medidas de densidade hidrostática da amostra 145 foram realizadas a fim de se obter a fração volumétrica. Os resultados experimentais dependem, no entanto, de propriedades específicas da amostra, que fazem parte do resultado. Para tanto, serão detalhadas as informações utilizadas para obtenção das frações volumétricas de inclusões não-metálicas.

### 4.2.1 Resultados das medidas de densidade hidrostática

Foram preparados dois corpos de prova a partir da amostra 145 para realizar o ensaio da Densidade Hidrostática. Como relatado no procedimento, o ensaio foi realizado três vezes para cada amostra. Na Tabela 8, os valores medidos são da massa da amostra ao ar ( $m_{ar}$ ), massa da amostra imersa em água ( $m_{im}$ ), temperatura ( $T$ ). Com base nesses valores, foram calculados  $\rho_a$  (g/cm<sup>3</sup>), assim como sua média  $\rho_m$  (g/cm<sup>3</sup>) e desvio padrão  $\sigma$  (g/cm<sup>3</sup>). Foi, então, calculada a fração volumétrica,  $X_{inc}$ .

As temperaturas medidas, indicadas na Tabela 8, foram constantes, 24,5°C, que implica que a densidade da água era, então,  $\rho_{\text{água}} = 0,9972 \text{ g/cm}^3$

Tabela 8: Dados experimentais da medida de densidade hidrostática

Amostra	$m_{ar}(g)$	$m_{im}(g)$	$T(^{\circ}C)$	$\rho_a (g/cm^3)$	$\rho_m (g/cm^3)$	$\sigma (g/cm^3)$
1	15,8109	18,1960	24,5	7,6077	7,5955	0,0115
	15,8027	18,1948	24,5	7,5849		
	15,8056	18,1949	24,5	7,5938		
2	16,6736	19,1868	24,5	7,6130	7,6135	0,0004
	16,6741	19,1872	24,5	7,6135		
	16,6737	19,1866	24,5	7,6139		
Média					7,6045	0,0127

Porém, mesmo munido dessas equações, é necessária determinação de uma relação entre as fases wustita e fayalita para que se possa determinar a fração volumétrica de inclusões. Para isso, exige-se um passo adicional de análise de micrografias, com o foco apenas nas inclusões, objetivando a proporção entre as fases.



#### 4.2.2 Determinação da proporção entre as fases presentes nas inclusões

A forma escolhida para determinar a proporção das fases foi com uso da Metalografia Quantitativa. A partir de imagens focadas em grandes inclusões, aproxima-se, pela média dos valores encontrados, qual a proporção entre elas.

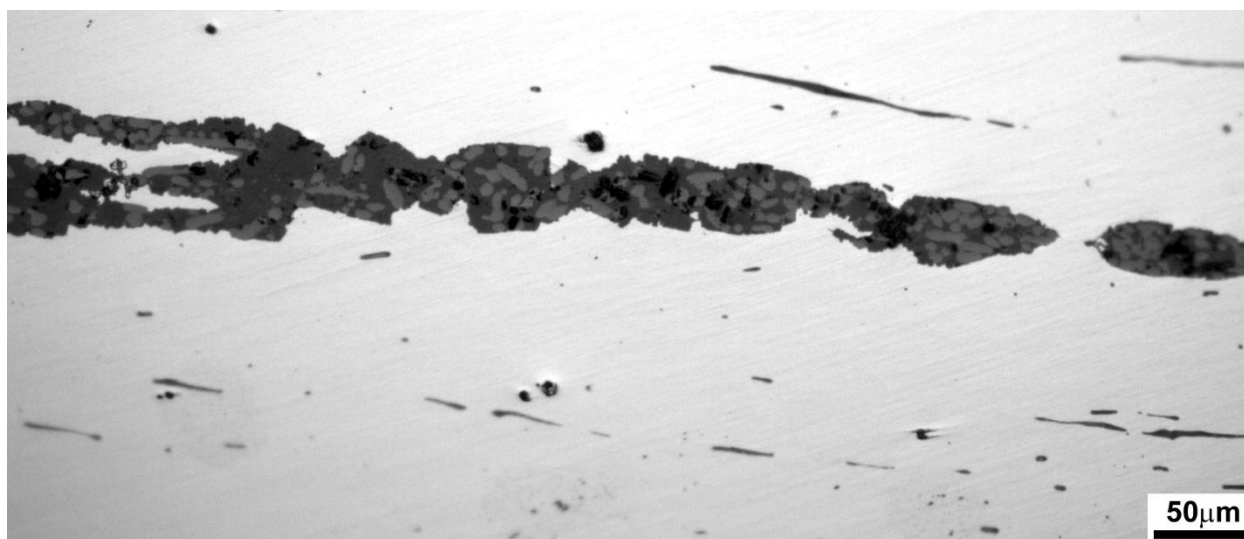
A Figura 44 e Figura 46 são exemplos de micrografias, fotografadas em aumentos distintos, onde as inclusões foram selecionadas para análise. Já a Figura 45 e Figura 47 foram manipuladas com o *software* ImageJ para selecionar apenas as regiões da inclusão com a fase wustita.



Figura 44: Inclusão de grande dimensão na amostra 145-T, a 100x de aumento, em escala de cinza



Figura 45: Aplicação do filtro threshold para evidenciar e quantificar apenas a wustita na inclusão



*Figura 46: Amostra 145-L, com aumento de 200x, com foco numa inclusão de grande dimensão*



*Figura 47: Aplicação do filtro evidenciando apenas a fase da wustita.*

Como o propósito nessas imagens era identificação das fases que compõem as inclusões, as micrografias foram feitas focando regiões com inclusões de maiores dimensões, não havendo necessidade de garantir aleatoriedade. Para aumentar a representatividade dos valores, foram analisadas inclusões de diferentes aumentos.

Os resultados da análise de inclusões que indicam a fração de wustita nas inclusões da amostra 145-L em diferentes aumentos estão na Tabela 9. Representam-se: a fração volumétrica da fase de wustita como  $X_w$  e o desvio padrão como  $\sigma$ .

*Tabela 9: Quantificação da fração de wustita em inclusões em amostra 145-L, realizadas em distintos aumentos*

<b>Aumento</b>	<b><math>X_w(\%)</math></b>
100x	14,5
100x	36,0
100x	32,5
100x	39,2
100x	22,3
200x	17,4
200x	24,1
500x	50,8
500x	25,3
500x	23,5
500x	40,4
500x	27,0
<b>Média</b>	<b>29,4</b>
<b><math>\sigma</math></b>	<b>8,6</b>

O resultado é de que as inclusões possuem em média, 29,41% de wustita e 70,59% de fayalita. A equação (6), pode ser reescrita, com os novos valores, explicitamente na equação (12). Observa-se o uso do valor unitário para  $X_{inc}$  pela análise ter sido feita apenas no interior de inclusões.

$$\rho_{inc} = 0,2941 \cdot \rho_w + 0,7059 \cdot \rho_f \quad (12)$$

Na amostra em questão, faz-se a hipótese de que as fases mais presentes nas inclusões são wustita e fayalita, conforme já investigado por (MAMANI CALCINA; AZEVEDO, 2016), cujas densidades são, respectivamente: 5700 kg/m<sup>3</sup> e 4300 kg/m<sup>3</sup> (Museu de Minerais, Minérios e Rochas Heinz Ebert, 2019).

A densidade média das inclusões, é, portanto,  $\rho_{inc} = 4711,7 \text{ kg/m}^3$ .

#### 4.2.3 Fração Volumétrica de inclusões por meio da Densidade Hidrostática

Os resultados de densidade hidrostática  $\rho_a$  da Tabela 8 e valores de  $\rho_{Fe}$  e  $\rho_{inc}$ , respectivamente da Literatura e calculado anteriormente foram substituídos em (8) para encontrar o valor da fração volumétrica de inclusões, que estão dispostas na Tabela 10.

$$X_{inc} = \frac{\rho_a - \rho_{Fe}}{\rho_{inc} - \rho_{Fe}} \quad (8)$$

Tabela 10: Fração volumétrica de inclusões a partir dos resultados experimentais do ensaio de densidade hidrostática

Amostra	$X_{inc}$ (%)
1	8,3
	9,0
	8,7
2	8,1
	8,1
	8,1
Média	8,4
$\sigma$ (%)	0,3



### 4.3 Resultados do Método III: Polarização Magnética de Saturação

A Equação (11) estabelece a relação entre a fração de inclusões, relacionadas com os valores da polarização magnética de saturação do ferro puro e os medidos na amostra.

Utilizou-se o valor da polarização magnética de saturação do ferro neste experimento de  $J_s^{Fe} = 2,05$ , considerando a calibração do equipamento, que foi inferior a 2,15, que é o valor da polarização de saturação magnética a temperatura ambiente (CULLITY, 1972).

$$X_{inc} = 1 - \frac{J_s^a}{J_s^{Fe}} \quad (11)$$

Os resultados experimentais referentes ao método de Polarização Magnética de Saturação estão dispostos na Tabela 11.

*Tabela 11: Resultados da fração volumétrica, partindo de medidas de polarização magnética de saturação*

<b>Amostra</b>	<b><math>J_s^a</math> (T)</b>	<b><math>X_{inc}</math> (%)</b>
<b>1</b>	1,9294	5,9
<b>2</b>	1,9086	6,9
<b>3</b>	1,9054	7,1
<b>4</b>	1,9029	7,2
<b>5</b>	1,8501	9,8
<b>Média</b>	<b>1,8993</b>	<b>7,4</b>
<b><math>\sigma</math> (%)</b>	0,0294	1,4%

#### 4.4 Resultados do Método IV: Tomografia Computadorizada de Raio-X

Após ensaio da Tomografia Computadorizada de Raio-X, foi gerado, a partir das várias projeções, um modelo tridimensional representativo da amostra 145. Esse modelo apresenta-se com três visões: frontal, lateral e de topo, gerado pelo *software VGStudio MAX 2.1*. É possível selecionar um plano para se fazer a leitura, fixando-se as duas outras visões para varrer a amostra toda.

Foi selecionado o plano yz (profundidade x altura) para leitura, estando os demais (visões de topo e lateral) disponíveis para referência espacial, exemplificados na Figura 48.

As diversas imagens que resultaram das amostras, registradas em vídeo, foram disponibilizadas como imagens, no Anexo II – Resultados da Análise de Volumes por Tomografia Computadorizada de Raio-X.

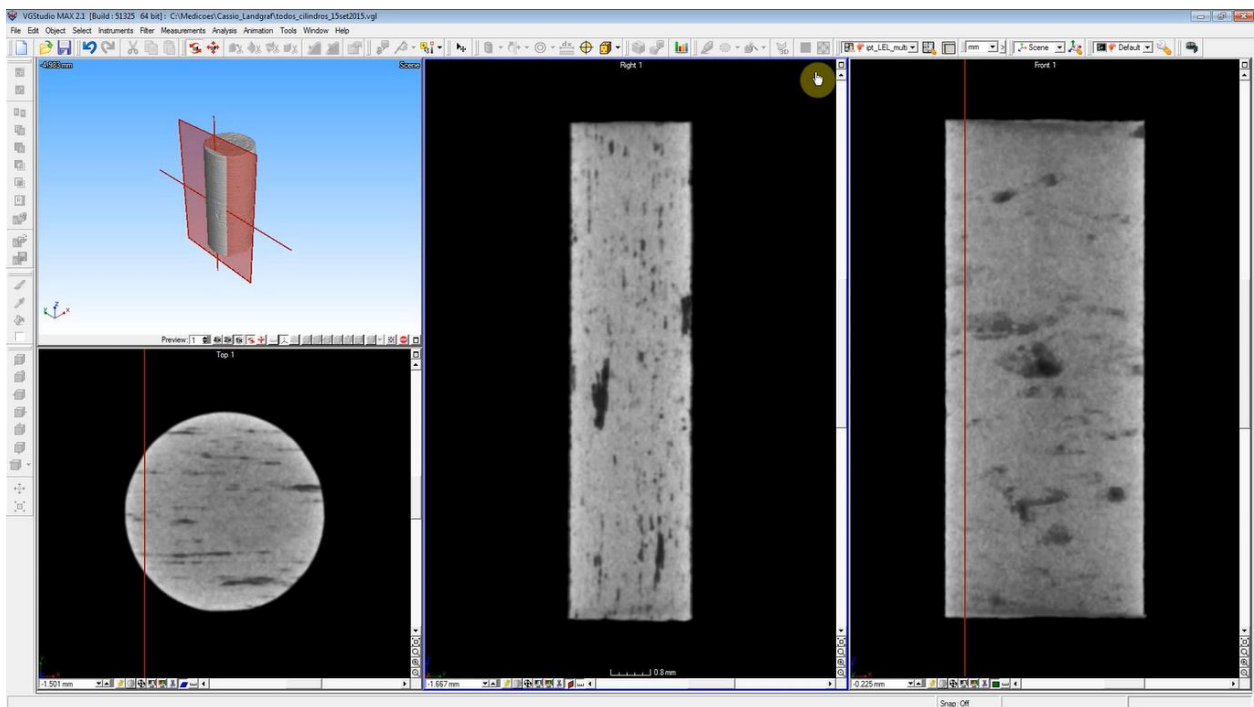


Figura 48: Visualização da amostra 145 no software VGStudio MAX 2.1, onde identificam-se, à esquerda, o modelo 3D da amostra e plano visualizado (superior), visão de topo (inferior); no centro, a visão do plano selecionado; à direita, visão lateral mostrando posicionamento do plano

Fonte: SILVA, D 2017.

#### 4.4.1 Evidências da Fração Volumétrica encontradas na Tomografia Computadorizada de Raio-X

Ainda no mesmo *software VGStudio MAX 2.1*, foi feita análise da fração volumétrica, gerada em três dimensões, nos modelos gerados após os ensaios. Uma das amostras está exemplificada na Figura 49.

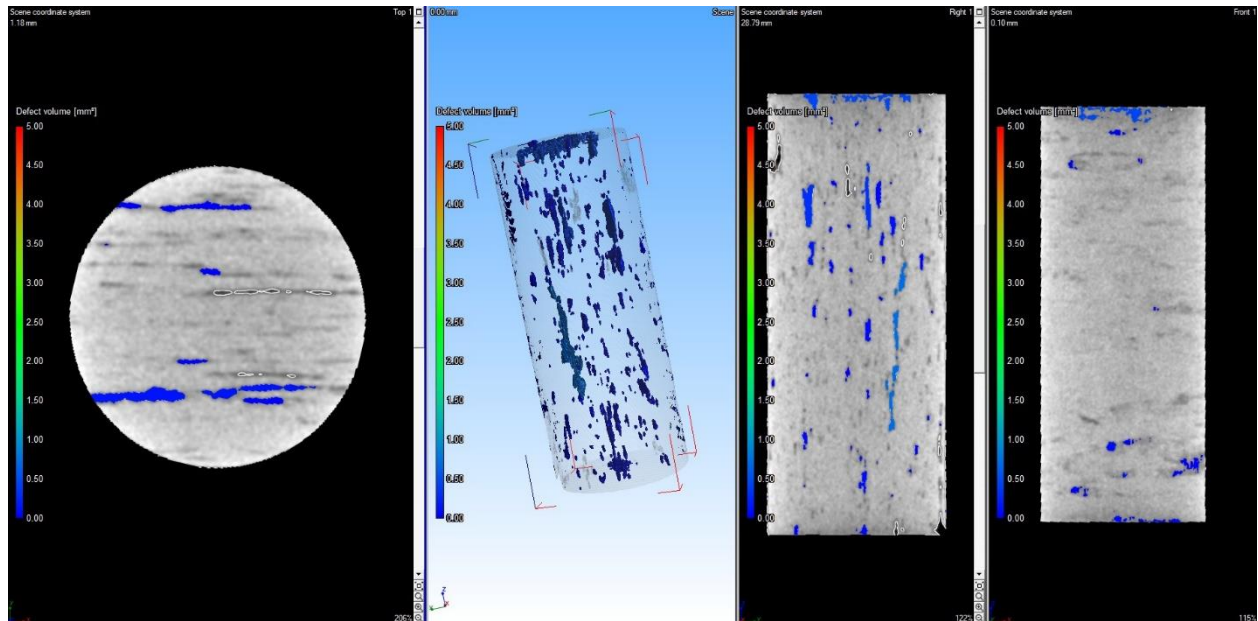


Figura 49: Análise volumétrica com fração volumétrica em destaque. À esquerda, observam-se a visão de topo e do modelo tridimensional; à direita, as visões lateral e frontal da amostra 145.

Para quantificação, foi empregado o método de cálculo direto no volume, que consiste em determinar o valor da densidade da nuvem de pontos e a superfície da amostra. Em seguida, o *software* fecha um volume, calcula as inclusões e dá a relação volumétrica com o total. É possível ver a distribuição tridimensional medida, assim como as posições.

#### 4.4.2 Resultados de Fração Volumétrica por Tomografia Computadorizada de Raio-X

Os resultados encontrados a partir das seis amostras cilíndricas quantificadas pela Tomografia Computadorizada de Raio-X estão dispostos na Tabela 12

*Tabela 12: Fração Volumétrica de Inclusões por Tomografia Computadorizada de Raio-X*

<b>Amostra</b>	<b><math>X_{inc}</math> (%)</b>
<b>1</b>	3,2
<b>2</b>	3,0
<b>3</b>	3,3
<b>4</b>	1,8
<b>5</b>	2,8
<b>6</b>	3,4
<b>Média</b>	<b>2,9</b>
<b><math>\sigma</math> (%)</b>	<b>0,6</b>

## 5. Discussão dos Resultados

Foram coletados resultados experimentais quantificando a fração volumétrica de inclusões por meio de quatro métodos: Metalografia Quantitativa, Densidade Hidrostática, Polarização Magnética de Saturação e Tomografia de Raio-X. Neste capítulo serão discutidas as especificidades de cada método, assim como suas influências no resultado. Em seguida, será apresentada análise comparativa dos resultados.

### 5.1 Discussão dos Resultados do Método I: Metalografia Quantitativa

Os resultados variaram com a orientação (com base na direção de laminação), no corte (representado pelas várias amostras), aumento observado e número de imagens. Para avaliar os resultados, será reproduzida novamente a Tabela 7, com os resultados referentes à Metalografia Quantitativa.

*Tabela 7: Valores médios de Fração Volumétrica de Inclusões por Metalografia Quantitativa*

<b>Amostra</b>	<b>Aumento</b>	<b>Quantidade de imagens</b>	<b><math>\bar{X}_{inc}</math> (%)</b>	<b><math>\sigma</math>(%)</b>	<b><math>E_n</math>(%)</b>
<b>145-L1</b>	50x	16	<b>7,0</b>	2,3	0,1
	100x	25	<b>6,3</b>	2,6	0,0
	200x	36	<b>11,2</b>	10,2	0,1
<b>145-L2</b>	50x	22	<b>8,2</b>	2,9	0,4
	100x	41	<b>6,9</b>	4,0	0,0
<b>145-L</b>	50x	42	<b>8,8</b>	2,1	0,0
	100x	20	<b>10,7</b>	4,4	0,1
		20	<b>10,3<sup>1</sup></b>	3,7	0,1 <sup>1</sup>
<b>145-T</b>	50x	46	<b>6,6</b>	1,7	0,0
	100x	20	<b>6,5</b>	3,2	0,1
		20	<b>6,3<sup>1</sup></b>	2,9	0,1 <sup>1</sup>
<b>145-L<sup>2</sup></b>	2x	1	<b>8,8<sup>3</sup></b>	0,0	--
<b>145-T<sup>2</sup></b>	2x	1	<b>6,7</b>	0,0	--

<sup>1</sup> Valores medidos por Cássio Junqueira

<sup>2</sup> Imagens reconstruídas das amostras

<sup>3</sup> Valor corrigido pelo efeito de inclusões de menores dimensões no tópico 5.1.1.

Primeiramente, serão avaliados os resultados das amostras preparadas no IPT, que consistem em cortes em planos longitudinais à direção de laminação. Nota-se que as frações volumétricas médias de inclusões ( $\bar{X}_{inc}$ ) encontradas para aumentos de 50 e 100x foram próximas, dado os

desvios-padrão, o que também foi observado em todas as outras amostras. O aumento de 200x possui desvio-padrão muito elevado, que ocorre devido à heterogeneidade da amostra ligado ao pequeno campo visualizado em análise de maior aumento. Assim, esse valor será desconsiderado para fins de aproximar a fração das micrografias desta amostra.

Como as médias são próximas aproxima-se o valor da fração volumétrica da 145-L1 como **6,6±2,3**. Analogamente, para a 145-L2, a fração volumétrica média deve se aproximar de **7,7±3,2**.

As amostras preparadas no PMT-USP contaram com cortes no plano longitudinal e transversal à direção de laminação. O raciocínio para cálculo da fração volumétrica é análogo às anteriores, sendo a amostra 145-L com  $\bar{X}_{inc} = 8,8 \pm 2,1$  e a amostra 145-T com  $\bar{X}_{inc} = 6,6 \pm 1,7$ . Não houve grande variação nos resultados por diferentes observadores, com mesma seleção de imagens, observadas a 100x. As 20 imagens da amostra 145-L observada a 100x apresentaram pouca representatividade para quantificação, o que se refletiu no alto desvio-padrão, desconsiderados no cálculo do valor médio da fração volumétrica. Para quantificação, é necessário que a seleção de imagens seja aleatória, o que provavelmente não aconteceu, confirmadas pelo resultado com menor aumento e pela reconstrução, da mesma amostra.

Pode-se destacar que houve certa variação do valor médio de inclusões ( $\bar{X}_{inc}$ ) mudança de aumentos de 50, 100 e 200x. Quanto maior o aumento, maior foi o valor do desvio-padrão ( $\sigma$ ). Isso ocorre devido à heterogeneidade da amostra, resultando na grande variação dos resultados em grande aumento (200x), já que neles o campo visto numa imagem é menor do que em menor aumento (50x).

Outro fator que influencia nos resultados é a quantidade de imagens analisadas, que deve ser suficiente para reduzir o Erro Amostral ( $E_n$ ), que estima quanto o valor encontrado se distancia do valor de fração volumétrica de inclusões do material todo (e não apenas restrito aos planos analisados). Pôde-se notar que em todos os ensaios empregados neste método garantiram  $E_n$  suficientemente baixos para garantir certa confiabilidade nos resultados.

Foi apresentada no escopo do trabalho a discussão sobre a influência do plano de corte, com referência na direção de laminação. Três das amostras quantificadas pela Metalografia Quantitativa eram planos paralelos à laminação, e um, transversal. A variação dos resultados de fração volumétrica média nos diversos cortes não apresenta correlação indicando que, em geral,

algum plano tenha fração volumétrica média maior do que outro, o que está de acordo com os princípios de estereologia verificados no ASM Handbook. Em outras palavras, não foi possível concluir se os planos longitudinais possuem média maior ou menor que os transversais à direção de laminação.

O valor da fração volumétrica de inclusões por este método, dado pela média dos valores das quatro amostras, é, portanto, **7,4%**, com erro de, aproximadamente, 2,3%.

#### 5.1.1 Fatores que influenciam os resultados na Metalografia Quantitativa

Na Metalografia Quantitativa, o objeto de estudo é uma superfície polida, o que exige certos cuidados no preparo das amostras. Durante o lixamento, é importante que a cada troca de lixas, os riscos da lixa anterior não estejam visíveis, verificável ao usar direções perpendiculares em sequência. No polimento, é fundamental que os panos estejam bem higienizados, evitando objetos sólidos que podem riscar a amostra, assim como uma dosagem adequada de álcool para lubrificação. A ocorrência de riscos durante o polimento pode ocasionar na necessidade de retornar à etapa de lixamento. O preparo das amostras tem grande influência na qualidade das micrografias, tornando-se uma das etapas críticas para o desenvolvimento do trabalho.

Durante os experimentos, houve oxidação da superfície polida devido à interação com ambiente, causada pela natureza do material, que reage com a umidade do ar. Por este motivo, o registro fotográfico em microscópio óptico deve que ser feito assim que o último polimento terminasse. Foi descoberto, portanto, que a maneira mais eficiente para executar os experimentos foi preparar uma amostra de cada vez, evitando-se a alteração da superfície, consequentemente modificando a leitura da fração volumétrica objetivada.

A quantificação na Metalografia Quantitativa dependeu de diversos fatores. Alguns deles influenciam a qualidade das imagens (iluminação, foco, limite de resolução) que tem efeito notável quando se aplica filtro *threshold* no *ImageJ*.

Em figuras com pouca iluminação, o filtro pode interpretar regiões escuras como inclusão, por terem tonalidades próximas, o que dificulta a leitura correta do que se quer ler.



*Figura 50: Amostra 145-L, aumento de 50x. As bordas no lado esquerdo estão sombreadas*  
*Fonte: Próprio autor, 2019.*



*Figura 51: Filtro aplicado sobre micrografia com regiões de baixa iluminação. Foram criadas regiões que não correspondem a inclusões*  
*Fonte: Próprio autor, 2019.*

A Figura 50 e Figura 51, da amostra 145-L, mostram como regiões com baixa iluminação influenciam o resultado após aplicação do filtro, configurado para aumentar representatividade à imagem original. A solução encontrada foi selecionar uma área menor, porém não tão comprometida com as deformações causadas pelo filtro, prática sempre executada em caso de deformação do filtro.

Na análise das imagens reconstruídas das 145-L e 145-T, pode-se destacar que uma das principais vantagens foi que as regiões quantificadas não possuem intersecções entre si. Em outras palavras, não há duplicidade na quantificação. Entretanto, ainda existe o problema em relação ao filtro. As imagens reconstruídas é algumas dezenas de vezes maior do que cada imagem a 50x de aumento, o que implica na maior dificuldade de controle na aplicação do filtro. Por um lado, as inclusões de maiores dimensões certamente foram detectadas pelo filtro, por outro, as inclusões menores não podem ser detectadas integralmente, como mostra a Figura 52, com uso do filtro *threshold*, onde as inclusões claramente não estão evidenciadas pelo filtro, mostrando um detalhe num campo muito pequeno (13x menor do que se vê na imagem reconstruída). Por este motivo, a fração volumétrica de inclusões deve ser superior à medida nessa amostra (145-L). A qualidade das imagens da amostra 145-T foi suficiente para não



prejudicar a leitura das inclusões menores, mostrando resultados semelhantes aos outros aumentos. Para avaliar a perda, é necessária fazer uma análise das inclusões de menores dimensões.

Para quantificar as menores inclusões não evidenciadas no filtro, foi feita análise das imagens originais, aplicando *threshold* de modo a garantir a presença dessas partículas. Foi feita quantificação e o valor médio de fração volumétrica das inclusões menores foi de 1,0%, que

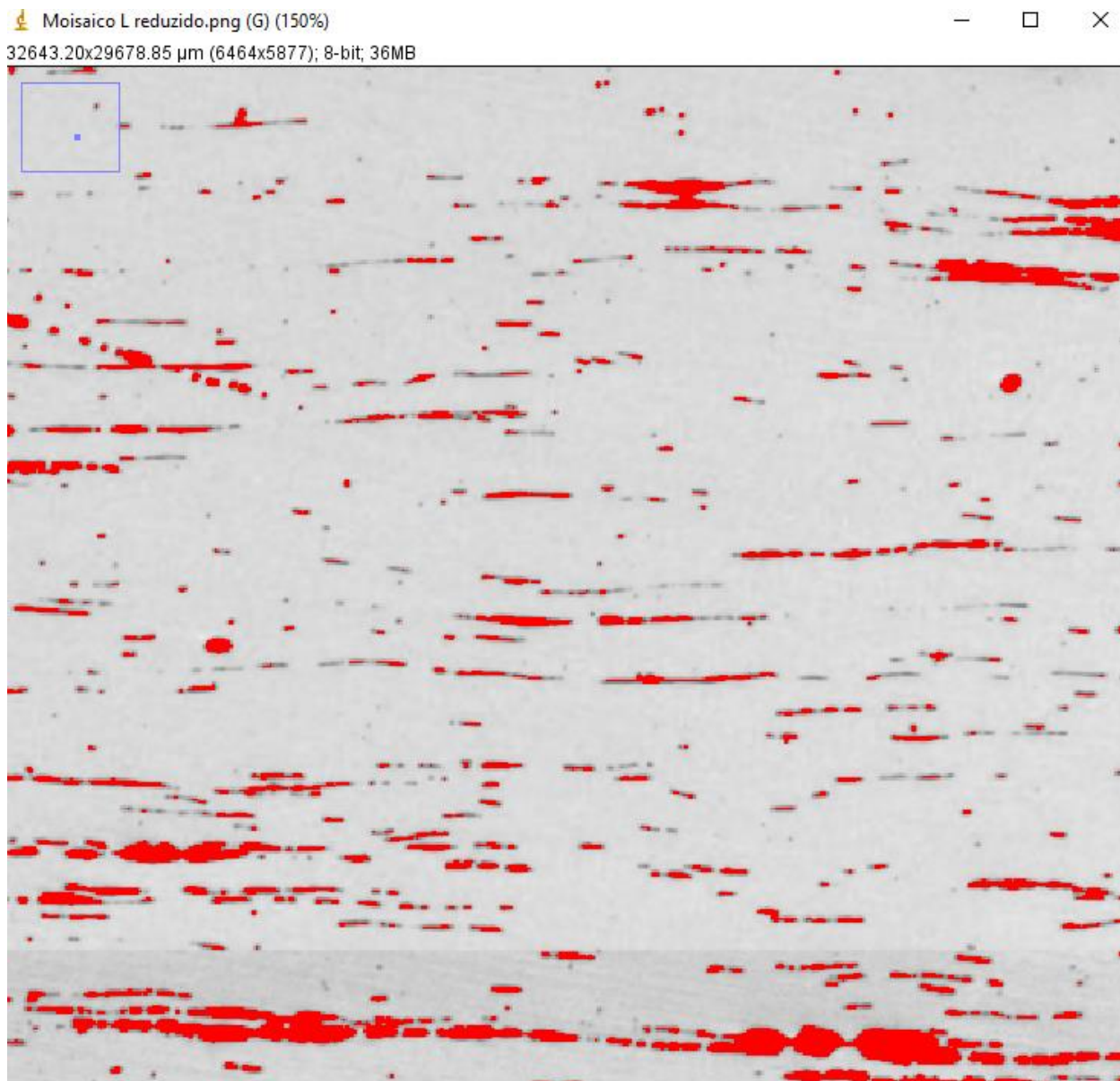


Figura 52: Filtro aplicado na imagem reconstruída da amostra 145-L, identificando regiões não identificadas no filtro.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

somado à fração volumétrica encontrada na imagem reconstruída da 145-L resulta em **8,8%**, exatamente a mesma média encontrada nas imagens com aumento de 50x da mesma amostra.

## 5.2 Discussão dos Resultados do Método II: Densidade Hidrostática

A fração volumétrica média de inclusões determinada pela Densidade Hidrostática foi de **8,4%**, com relativamente baixo desvio-padrão, 0,3%, trazendo confiabilidade ao resultado.

O ensaio que mede Densidade Hidrostática foi realizado com bastante cautela no preparo, garantindo que todas as superfícies estivessem suficientemente polidas e limpas, evitando a aderência de partículas e bolhas no momento crítico em que a amostra submergiu na água, para que a medida fosse mais representativa ao material analisado.

A parte operacional não foi a principal fonte de erros, determinando-se a densidade hidrostática da amostra de forma bastante objetiva. Para avaliar a perda, é necessária fazer uma análise das inclusões de menores dimensões.

A quantificação da fração volumétrica de inclusões teve influência de diversos dados que não eram facilmente determináveis. Viu-se necessária a determinação da densidade média das inclusões, que foi feita após avaliação das inclusões: eram constituídas majoritariamente por wustita (FeO) e uma fase vítrea cuja densidade está numa faixa de valores. Determinar um valor dentro dessa faixa para usar nos cálculos já assume que há margem para erro.

Além disso, foi necessário calcular uma média da fração das fases (wustita e fayalita) dentro das inclusões. Devido à grande heterogeneidade da microestrutura, assumir um valor médio para essa fração de fases também envolve erro amostral, uma vez que o que é analisado está restrito ao que se visualiza, podendo comprometer a representatividade das medidas. Foi notado que a fração de fases variou bastante, apresentando alto valor de desvio padrão, de 10,6%.

Apesar de relativa dificuldade para determinar objetivamente a da fração volumétrica de inclusões por meio da densidade hidrostática supostamente tem grande representatividade da amostra com inclusões caracterizadas por alta variação nas dimensões e na dispersão. Em outras palavras, a heterogeneidade da microestrutura foi o que gerou mais dificuldade na análise deste método.

### 5.3 Discussão dos Resultados do Método III: Polarização Magnética de Saturação

O método que usa a Polarização Magnética de Saturação pôde ser utilizado para quantificação da fração volumétrica de inclusões pelo material analisado possuir matriz ferromagnética e inclusões não magnéticas, que se comportam de formas distintas.

A fração volumétrica média de inclusões medida por este método foi de **7,4%**. O ensaio foi realizado com 5 amostras e teve desvio-padrão de 2,0% nas medidas de polarização magnética e 1,0% na fração volumétrica de inclusões, o que indica estabilidade do equipamento. Observa-se que o caráter heterogêneo da amostra quanto à disposição e frequência das inclusões teve pouco efeito no resultado deste método, o que é uma enorme vantagem, visto que essa característica foi motivo de dificuldade para análise em todos os outros métodos.

O experimento contou com calibração com corpo de prova disponível de composição mais próxima de ferro puro, porém não foi feita sua análise de composição química e microestrutural para documentação neste trabalho. Um ponto que causou incerteza no resultado foi se o equipamento conseguiu atingir efetivamente o ponto de saturação, estado em que a polarização magnética não é alterada com aumento do campos magnético. O emprego desse método para quantificação de fração volumétrica de inclusões tem como requisito que se atinja o ponto de saturação para produzir resultados válidos. Foi utilizada polarização magnética de saturação  $J_s^{Fe} = 2,05$  T, dada pelo corpo de prova de calibração, limitada à própria capacidade de magnetização do equipamento, que difere da encontrada na Literatura, de 2,15 T (CULLITY, 1972). Deve-se levar em consideração, no entanto, que há a possibilidade de a calibração não contar com ferro puro e tenha características magnéticas distintas, o que pode aumentar a incerteza do resultado. Por esse motivo, a fração volumétrica encontrada deve ser ligeiramente maior do que a medida pela Polarização Magnética de Saturação.

## 5.4 Discussão dos Resultados do Método IV: Tomografia Computadorizada de Raio-X

A parte da discussão dos resultados na quantificação de fração volumétrica por Tomografia Computadorizada de Raio-X teve enorme contribuição de Diogo Cesar Borges Silva, Pesquisador Assistente do IPT, que conhece bem o método, equipamento e trouxe explicações acerca dos resultados encontrados.

O resultado da tomografia é uma construção volumétrica feita de imagens, que são projeções bidimensionais feitas em cada passo da rotação da amostra. Algumas vezes é possível ter resultados que permitam análise visual, mas não necessariamente possibilitam análise metrológica apurada, que foi o que aconteceu com as amostras 145.

O resultado por este método apresentou média de fração volumétrica de apenas **2,9%**, com apenas 0,4% de desvio-padrão. Apesar dos valores em si indicarem estabilidade, é uma média que está totalmente fora da faixa de fração volumétrica nos outros métodos.

O equipamento permite, em geral, observar estruturas interna de amostras para identificar poros, bolhas e algumas outras deformações, mas não tem potência suficiente para definir o que é sólido e o que não é. Seria necessário um tomógrafo com potência maior, com energia suficiente para que os raios atravessem o material, com resolução suficiente para que o *software* possa identificar e reproduzir em imagem. A dificuldade ocorre devido ao material ser metálico, já que a resolução e potência é suficiente para fazer análise metrológica de peças poliméricas ou feitas de concreto.

O resultado dado pela análise foi a leitura como se algumas inclusões fossem poros, cuja identificação não foi precisa. O fator que a dificultou foi o limite de resolução do equipamento para reconhecer partículas menores que 10  $\mu\text{m}$ .

## 5.5 Análise Comparativa dos Resultados

Após realização dos ensaios experimentais e da documentação dos resultados, é possível reuni-los visualmente no gráfico, mostrado na Figura 53, que apresenta as médias da fração volumétrica de inclusões e erros associados às medidas de cada um dos quatro métodos quantitativos empregados na análise da amostra 145.

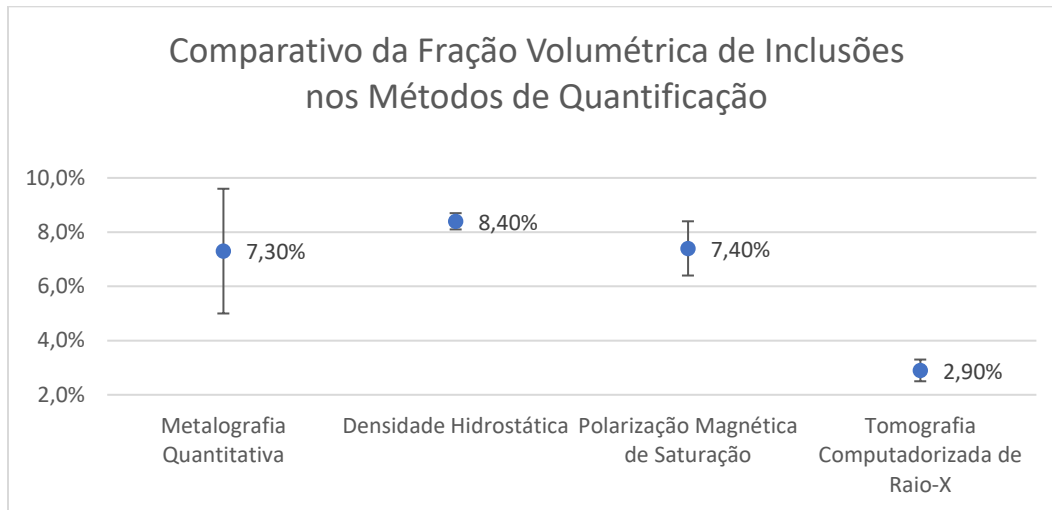


Figura 53: Gráfico comparativo da fração volumétrica de inclusões encontradas em cada método para amostra 145.  
Fonte: Próprio autor, 2019.

Visualizando o gráfico, é notável que o valor médio de fração volumétrica de inclusões encontrado pela Tomografia Computadorizada de Raio-X se distanciou muito dos outros métodos. Uma vez que a limitação de resolução do equipamento não possibilitou quantificação das inclusões devido à natureza metálica do material, fica claro que o valor não representa e nem se aproxima da quantidade de inclusões efetivamente presentes na amostra.

O erro associado à Metalografia Quantitativa apresentou faixa muito maior do que todos os outros métodos, que ocorreu devido à análise ter sido feita em diversos aumentos e, principalmente, pelo caráter heterogêneo da amostra, evidenciado pela diferença das imagens em nos quatro planos observados.

A média da fração volumétrica de inclusões na amostra 145, com base na comparação dos métodos, é de, aproximadamente, **8,0%**, com margem de erro de aproximadamente 1,2%.

## 6. Conclusões

Foi feita quantificação da fração volumétrica de inclusões na amostra 145, proveniente da alma da Ponte Imperial D. Pedro II, sobre o Rio Paraguaçu, que divide as cidades Cachoeira e São Félix, na Bahia. Os métodos empregados foram: Metalografia Quantitativa, Densidade Hidrostática, Polarização Magnética de Saturação e Tomografia Computadorizada de Raio-X. Cada um tem suas vantagens e desvantagens que foram percebidas ou descobertas ao longo dos ensaios, cálculos ou da análise.

Primeiramente, a Metalografia Quantitativa apresentou grande dificuldade técnica para preparo das amostras, documentação fotográfica em microscópio óptico e análise devido ao grande número de imagens geradas para quantificação da fração volumétrica de uma amostra tão heterogênea. Isso se refletiu nos resultados, com média de fração volumétrica variando bastante nos diferentes planos, assim como alto desvio-padrão na quantificação em maior aumento. Entretanto, foi o método que trouxe a maior quantidade de resultados e pôde trazer uma boa noção da disposição espacial e dispersão das inclusões em diferentes planos, representando bem as características do material.

A Densidade Hidrostática apresentou baixo desvio-padrão na parte operacional do ensaio para determinar a densidade hidrostática das amostras, porém contou com grande incerteza na parte de quantificação, pois foi necessário definir uma proporção média das fases presentes nas inclusões para aproximar o valor da densidade média das inclusões. Outra fonte de incerteza surgiu da natureza da fase vítrea, que possui densidade variável.

A Polarização Magnética de Saturação apresentou menor influência do caráter heterogêneo, certamente uma vantagem em relação aos demais métodos aqui abordados. No entanto, há incerteza quanto à calibração e potência do equipamento usado. Não foi possível ter certeza se houve campo magnético suficiente para atingir ponto de saturação.

Finalmente, a Tomografia Computadorizada de Raio-X apresentou resultados em forma de vídeo, o que dificulta a documentação textual, transmitida aqui por imagens. Foi observado que os resultados são os melhores para visualização das inclusões, por trazer imagens tridimensionais, dando noção espacial, morfológica e dimensional das inclusões. Entretanto, a

quantificação foi comprometida pelo limite de resolução e pela potência do equipamento, que apresentou dificuldades para reconhecer as inclusões, quantificando somente uma pequena parte delas. Isso aconteceu devido à natureza metálica do material, que exige maior energia para atravessar a amostra. Foi o único método cuja quantificação de fração volumétrica trouxe resultados incompatíveis com os demais.

Foi apresentada uma micrografia de aço produzido pelo Método Bessemer, que aparenta ter quantidade de inclusões muito inferior ao ferro pudlado, resultado que está de acordo com o esperado, uma vez que o ferro atinge estado líquido, que não ocorre na Pudlagem.

As frações volumétrica de inclusões,  $X_{inc}$ , da amostra 145, e os erros experimentais,  $\sigma$ , associados a cada método de quantificação estão disponíveis na Tabela 13

*Tabela 13: Comparação da Fração Volumétrica de Inclusões pelos Métodos de Quantificação utilizados*

	<b>Metalografia Quantitativa</b>	<b>Densidade Hidrostática</b>	<b>Polarização Magnética de Saturação</b>	<b>Tomografia Computadorizada de Raio-X</b>
$X_{inc}$ (%)	<b>7,4</b>	<b>8,4</b>	<b>7,4</b>	<b>2,9</b>
$\sigma$ (%)	2,3	0,4	1,4	0,6

A média da fração volumétrica de inclusões na amostra 145, com base na comparação dos métodos, é de, aproximadamente, **7,7%**, com margem de erro de aproximadamente 1,2%.

Os experimentos realizados nos quatro métodos de quantificação de fração volumétrica de inclusões no material de ferro pudlado trouxeram algumas descobertas que, na maioria das vezes, dificultaram tanto nas operações quanto nas análises. Algumas recomendações para facilitar o trabalho são:

- A produção de imagens no microscópio óptico deve ser feita em pequeno aumento para que o campo analisado seja maior, reduzindo o número de imagens necessárias para se ter representatividade.
- Devido à rápida oxidação observada durante a produção das micrografias, é preferível fazer preparação de apenas uma amostra por vez. Não há tempo hábil para as demais amostras serem registradas fotograficamente quando o número de imagens é grande (para garantir aleatoriedade na seleção de campos).

## 7. Referências Bibliográficas

ALMEIDA, A. B. DE; LANDGRAF, F. **Detecção da transformação da austenita retida por deformação plástica em aços para gasodutos classe API 5L X80 através de medidas magnéticas**. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2014.

ANDREWS, C. R.; C, N. L. **Wortley Top Forge Industrial Museum**. Disponível em: <<https://www.topforge.co.uk/historical/>>, acessado em 2019.

**ASM Handbook Volume 9: Metallography and Microstructures**, 2004. p. 403

BERTI NETO, H.; LANDGRAF, F. J. G. **Comportamento Magnético Do Aço Abnt 4340 Temperado E Revenido**. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2005.

BIDA, G. V.; NICHIPURUK, A. P.; TSAR'KOVA, T. P. Magnetic properties of steels after hardening and abating. I. Common aspects Carbon steels. **Russian Journal of Nondestructive Testing**, v. 37, n. 2, p. 79–99, 2001.

CARLETO, C. M. M. **A Estrada de Ferro de Nazaré no contexto da política nacional de viação férrea**. Salvador: Universidade Federal da Bahia, 1979.

CAVALCANTI, F. R. **Centro-Oeste: Trens, Ferrovias e Ferreomodelismo**. Disponível em: <<http://vfco.brazilia.jor.br/ferrovias/mapas/1898redeBaiana.shtml>>, acessado em 2019.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 3. ed. São Paulo: [1974].

CULLITY, B. D. **Introduction to Magnetic Materials**. Londres: [1972].

DILLMANN, P.; L'HÉRITIER, M. Slag inclusion analyses for studying ferrous alloys employed in French medieval buildings : supply of materials and diffusion of smelting processes. **Journal of Archaeological Science**, v. 34, p. 1810–1823, 2007.

FLEMINGS, M. C.; RAGONE, D. V. Puddling : A New Look at an Old Process. **ISIJ International**, v. 49, n. 12, p. 1960–1966, 2009.

FÖLL, H. **Steel and Swords - Steel history - Making Steel after 1870**. Disponível em: <<https://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/iss/index.html>>, acessado em 2019.

GOKHALE, A. M. Quantitative Characterization and Representation of Global Microstructural Geometry. In: **ASM HANDBOOK Vol. 9 - Metallography and Microstructures**. [2004]. p. 428–447.

KIESSLING, R. **Non-Metallic Inclusions in Steel - Part III**. Estocolmo: [1968].



- LANDGRAF, F. J. G. **Crônicas do Ferro e do Aço**. Revista ABM Exemplar 654, V. 75, p.20, 2019
- LEWIS, J.; MURDOCH, R. **Excavations at Summerlee Ironworks**, Coatbridge, North Lanarkshire. v. 137, p. 501–530, 2007.
- MAMANI CALCINA, E. A.; AZEVEDO, C. R. F. **Microanálise de inclusões não-metálicas de artefatos ferrosos**. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2016.
- MARQUES, A. C.; BORGES, A.; BITTENCOURT, T. N. Evaluation and modelling of wrought iron bridge in Bahia. In: CHEN, A.; FRANGOPOL, D.; RUAN, X. (Eds.). **Bridge Maintenance, Safety, Management and Life Extension**. 1st. ed. [2014]. p. 334–339.
- MAYORGA, L. G.; SIRE, S.; PLU, B. Understanding Fatigue Mechanisms in Ancient Metallic Railway Bridges: A Microscopic Study of Puddled Iron. **Procedia Engineering**, v. 114, n. 0, p. 422–429, 2015.
- MEESE, H. P. **Edgar Thompson Steel Works**. Disponível em: <[https://web.archive.org/web/20070101035644/http://www.15122.com/3rivers/History/Brad docksField/EdgarThomson.htm](https://web.archive.org/web/20070101035644/http://www.15122.com/3rivers/History/Brad%20docksField/EdgarThomson.htm)>, acessado em 2019.
- MONKLAND, O. et al. **North Lanarkshire Archives – List of Collections**, 1999. Disponível em: <<https://culturenl.co.uk/wp-content/uploads/2018/09/North-Lanarkshire-Archives-List-of-Collections.pdf>>, acessado em 2019.
- Museu de Minerais, Minérios e Rochas Heinz Ebert**. Disponível em: <<https://museuhe.com.br/mineral/faialita-fayalite/>>, acessado em 2019.
- OLIVEIRA, C. M. DE; PARDAL, J. M. **Uma Abordagem das Propriedades Mecânicas e Microestruturais do Ferro Puddled Empregado em Estruturas Centenárias**. Rio de Janeiro: Universidade Federal Fluminense, 2017.
- PERCY, J.; D, M.; S, F. R. **Metallurgy: The art of extracting metals from their ores, and adapting them to various purposes of manufacture - Iron and Steel**. Londres, 1984.
- SCIENCE MUSEUM/SCIENCE & SOCIETY PICTURE LIBRARY. **The Bessemer Converter**. Disponível em: <[https://webarchive.nationalarchives.gov.uk/20170405145415/http://www.makingthemodern world.org.uk/stories/the\\_second\\_industrial\\_revolution/05.ST.01/?scene=3](https://webarchive.nationalarchives.gov.uk/20170405145415/http://www.makingthemodernworld.org.uk/stories/the_second_industrial_revolution/05.ST.01/?scene=3)>, acessado em 2019
- SILVA, D. C. B.; BALDO, C. R. **Análise de materiais E Dimensionamento De Peças Metálicas**

**utilizando Tomografia Computadorizada De Raios X. p. 1–9, 2013.**

TWEEDIE, A. **Grace's Guide to British Industrial History.** Disponível em:  
<[https://www.gracesguide.co.uk/Mossend\\_Iron\\_and\\_Steel\\_Works](https://www.gracesguide.co.uk/Mossend_Iron_and_Steel_Works)>, acessado em 2019

VALDEBENITO, D. F. et al. **Estimando a Fração De Fases Em Um Aço Multifásico Estimating Phase Fraction In A Multiphase Steel Through.** p. 141–147, 2017.

VEREIN DEUTSCHER EISENHÜTTENLEUTE ("CLUB OF GERMAN IRON SMELTERS").  
**Werkstoffkunde Stahl, Band 1: Grundlagen,** 1984, Springer-Verlag

## ANEXO I: DADOS EXPERIMENTAIS DA METALOGRAFIA QUANTITATIVA

	IPT - 145-L1			IPT - 145-L2		PMT - 145-L			PMT - 145-T		
Amostra	50x	100x	200x	50x	100x	50x	100x	100x <sup>1</sup>	50x	100x	100x <sup>1</sup>
1	9,5%	5,2%	40,8%	7,2%	14,8%	10,1%	17,6%	16,5%	5,2%	6,5%	6,9%
2	7,3%	4,5%	41,3%	7,9%	6,1%	7,4%	8,5%	8,9%	6,2%	5,3%	5,4%
3	8,5%	5,7%	8,1%	9,5%	7,7%	7,9%	19,9%	17,4%	8,9%	5,2%	5,6%
4	4,4%	4,2%	3,1%	6,2%	4,0%	11,6%	18,8%	17,1%	7,7%	5,7%	5,8%
5	3,6%	8,8%	5,6%	5,9%	4,6%	5,5%	11,6%	10,2%	6,8%	5,4%	5,8%
6	6,7%	4,4%	5,3%	4,6%	4,3%	6,0%	9,0%	9,0%	6,9%	5,3%	5,1%
7	7,2%	5,0%	8,3%	5,7%	13,0%	5,8%	8,2%	8,2%	7,4%	6,0%	5,7%
8	10,0%	6,3%	2,2%	13,9%	17,9%	9,2%	7,9%	6,7%	6,1%	5,3%	5,4%
9	8,8%	9,8%	1,1%	5,7%	6,2%	10,3%	6,7%	7,4%	6,7%	7,2%	7,1%
10	7,4%	5,2%	32,3%	7,5%	12,6%	10,6%	7,0%	7,6%	8,0%	15,0%	14,7%
11	3,1%	14,2%	16,2%	12,5%	7,7%	6,2%	11,6%	11,3%	8,9%	5,3%	5,2%
12	8,9%	7,3%	14,6%	8,5%	5,3%	7,0%	11,3%	10,3%	7,4%	5,3%	5,3%
13	6,8%	3,7%	7,3%	5,9%	7,5%	4,2%	10,7%	10,6%	7,7%	7,0%	7,5%
14	4,8%	7,9%	9,3%	7,1%	11,8%	9,0%	6,3%	6,5%	7,6%	5,6%	5,2%
15	10,4%	10,3%	3,9%	4,8%	8,5%	11,9%	6,3%	6,7%	6,2%	3,4%	3,7%
16	4,9%	3,0%	3,9%	14,7%	8,3%	8,2%	17,5%	16,5%	8,3%	16,1%	13,8%
17		3,1%	3,8%	12,0%	5,2%	6,8%	7,3%	7,7%	7,7%	6,2%	5,8%
18		5,8%	5,5%	5,5%	7,4%	6,1%	7,0%	6,8%	13,3%	4,7%	4,3%
19		4,0%	7,2%	5,0%	5,0%	11,3%	10,3%	9,5%	5,7%	4,3%	3,4%
20		6,0%	10,8%	7,7%	2,5%	10,4%	11,4%	10,4%	5,8%	4,4%	4,0%
21		5,7%	24,8%	9,1%	5,4%	8,1%			9,1%		
22		6,3%	24,0%	8,3%	3,0%	7,1%			6,1%		
23		5,5%	14,3%		4,6%	8,5%			8,7%		
24		4,8%	6,0%		4,0%	6,8%			7,8%		
25		8,5%	13,4%		4,5%	11,6%			4,2%		
26			27,0%		4,6%	9,5%			6,2%		
27			5,0%		7,8%	9,0%			7,7%		
28			6,2%		3,7%	8,8%			6,9%		
29			10,3%		3,1%	8,0%			4,2%		
30			5,9%		3,5%	10,7%			5,0%		
31			8,8%		4,9%	10,0%			5,0%		
32			6,5%		4,4%	8,3%			5,0%		
33			5,0%		8,2%	10,6%			6,3%		
34			12,1%		2,5%	13,9%			5,1%		
35			12,1%		2,7%	9,9%			6,2%		
36			5,8%		4,7%	8,0%			6,7%		
37					6,2%	8,8%			6,5%		
38					9,4%	12,5%			5,1%		
39					17,4%	8,1%			5,4%		
40					13,3%	8,3%			6,9%		
41					5,4%	8,9%			6,6%		
42						7,3%			5,7%		
43									6,4%		
44									5,5%		
45									3,5%		
46									4,5%		
47									7,6%		
<b>Média</b>	<b>7,0%</b>	<b>6,3%</b>	<b>11,2%</b>	<b>8,2%</b>	<b>6,9%</b>	<b>8,8%</b>	<b>10,7%</b>	<b>10,3%</b>	<b>6,6%</b>	<b>6,5%</b>	<b>6,3%</b>
$\sigma$	2,3%	2,6%	10,2%	2,9%	4,0%	2,1%	4,4%	3,7%	1,7%	1,9%	1,9%
$E_n$	0,1%	0,0%	0,1%	0,4%	0,0%	0,0%	0,1%	0,1%	0,0%	0,1%	0,1%

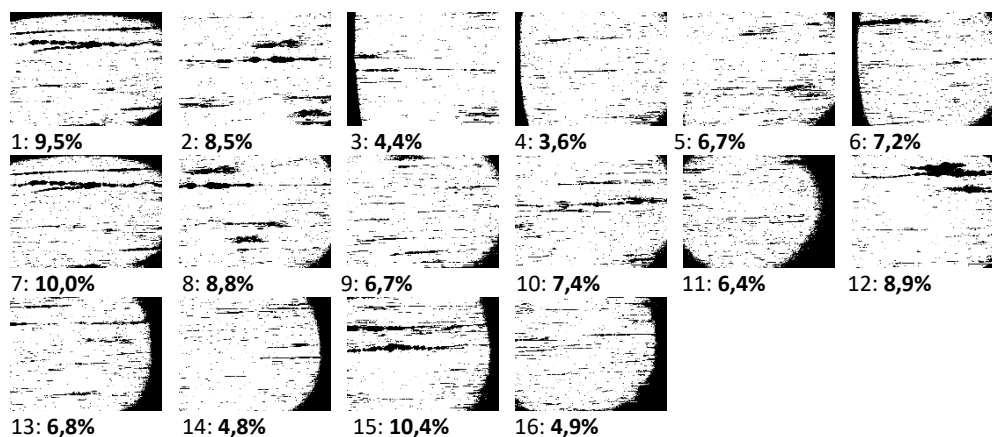
A

<sup>1</sup> Valores medidos pelo técnico Cássio Junqueira

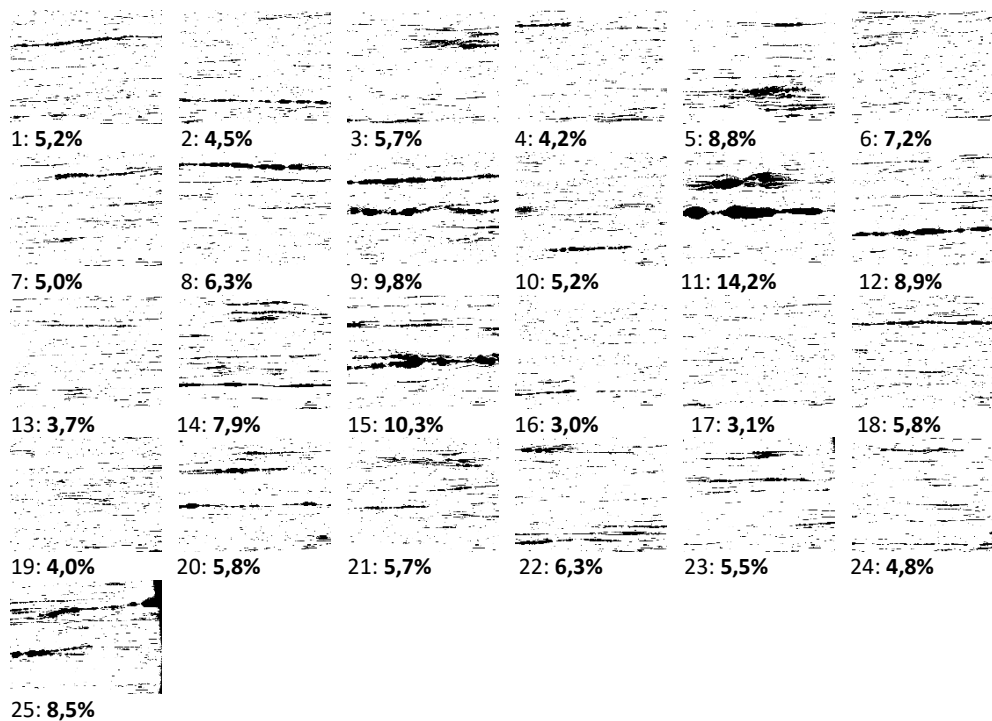
## ANEXO II: FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE INCLUSÕES

Micrografias com aplicação de filtro e resultados de fração volumétrica de inclusões das amostras 145-L1, 145-L2, 145-L e 145-T, apresentados por aumentos. As regiões escuras próximas à borda, visíveis em diversas imagens foram excluídas da área selecionada para análise quantitativa.

### 145-L1 – 50x



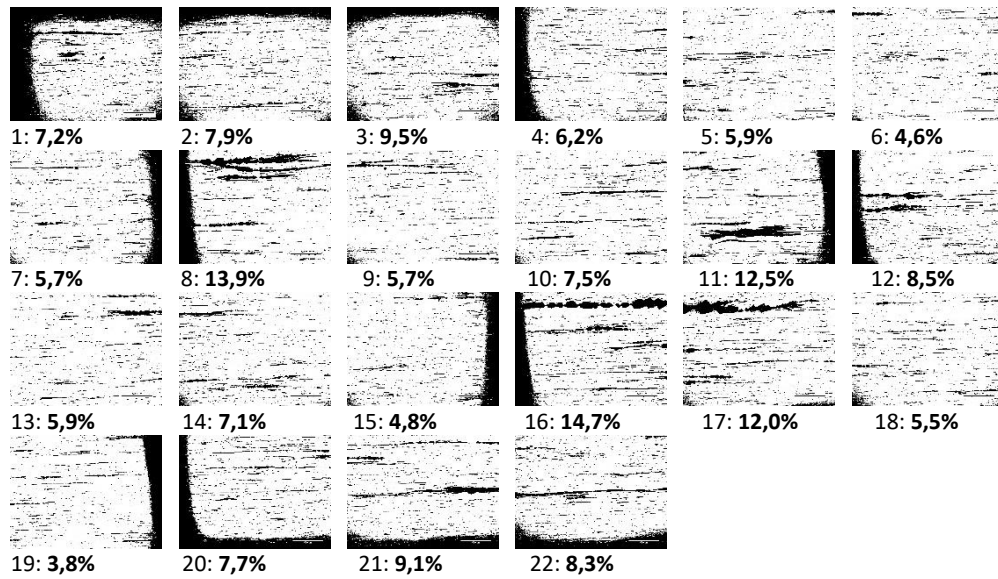
### 145-L1 – 100x



145-L1 – 200x



**145-L2 – 50x**



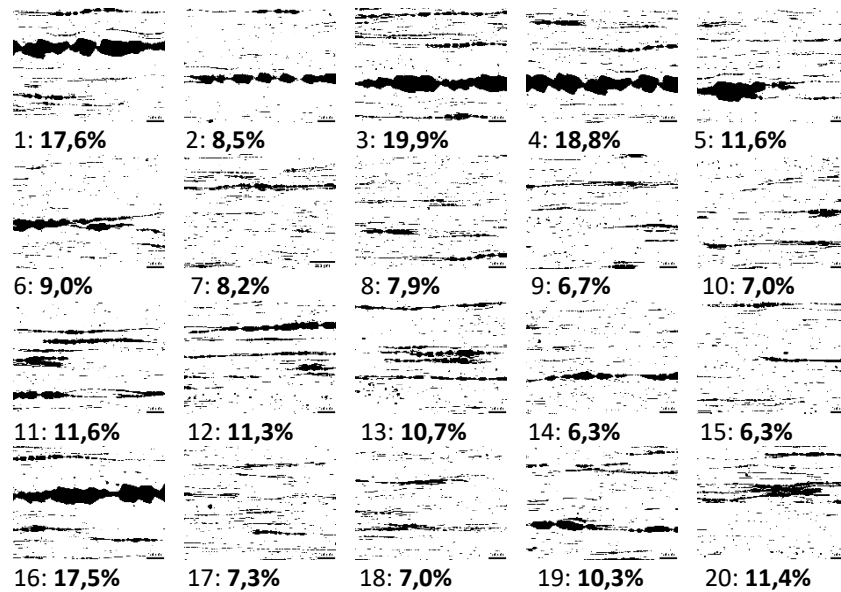
**145-L2 – 100x**



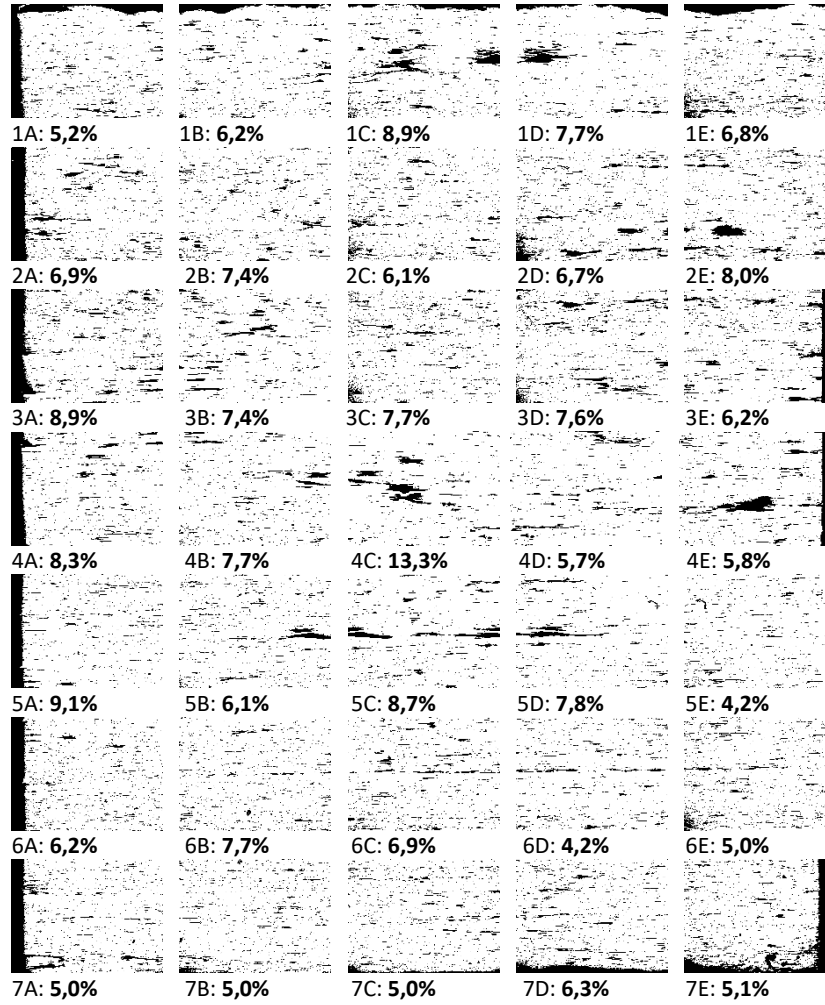
145-L – 50x



145-L – 100x



145-T – 50x



145-T – 100x

