



Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP
Escola de Minas
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
Campus Morro do Cruzeiro
Ouro Preto – Minas Gerais – Brasil



MONOGRAFIA DE GRADUAÇÃO
EM ENGENHARIA METALÚRGICA

**“PROPOSIÇÃO E AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DE UM MÉTODO
DE CONTRASTE POR OXIDAÇÃO SUBCRÍTICA PARA
REVELAÇÃO DE GRÃOS AUSTENÍTICOS PRÉVIOS EM AÇOS”**

Abelar José Antônio Dias Lelis

Ouro Preto, junho de 2022.

Abelar José Antônio Dias Lelis

“Proposição e Avaliação da Eficácia de um Método de Contraste por Oxidação Subcrítica para Revelação de Grãos Austeníticos Prévios em Aços”

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto como parte dos requisitos para a obtenção do Grau de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: Prof. DSc. Geraldo Lúcio de Faria (DEMET/EM/UFOP)

Ouro Preto, junho de 2022.

SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

L541p Lelis, Abelar Jose Antônio dias.

Proposição e avaliação da eficácia de um método de contraste por oxidação subcrítica para revelação de grãos austeníticos prévios em aços. [manuscrito] / Abelar Jose Antônio dias Lelis. - 2022.

41 f.: il.: color., gráf., tab..

Orientador: Prof. Dr. Geraldo Lúcio de Faria.

Monografia (Bacharelado). Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Graduação em Engenharia Metalúrgica .

1. Ligas de aço - Grão austenítico. 2. Oxidação - Oxidação subcrítica. 3. Ligas de aço - Grão austenítico- Métodos de contraste. 4. Engenharia de estruturas- Constituintes difusionais. I. Faria, Geraldo Lúcio de. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU 620.1

Bibliotecário(a) Responsável: Maristela Sanches Lima Mesquita - CRB-1716



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
REITORIA
ESCOLA DE MINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALURGICA E DE
MATERIAIS



FOLHA DE APROVAÇÃO

Abelar José Antônio Dias Lelis

Proposição e avaliação da eficácia de um método de contraste por oxidação subcrítica para revelação de grãos austeníticos prévios em aços

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico

Aprovada em 22 de junho de 2022

Membros da banca

DSc. Geraldo Lúcio de Faria - Orientador (Universidade Federal de Ouro Preto)
DSc. Leonardo Barbosa Godefroid - Membro (Universidade Federal de Ouro Preto)
Eng. MSc. Charles Henrique Xavier Morais Magalhães - Membro (Rede Temática em Engenharia de Materiais)

Geraldo Lúcio de Faria, orientador do trabalho, aprovou a versão final e autorizou seu depósito na Biblioteca Digital de Trabalhos de Conclusão de Curso da UFOP em 18/07/2022



Documento assinado eletronicamente por **Geraldo Lucio de Faria, PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 18/07/2022, às 15:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **0348695** e o código CRC **E8E52EB6**.

PROPOSIÇÃO E AVALIAÇÃO DA EFICÁCIA DE UM MÉTODO DE CONTRASTE POR OXIDAÇÃO SUBCRÍTICA PARA REVELAÇÃO DE GRÃOS AUSTENÍTICOS PRÉVIOS EM AÇOS

RESUMO

A revelação dos contornos de grãos austeníticos prévios em aços é de suma importância para a área de tratamentos térmicos dos aços, pois o tamanho destes grãos influencia a cinética de transformação de fases e, conseqüentemente, a microestrutura e as propriedades do produto final. Para que estes grãos sejam revelados, pode ser necessário a aplicação de diversos tipos de métodos de contraste. Porém, a aplicação e execução destes métodos de caracterização em aços não é simples. Os procedimentos já avaliados e disponíveis na literatura técnica exigem a execução de etapas complexas e que, muitas vezes, podem nem mesmo funcionar para alguns tipos de aços. Atualmente, ainda há a necessidade de se estudar essas técnicas mais profundamente com o objetivo de simplificar procedimentos experimentais e fornecer diretrizes precisas aos usuários desses recursos. Sendo assim, este trabalho teve o objetivo de propor e avaliar a eficácia de um novo método de contraste por oxidação subcrítica para a revelação dos contornos de grãos austeníticos prévios dos aços ABNT 1015, ABNT 1045, ABNT 4340 e TRIP 780. Foi escolhido estes quatro tipos de aços devido à diferença em suas composições químicas, visando obter a relação deste fato com o método proposto para revelação de grãos austeníticos prévios. Para a avaliação da eficácia do novo método, tanto a oxidação subcrítica quanto o ataque químico à base de ácido pícrico, método já consolidado e utilizado como referência, foram empregados nas mesmas amostras. Os tamanhos médios de grãos austeníticos prévios foram medidos considerando-se os dois métodos de contraste. Os valores obtidos foram comparados com o objetivo de avaliar a eficácia do método de oxidação subcrítica. Através dos resultados obtidos concluiu-se o sucesso da técnica proposta nos aços cuja composição tinham teores de elementos de liga significativos, como os aços ABNT 4340 e TRIP 780, conseguindo encontrar de maneira satisfatória os contornos de grãos austeníticos prévios nestes aços em estudo.

Palavras-chave: Contorno de grão austenítico prévio, ataque por oxidação subcrítica, métodos de contraste, revelação de grãos austeníticos prévios, constituintes difusionais.

PROPOSITION AND EFFECTIVENESS EVALUATION OF A SUBCRITICAL OXIDATION CONTRAST METHOD FOR REVEALING PREVIOUS AUSTENITIC GRAINS IN STEEL

ABSTRACT

The revelation of the previous austenitic grain boundaries in steels is extremely important for the heat treatment of steels, since the size of these grains influences the phase transformation kinetics, consequently, the microstructure, and the final product mechanical properties. With the aim to reveal these austenitic grains, it may be necessary to apply various types of contrast methods. However, the application and execution of these characterization methods in steels is not simple. The procedures already evaluated and available in the technical literature require the execution of complex steps that often may not even work for some types of steels. Therefore, currently, there is still a need to further study these techniques in order to simplify experimental procedures and to provide accurate guidance for these resources users. Therefore, this work aimed to propose and evaluate the effectiveness of a new method of contrast by subcritical oxidation to reveal the previous austenitic grain boundaries of ABNT 1015, ABNT 1045, ABNT 4340 and TRIP 780 steels. types of steels due to the difference in their chemical compositions, in order to obtain a relationship between this fact and the proposed method for revealing previous austenitic grains. To evaluate the effectiveness of the new method, both the subcritical oxidation and the chemical attack based on picric acid, a method already consolidated and used as a reference, were used in the same samples. The mean sizes of previous austenitic grains were measured considering the two contrast methods. The values obtained were compared in order to evaluate the effectiveness of the subcritical oxidation method. Through the results obtained, the success of the proposed technique was concluded in steels whose composition had significant alloying elements, such as ABNT 4340 and TRIP 780 steels, successfully finding the previous austenitic grain boundaries in these steels under study.

Keywords: Prior austenite grain boundary, subcritical oxidation etching, contrast methods, revelation of previous austenitic grains, diffusional constituents.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Fluxograma das etapas de preparação metalográfica.....	17
Figura 2.2. Forno elétrico a resistência do tipo tubular desenvolvido pela equipe do LTM – DEMET – EM – UFOP.....	19
Figura 2.3. Exemplo de a) imagem original obtida por MO sem segmentação (aumento de 500x) e (b) com segmentação manual (aumento de 500x).....	20
Figura 2.4. a) imagem com ajuste <i>Threshold</i> , aumento de 500x e (b) grãos identificados e contabilizados pelo <i>software</i> , aumento de 500x.....	21
Figura 3.1. Microestrutura do aço ABNT 1015 em seu estado de entrega, aumento de 200x.....	22
Figura 3.2. Microestrutura do aço ABNT 1045 em seu estado de entrega, aumento de 200x.....	22
Figura 3.3. Microestrutura do aço ABNT 4340 em seu estado de entrega, aumento de 200x.....	23
Figura 3.4. Microestrutura do aço TRIP 780 em seu estado de entrega, aumento de 200x.....	23
Figura 3.5. Microestrutura obtida no aço ABNT 1015 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.....	24
Figura 3.6. Microestrutura obtida no aço ABNT 1045 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.....	25
Figura 3.7. Microestrutura obtida no aço ABNT 4340 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.....	25

Figura 3.8. Microestrutura obtida no aço TRIP 780 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.....	26
Figura 3.9. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1015 através do ataque químico com <i>teepol</i> . (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.....	27
Figura 3.10. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1045 através do ataque químico com <i>teepol</i> . (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.....	27
Figura 3.11. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 4340 através do ataque químico com <i>teepol</i> . (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.....	28
Figura 3.12. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço TRIP 780 através do ataque químico com <i>teepol</i> . (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.....	29
Figura 3.13. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1015 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 500x e (b) Aumento de 1000x.....	30
Figura 3.14. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1045 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 500x.....	30
Figura 3.15. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 4340 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.....	31
Figura 3.16. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço TRIP 780 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.....	31
Figura 3.17. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1015 pela aplicação da técnica de ataque químico <i>teepol</i> ; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico <i>teepol</i>	33

Figura 3.18. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1015 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.....33

Figura 3.19. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1045 pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*.....34

Figura 3.20. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1045 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.....35

Figura 3.21. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 4340 pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*.....36

Figura 3.22. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 4340 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.....36

Figura 3.23. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço TRIP 780 pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*.....37

Figura 3.24. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço TRIP 780 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.....37

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Composição química dos aços estudados (% em massa).....	16
Tabela 2.2. Quantidade de HCl e tempo de ataque definido para cada aço (PIMENTA <i>et al.</i> , 2018).....	18
Tabela 3.1. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço ABNT 1015.....	34
Tabela 3.2. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço ABNT 1045.....	35
Tabela 3.3. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço ABNT 4340.....	36
Tabela 3.4. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço TRIP 780.....	37

LISTA DE SIGLAS

ABNT: Associação Brasileira de Normas Técnicas

A_{c1} : Temperatura de início de formação da austenita no aquecimento contínuo

A_{c3} : Temperatura de fim de formação da austenita no aquecimento contínuo

ASTM: American Society for Testing and Materials

DEMET: Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

EM: Escola de Minas

LTM: Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica

M.O.: Microscópio Óptico

TRIP: Transformation Induced Plasticity

UFOP: Universidade Federal de Ouro Preto

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
2 MATERIAIS E MÉTODOS.....	16
2.1 Materiais	16
2.2 Procedimentos Experimentais.....	17
2.2.1 Caracterização do estado de entrega das amostras.....	17
2.2.2 Tratamento térmico de têmpera em água	17
2.2.3 Ataque químico “ <i>Teepol</i> ”	18
2.2.4 Ataque térmico de oxidação subcrítica após têmpera	19
2.2.5 Medição do tamanho médio dos grãos austeníticos	20
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	21
3.1 Caracterização Microestrutural do Estado de Entrega.....	21
3.3 Resultados Alcançados com as Técnicas Utilizadas para Revelar o Contorno de Grão Austenítico	26
3.3.1 Ataque químico por imersão com reativo à base de ácido pícrico (<i>Teepol</i>) ..	26
3.4 Avaliação do Tamanho Médio dos Grãos Austeníticos Prévios Revelados	32
3.4.1 Tamanho médio dos grãos austeníticos prévios obtidos	32
4 CONCLUSÕES	38
5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	40

1 INTRODUÇÃO

O conhecimento a respeito do tamanho de grão austenítico prévio em aços é muito importante, porque através de sua determinação pode-se prever parâmetros metalúrgicos que influenciarão em sua microestrutura final, propriedades mecânicas, elétricas e magnéticas dos aços após seu resfriamento. Portanto, quanto menor for o tamanho dos grãos austeníticos prévios, haverá maior favorecimento da cinética de nucleação e crescimento de constituintes difusionais durante o resfriamento, refinando a microestrutura. Após realizar o resfriamento contínuo, obtém-se uma microestrutura que confere aos aços propriedades que serão importantes para seu desempenho em etapas posteriores (GARCÍA de ANDRÉS *et al.*, 2002; MARTINS, 2013; NAKAMURA *et al.*, 1990; SCHREIMAN *et al.*, 2003).

Vale ressaltar que ao aquecer aços eutetóides em temperaturas acima de A_{c1} , ocorre uma transformação de fase, consistindo assim na formação da austenita. Já em aços hipoeutetóides, a austenitização tem início em A_{c1} e só termina quando se atinge a temperatura A_{c3} . Esta transformação de fases é conhecida como austenitização e ela é de grande importância comercial, porque os aços são frequentemente processados no campo de estabilidade da fase austenita em algumas etapas de processos industriais importantes (OLIVEIRA, 2005). Dependendo das condições de austenitização dos aços, os grãos austeníticos tendem a crescer e, com isso, certamente influenciarão importantes propriedades dos aços, conforme mencionado anteriormente.

Segundo Zhang *et al.* (1993), o desenvolvimento de técnicas de ataque efetivas para revelar contornos de grão austeníticos prévios em aços que possuem diferentes composições químicas, propriedades e microestruturas, tem grande importância em várias áreas de desenvolvimento de produtos para aplicações diversas. Todavia, revelar contornos de grãos austeníticos em aços médio carbono microligados tem sido um processo difícil (GARCÍA de ANDRÉS *et al.*, 2001).

Sendo assim, diferentes técnicas metalográficas e tratamentos térmicos de pós-austenitização são utilizados para identificar evidências dos grãos austeníticos prévios à temperatura ambiente. Dentre estas técnicas, pode-se citar o ataque químico, que se utiliza de um reativo químico baseado em solução aquosa saturada de ácido pícrico combinado

com um agente umectante para realizar o ataque (ataque usualmente denominado “*Teepol*”) (GARCÍA de ANDRÉS *et al.*, 2001).

Ferdian *et al.* (2013) estudaram de forma mais aprofundada esta técnica de ataque químico e propuseram a utilização de um agente umectante na solução saturada em ácido pícrico com o intuito de melhorar a revelação dos contornos de grãos austeníticos de um aço baixo-carbono deformado a quente. O resultado encontrado pelo autor foi satisfatório, visto que o uso desta condição de ataque tornou os contornos de grãos austeníticos mais evidentes.

Para aços alta liga, principalmente aqueles com alto teor de cromo em sua composição, a adição de ácido clorídrico na solução saturada em ácido pícrico é de suma importância. Brewer *et al.* (1991) afirmam que quanto maior a quantidade de carbono contido na liga, menor a quantidade de ácido clorídrico requerida na solução.

Pimenta *et al.* (2021) basearam-se no carbono equivalente de sete tipos de aços para avaliarem diferentes formulações do reativo *teepol* para estes materiais, variando a concentração de HCl e tempos de ataque, visando a determinação da condição mais eficiente para cada um deles. Os autores conseguiram obter de maneira muito satisfatória uma tabela e equação de regressão linear múltipla que apresenta o tempo ideal de ataque em função do carbono equivalente do aço e da concentração de HCl mais recomendada para os aços estudados.

Além deste método de revelação, existem dois outros importantes e muito utilizados para revelar os contornos de grão austeníticos que são citados por García de Andrés *et al.* (2001), que são revelação por ataque por oxidação e ataque térmico.

García de Andrés *et al.* (2001) citam que o ataque por oxidação se baseia em aquecer uma determinada amostra com superfície polida em um forno possuindo uma atmosfera oxidante. A revelação dos contornos de grão austeníticos prévios é devida tanto por acúmulo de óxidos, quanto por descarbonetação preferencial na região de interesse.

Um método muito eficiente para a revelação de contornos de grãos austeníticos prévios em aços ABNT 1030 e ABNT 4340 foi estudado por Moreira *et al.* (2016) e Faria *et al.* (2018). Esta técnica baseia-se no aquecimento das amostras pré-polidas até uma determinada temperatura, onde a austenita é estável, em um forno com atmosfera inerte,

no qual tem-se um controle da oxidação pela passagem contínua de gás de argônio causando uma oxidação preferencial na região dos grãos austeníticos prévios (baixa pressão parcial de oxigênio). Após um determinado tempo de permanência das amostras no forno, estas foram submetidas a um tratamento térmico de têmpera em água à temperatura ambiente. Posteriormente, as amostras foram levemente polidas e atacadas com o objetivo de tornar mais nítidos os contornos de grãos austeníticos revelados. Os referidos autores citam que este foi o método mais eficaz para revelar os contornos de grãos austeníticos prévios dos aços em questão, em relação a todas as técnicas avaliadas pelos mesmos.

O método de oxidação subcrítica para a revelação de grãos austeníticos prévios em aços consiste em submeter as amostras, após as mesmas passarem pelo tratamento térmico de têmpera e devida preparação metalográfica, à um aquecimento em um forno com atmosfera inerte onde existe a passagem contínua de gás argônio para gerar uma oxidação preferencial nos contornos de grãos austeníticos prévios. Este aquecimento das amostras é abaixo de Ac_1 , na faixa de temperatura de 600 a 660°C, e após as mesmas ficarem um determinado tempo na temperatura requerida, as amostras foram resfriadas dentro do próprio forno sob uma maior vazão de argônio até atingirem temperaturas da ordem de 100°C, sendo a partir de então resfriadas ao ar natural até a temperatura ambiente. Devido ao fato dos contornos de grãos austeníticos prévios serem regiões de alta energia, o oxigênio consegue se difundir mais facilmente no aço, gerando a oxidação destas áreas e conseqüentemente, delineando os contornos de grãos austeníticos prévios.

Ao longo dos anos, percebe-se que existe um grande esforço para o desenvolvimento de métodos e técnicas mais simples e eficazes para se revelar os grãos austeníticos prévios em diferentes tipos de aço. Devido à grande importância desse parâmetro no desenvolvimento de processos, este trabalho visa propor e avaliar a eficácia de um método de contraste por oxidação subcrítica para a revelação de grãos austeníticos prévios para os aços ABNT 1015, ABNT 1045, ABNT 4340 e TRIP 780.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Para a realização dos experimentos deste presente trabalho foram utilizados quatro tipos de aços, com diferentes composições químicas, a fim de propor e avaliar a eficácia de um método de contraste por oxidação subcrítica para a revelação de grãos austeníticos prévios. A Tabela 2.1 mostra a composição química das amostras medidas pela técnica de espectrometria de emissão óptica. O equipamento utilizado para este fim foi um espectrômetro da *Oxford Instruments*, modelo *Foundry – Master Xpert* do Laboratório de Fundição do DEMET - UFOP.

Tabela 2.1 Composição química dos aços estudados (% em massa).

Aço	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Nb	Ti	V
ABNT 1015	0,156	0,16	0,611	0,02	0,026	0,029	0,013	0,025	0,005	0,001	0,003
ABNT 1045	0,469	0,234	0,7	0,02	0,015	0,028	0,019	0,018	0,004	0,001	0,002
ABNT 4340	0,411	0,273	0,703	0,030	0,012	0,711	0,224	1,640	0,008	0,003	0,006
TRIP 780	0,226	1,32	1,631	0,026	0,0014	0,034	0,017	0,011	0,002	0,003	0,004

O aço ABNT 1015 apresenta baixo teor de carbono e não possui adição significativa de elementos de liga. Já o aço ABNT 1045 também é um aço ordinário, porém médio carbono. Sendo assim, ao comparar esses dois tipos de aços será possível, de certa forma, avaliar a eficácia do método em estudo para aços comuns com diferentes teores de carbono. Já o aço ABNT 4340 possui o teor de carbono semelhante ao do aço ABNT 1045, mas o mesmo é um aço ligado e com teores significativos de cromo, molibdênio e níquel. O aço TRIP 780 apresenta baixo teor de carbono, mas alto teor de manganês e silício.

2.2 Procedimentos Experimentais

2.2.1 Caracterização do estado de entrega das amostras

As amostras dos aços ABNT 1015, ABNT 1045, ABNT 4340 e TRIP 780 foram inicialmente caracterizadas com o intuito de se conhecer a microestrutura inicial das mesmas. Ambas passaram pela etapa de preparação metalográfica consistindo em: desbaste com lixa de cinta grão 80#; lixamento em lixas 120, 220, 320, 400, 600 e 1200#; polimento com suspensão aquosa de alumina de 1 micrometro e pastas de diamante de 1 micrometro e 0,25 micrometro. Em seguida, as amostras foram atacadas quimicamente com o reativo Nital 4%. Este que é composto por 96% de álcool etílico e 4% de ácido nítrico. Logo após o ataque químico, as amostras foram levadas a um M.O. para analisar as microestruturas. Um fluxograma que representa as etapas descritas anteriormente é mostrado na Figura 2.1.

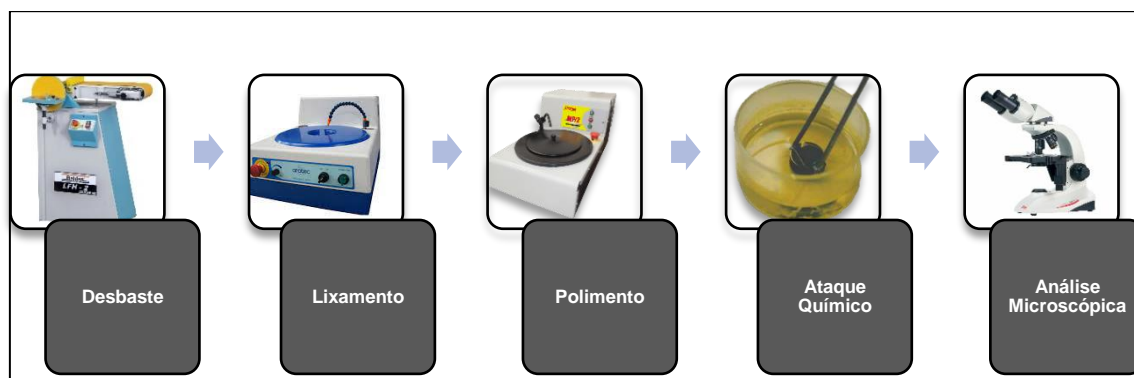


Figura 2.1. Fluxograma das etapas de preparação metalográfica.

As imagens de microestrutura dos aços em questão, com aumentos de 100, 200, 500 e 1000 vezes foram obtidas por meio de um M.O. LEICA DM2700M presente no LTM – DEMET – EM – UFOP. Este equipamento possui uma câmera de vídeo acoplada da marca LEICA, modelo MC170HD.

2.2.2 Tratamento térmico de têmpera em água

Ao realizar a caracterização das amostras no estado de entrega, as mesmas passaram por um tratamento térmico de têmpera em água objetivando alcançar uma microestrutura majoritariamente martensítica. Este procedimento consistiu em aquecer as amostras a uma temperatura de 1000°C por 25 minutos, pois este tempo foi suficiente

para garantir a austenitização completa de todas as amostras. Após esta etapa, as amostras foram resfriadas rapidamente em água à temperatura ambiente, com o intuito de realizar um tratamento térmico de têmpera.

Uma nova caracterização foi realizada e, posteriormente, obtidas imagens das microestruturas temperadas, permitindo assim que avaliações a respeito dos produtos dos tratamentos térmicos de cada amostra fossem feitas. Para este fim, cada amostra temperada foi metalograficamente preparada, desde o lixamento (com lixas de 120, 220, 320, 400, 600 e 1200#), até o polimento (com suspensão de alumina 1 μ m e pastas de diamante de 1 μ m e 0,25 μ m), finalizando com um ataque químico usando o reativo Nital 4%.

2.2.3 Ataque químico “Teepol”

Pimenta *et al.* (2018) realizaram um estudo onde foi possível identificar a concentração ideal de HCl no reagente *Teepol* e tempo de ataque para os sete aços do seu estudo. Partindo deste estudo, foi tomado como referência a condição ideal proposta pelos autores para os aços ABNT 1015, ABNT 1045 e ABNT 4340. A Tabela 2.2 mostra a quantidade de HCl e os tempos de ataque para cada aço obtido pelos autores mencionados anteriormente.

Tabela 2.2. Quantidade de HCl e tempo de ataque definido para cada aço (PIMENTA *et al.*, 2018).

Aço	Concentração de HCl (mL)	Tempo de Ataque (s)
ABNT 1015	1,0	120
ABNT 1045	1,0	180
ABNT 4340	1,0	180

Para o aço TRIP 780, não se sabia ao certo a quantidade correta de HCl e tempo de ataque, não havendo referências na literatura a este respeito. Portanto, para este aço foram feitas diversas tentativas de ataque variando-se a concentração de ácido clorídrico e o tempo de ataque para a determinação da melhor condição para revelação dos contornos de grãos austeníticos prévios.

O reativo químico de base que foi utilizado para o ataque foi composto por 3g de ácido pícrico, 240mL de água destilada, 10 gotas de detergente neutro e a ideal quantidade de HCl para cada tipo de aço, conforme Tabela 2.2.

Após cada ataque, foi realizada a avaliação e a captura das microestruturas de cada uma das amostras por meio da utilização do M.O. LEICA DM2700M com câmera de vídeo acoplada da marca LEICA, modelo MC170HD.

2.2.4 Ataque térmico de oxidação subcrítica após têmpera

Após as amostras passarem pelo tratamento térmico de têmpera, as mesmas foram metalograficamente preparadas passando pela desbastadora elétrica com uma lixa de cinta 80#; lixamento a úmido, com sequência de lixas: 120, 220, 320, 400, 600 e 1200# e polimento com pasta de alumina em suspensão de 1 μ m, pasta de diamante de 1 μ m e 0,25 μ m. Para a continuidade do procedimento, concluídos os processos de lixamento e polimento, as amostras dos quatro aços foram levadas a um forno tubular mostrado na Figura 2.2 para a realização do ataque térmico em uma atmosfera inerte (com baixa pressão parcial de O₂ em função da injeção de argônio).



Figura 2.2. Forno elétrico a resistência do tipo tubular desenvolvido pela equipe do LTM – DEMET – EM – UFOP.

O procedimento experimental consistiu em colocar as amostras no forno tubular, com a injeção de gás inerte para o controle da oxidação, aquecê-lo e monitorar a temperatura por meio de um termopar posicionado na amostra para que se atingisse a temperatura requerida abaixo de Ac₁. Desta forma, desejou-se que a amostra apenas tenha uma oxidação preferencial para promover a identificação dos contornos de grão austeníticos prévios. Após atingir a temperatura requerida e o tempo suficiente para a

execução do ensaio, a amostra foi resfriada dentro do próprio forno sob uma maior vazão de argônio até que temperaturas da ordem de 100°C fossem atingidas, sendo a partir de então resfriadas ao ar natural até a temperatura ambiente.

2.2.5 Medição do tamanho médio dos grãos austeníticos

Após as amostras serem submetidas aos métodos para a revelação dos contornos de grãos austeníticos prévios, elas foram levadas ao M.O. descrito anteriormente para a aquisição das imagens. Foi realizada uma varredura sobre a superfície dos aços com o objetivo de encontrar regiões que apresentem uma maior concentração de contornos revelados de forma nítida e bem delineados.

Foram selecionados campos na superfície das amostras para obtenção de imagens com aumentos de 100, 200, 500 e 1000 vezes. E um trabalho de segmentação manual dos contornos de grãos austeníticos prévios revelados foi realizado pelo autor deste presente trabalho, contornando manualmente estes contornos revelados através do *software* de edição de imagens *Microsoft Paint* como é ilustrado na Figura 2.3.

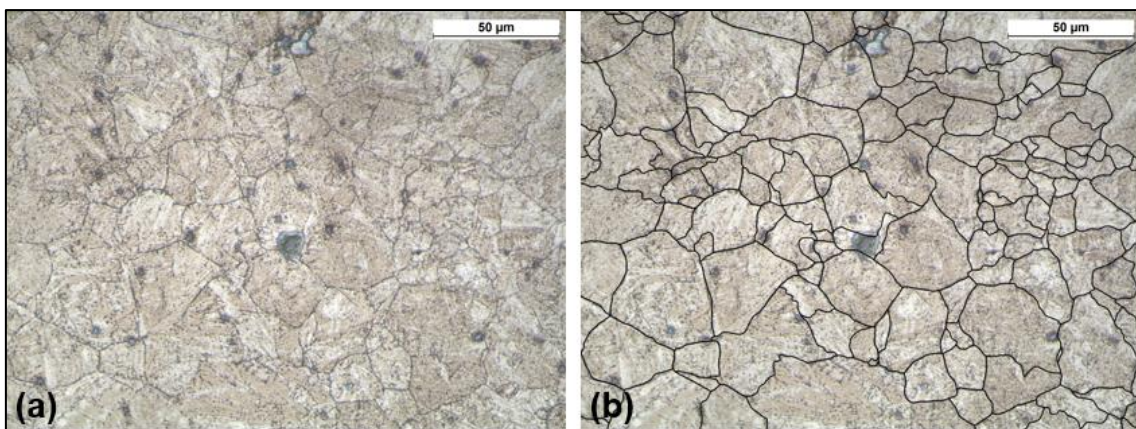


Figura 2.3. Exemplo de a) imagem original obtida por MO sem segmentação (aumento de 500x) e (b) com segmentação manual (aumento de 500x).

Após realizar a segmentação de todas as imagens, cada uma delas foi processada em um *software* denominado *ImageJ*. Neste processamento das imagens pelo *software*, foi realizado um ajuste de “*Threshold*” para evidenciar os contornos de grão para a quantificação, como mostra a Figura 2.4(a). Após este ajuste, foi iniciado o processo de quantificação dos grãos da amostra e chegou-se em um resultado como mostra a Figura 2.4(b). Os grãos que se encontram nas extremidades das imagens e não possuem seus contornos fechados, foram desconsiderados, pois não se sabe de maneira exata o tamanho

correto dos mesmos, como é possível observar na Figura 2.4(b). Para a execução das medições dos tamanhos dos grãos austeníticos prévios, foi utilizado o método do diâmetro equivalente médio, este que consistiu em medir a área de cada grão e aproximá-la por uma circunferência, estimando assim o diâmetro equivalente de cada grão. Para isso, foi feito o uso da norma internacional ASTM E1382-17.

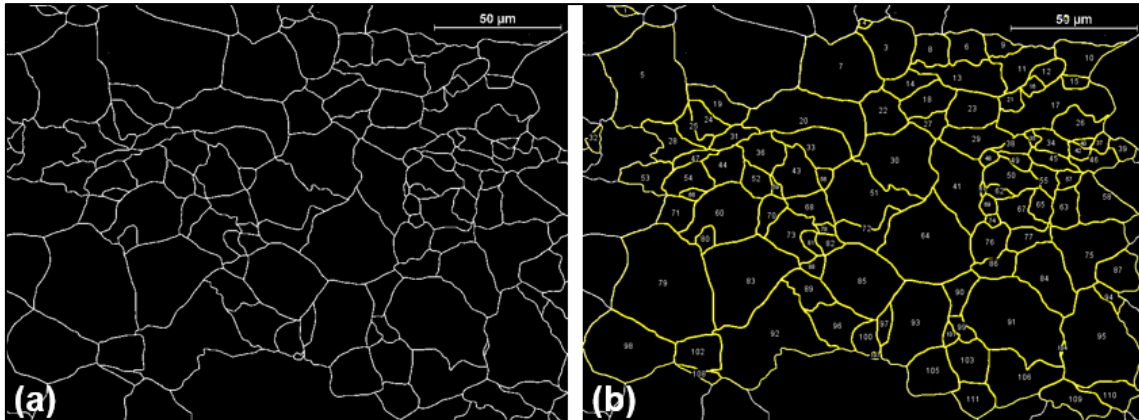


Figura 2.4. a) imagem com ajuste *Threshold*, aumento de 500x e (b) grãos identificados e contabilizados pelo *software*, aumento de 500x.

É importante ressaltar que em cada amostra foi utilizado apenas um aumento para realizar a avaliação do tamanho médio dos grãos. Sendo assim, foi utilizado em cada amostra o aumento que proporcionava uma quantidade representativa de contornos de grão fáceis de serem segmentados, evitando assim que contornos errados fossem segmentados. Para que as medidas fossem representativas, foram analisados dez campos diferentes em cada amostra.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Microestrutural do Estado de Entrega

Com o intuito de verificar e conferir a correspondência de cada amostra com sua respectiva denominação, as amostras dos aços ABNT 1015, ABNT 1045, ABNT 4340 e TRIP 780 entregues para a realização do estudo passaram pelas etapas mencionadas no tópico 2.2.1.

Segundo a composição dos aços ABNT 1015, o mesmo pode ser denominado como um aço que possui baixo teor de carbono, o que explica uma microestrutura ferrita-

perlita quando normalizado, evidenciando uma maior fração de ferrita. A microestrutura revelada é compatível com a denominação do aço da amostra recebida, conforme ilustra a Figura 3.1.

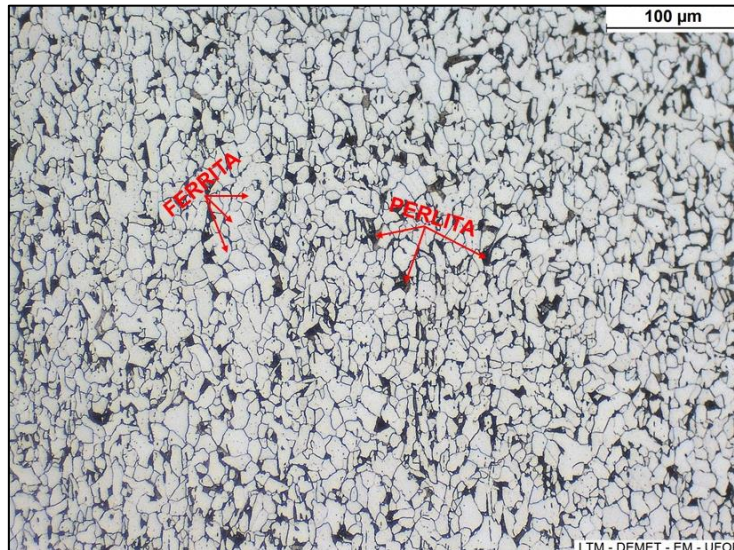


Figura 3.1. Microestrutura do aço ABNT 1015 em seu estado de entrega, aumento de 200x.

A Figura 3.2 mostra a microestrutura do aço ABNT 1045 e sua microestrutura é constituída majoritariamente por perlita e possui ferrita de contorno de grão (alotriomórfica), isto é compatível com a composição química média de carbono deste aço quando normalizado.

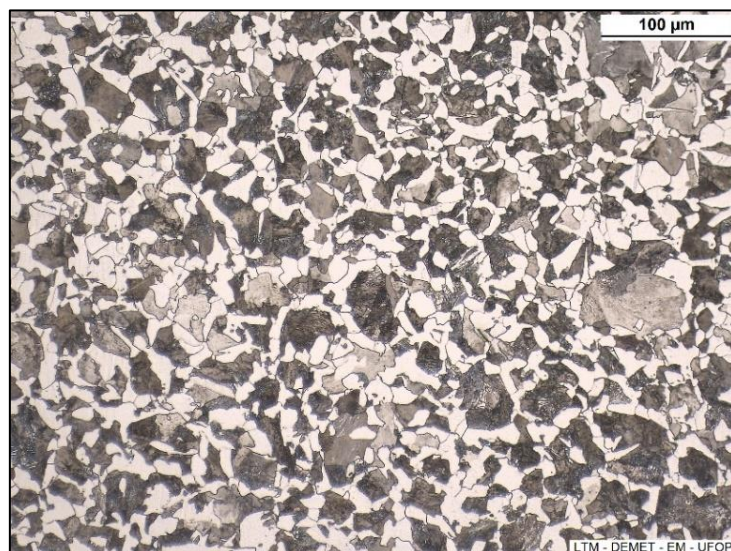


Figura 3.2. Microestrutura do aço ABNT 1045 em seu estado de entrega, aumento de 200x.

O aço ABNT 4340 possui um teor considerável de níquel, cromo e molibdênio e um teor médio de carbono que proporciona uma alta temperabilidade. Sua microestrutura

é constituída majoritariamente por martensita e bainita, mesmo quando normalizado. Sendo assim, por meio da Figura 3.3 é possível perceber uma microestrutura coerente para o aço ABNT 4340.

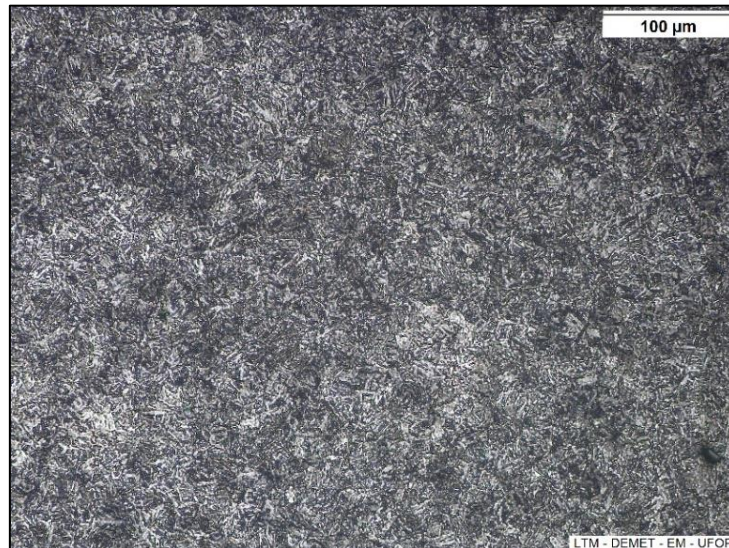


Figura 3.3. Microestrutura do aço ABNT 4340 em seu estado de entrega, aumento de 200x.

A microestrutura do aço TRIP 780 é composta basicamente por ferrita-perlita. Este fato é comprovado na Figura 3.4. Esta não é a microestrutura típica esperada para um aço TRIP em seu estado acabado. Entretanto, a amostra avaliada neste projeto de pesquisa foi coletada em um estágio intermediário do processo de laminação a quente, sendo ela resfriada ao ar. Neste contexto, esperar-se-ia mesmo uma microestrutura com as características mostradas na Figura 3.4.

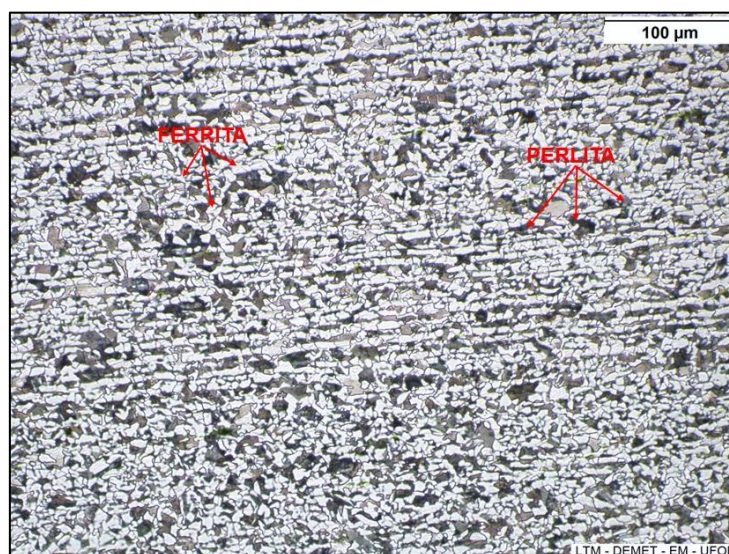


Figura 3.4. Microestrutura do aço TRIP 780 em seu estado de entrega, aumento de 200x.

3.2 Análise do Tratamento Térmico de Têmpera em Água

Após finalizar o tratamento térmico de têmpera em água nas amostras em estudo, as mesmas foram avaliadas a fim de confirmar a efetividade do tratamento térmico, este que é fundamental para a eficácia do ataque químico e térmico que foram realizados posteriormente.

Na Figura 3.5 é possível identificar a amostra do aço ABNT 1015 onde observa-se a formação de ferrita de contorno de grão, ferrita de Widmanstätten, bainita e uma pequena parcela de martensita. A amostra do aço ABNT 1045 foi possível identificar uma microestrutura majoritariamente martensítica com ferrita de contorno de grão, conforme ilustra a Figura 3.6. Já no aço ABNT 4340 temos a microestrutura composta majoritariamente por martensita e no aço TRIP 780 também ocorre essa microestrutura, mas havendo uma pequena fração de bainita e austenita retida, Figuras 3.7 e 3.8 respectivamente.

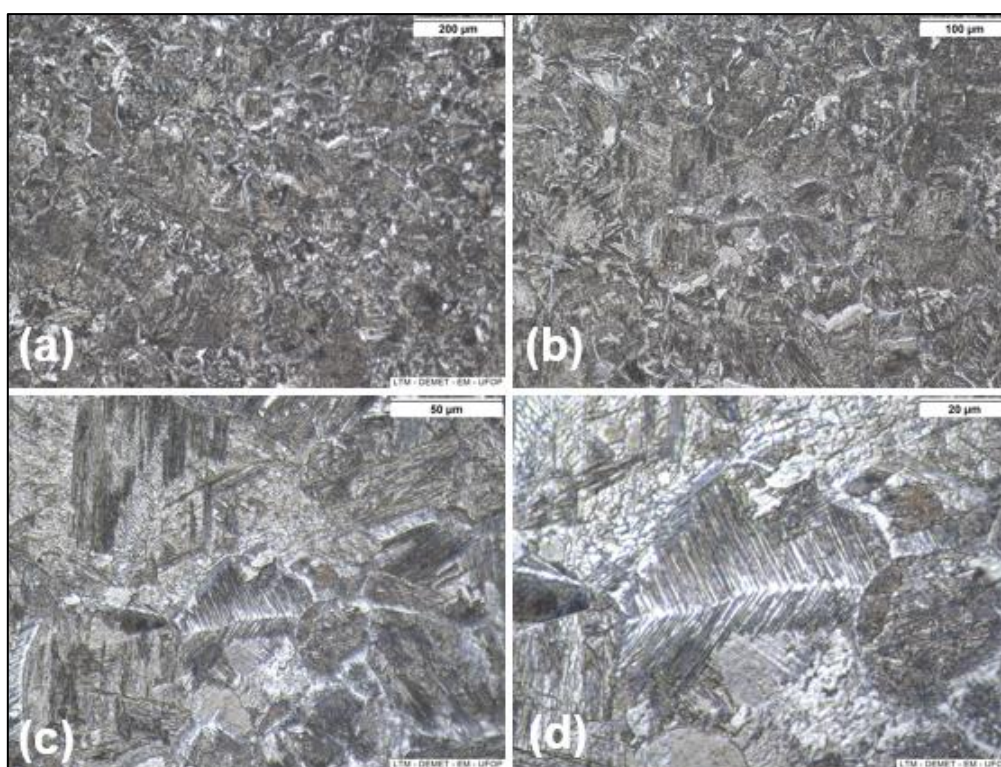


Figura 3.5. Microestrutura obtida no aço ABNT 1015 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.

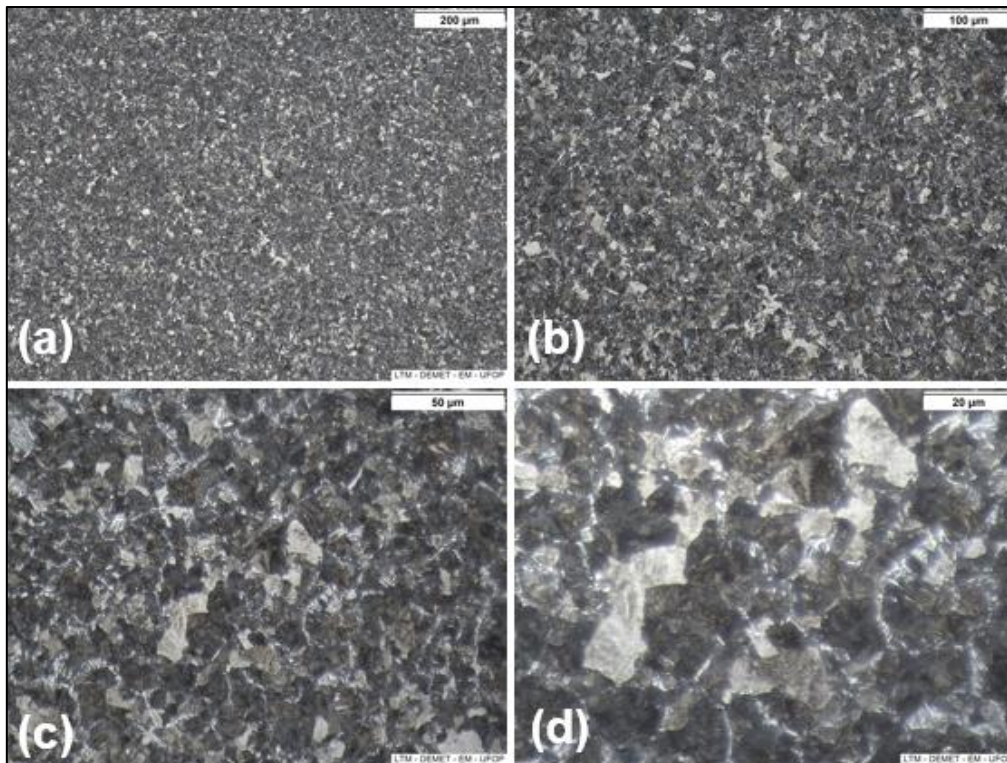


Figura 3.6. Microestrutura obtida no aço ABNT 1045 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.

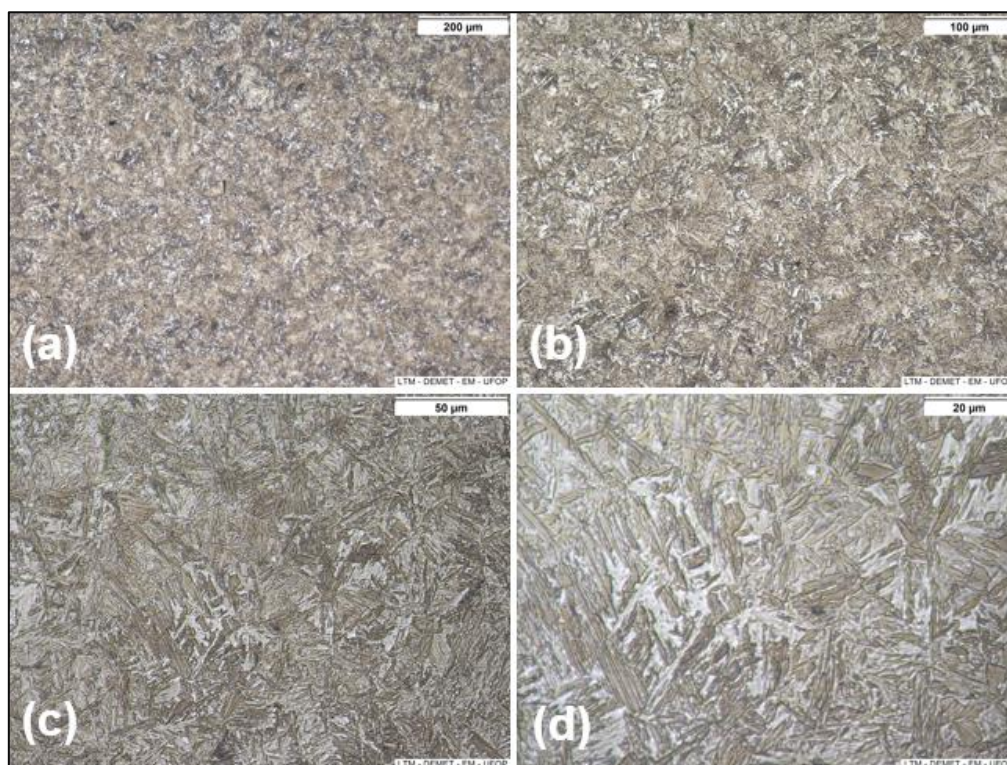


Figura 3.7. Microestrutura obtida no aço ABNT 4340 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.

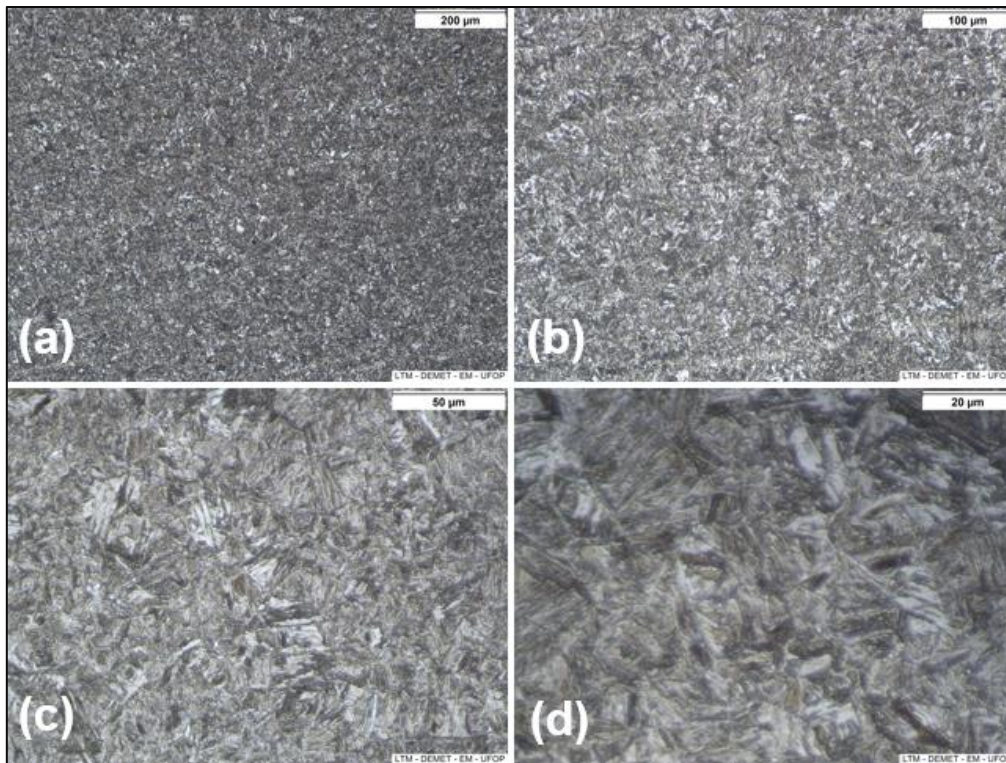


Figura 3.8. Microestrutura obtida no aço TRIP 780 após o tratamento térmico de têmpera. (a) Aumento 100x, (b) Aumento de 200x, (c) Aumento de 500x e (d) Aumento de 1000x.

3.3 Resultados Alcançados com as Técnicas Utilizadas para Revelar o Contorno de Grão Austenítico

3.3.1 Ataque químico por imersão com reativo à base de ácido pícrico (*Teepol*)

Rodrigues *et al.* (2015), citam que durante a execução de seus experimentos com reativos à base de ácido pícrico foi observado que a técnica não proporciona um ataque homogêneo e que fatores como o tempo de ataque e composição química do reativo, especialmente a quantidade de ácido clorídrico (HCl), influenciam nos resultados obtidos.

Para a realização do ataque químico no aço ABNT 1015, a composição do reativo foi de 0,5mL de HCl e o tempo de ataque foi de 40 segundos. Vale ressaltar que tanto a quantidade de HCl quanto o tempo de ataque se diferenciam da técnica proposta por Pimenta *et al.* (2018) para este mesmo tipo de aço. O aço ABNT 1015 possui baixa temperabilidade e mesmo a têmpera ocorrendo em água, há uma formação significativa de bainita e de ferrita de Widmanstätten e alotriomórfica nos contornos de grão austeníticos (MENDES *et al.*, 2018). Quando estas áreas são atacadas pelo reativo

químico *teepol*, evidenciam o contorno de grão austenítico prévio, devido ao fato destas regiões serem de alta energia. As Figuras 3.9(a) e 3.9(b) mostram uma delineação mais espessa após o ataque químico, indicando assim a presença de constituintes difusionais formados durante o resfriamento no aço em questão.

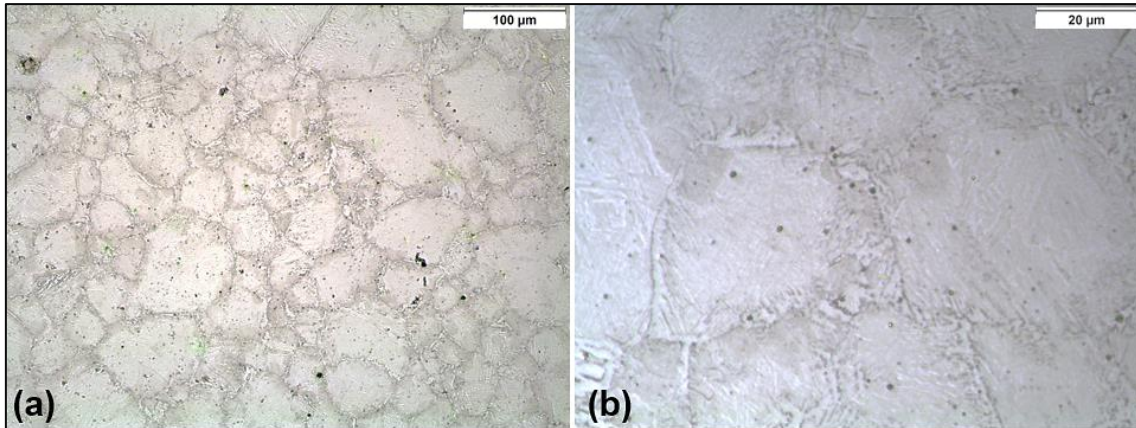


Figura 3.9. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1015 através do ataque químico com *teepol*. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.

Assim como é para o aço ABNT 1015, o aço ABNT 1045 apresenta a presença de constituintes difusionais no contorno de grão, facilitando a revelação do contorno de grão da austenita prévia. A Figura 3.10 mostra o resultado obtido no aço ABNT 1045 após o ataque químico com o reativo *teepol* composto por 1,0mL de HCl e durante o tempo de 20 segundos. Isto mostra que foi possível obter a revelação do grão austenítico prévio utilizando a mesma quantidade de HCl proposto por Pimenta *et al.* (2018), porém o tempo de ataque foi menor que o sugerido pelos autores.

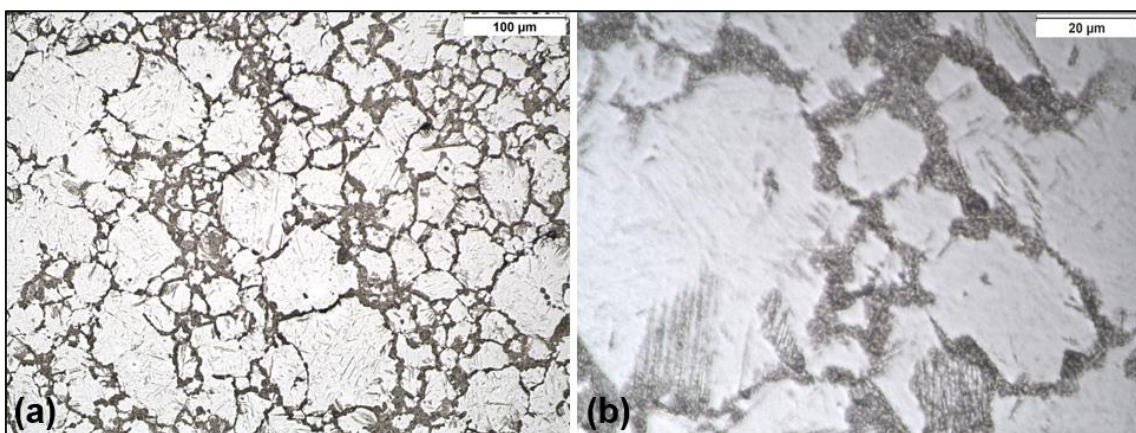


Figura 3.10. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1045 através do ataque químico com *teepol*. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.

Por possuir maior quantidade de elementos de liga e, alguns com baixa solubilidade na austenita, por exemplo Si, P, Cr e Mo, o aço ABNT 4340 pode apresentar considerável segregação destes constituintes nos contornos de grão austenítico (FERDIAN *et al.*, 2013; KUZMINA *et al.*, 2015; NASIM *et al.*, 2000). Sendo assim, os resultados obtidos para o aço ABNT 4340, como é mostrado pela Figura 3.11, mostram uma grande eficácia da técnica. A concentração de HCl e o tempo de ataque químico foi o mesmo utilizado por Pimenta *et al.* (2018).

É perceptível na Figura 3.11 (a) que os contornos dos grãos ficaram bem delineados. Porém, nota-se a presença de pites de corrosão na superfície do material causados pelo ataque químico. Pela Figura 3.11 (b) nota-se uma melhor visualização dos contornos de grãos. Contudo, é possível notar que em algumas regiões os contornos de grão austenítico prévio não foram revelados completamente e, ao se fazer uma análise mais cuidadosa, constatou-se que este ataque químico começou a revelar também a microestrutura martensítica presente no aço, mas este fato não interferiu no resultado.

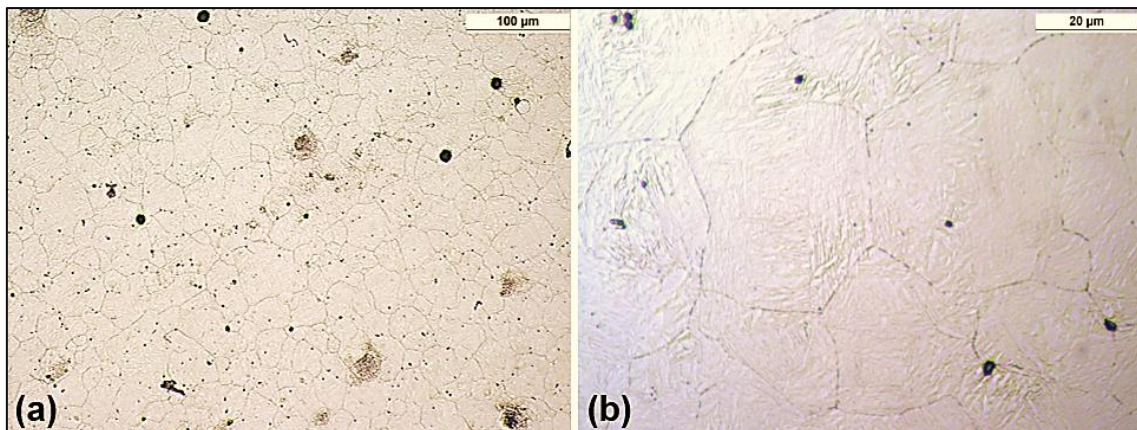


Figura 3.11. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 4340 através do ataque químico com *teepol*. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.

Segundo García de Andrés *et al.* (2001), ao aplicar reativos a base de ácido pícrico em aços microligados ou ligados, como é o caso dos aços ABNT 4340 e TRIP 780, ocorre uma tendência destes reativos reagirem com os elementos químicos segregados no contorno de grão austenítico durante o processo de austenitização e que, no resfriamento rápido, não conseguiram difundir para o volume do grão. Sendo assim, estas regiões são mais susceptíveis à ação do reativo, devido ao fato delas possuírem alta energia, e assim, evidencia onde estava o contorno de grão austenítico.

Para o aço TRIP 780, o ataque químico foi realizado de forma a se encontrar a melhor quantidade de HCl e tempo de ataque, onde foi possível utilizar 0,5mL de HCl e um tempo de ataque de 60 segundos. A Figura 3.12 mostra os resultados obtidos para este ataque. Nota-se que foi possível revelar o contorno de grão austenítico prévio no aço em questão, mas percebe-se a formação de bainita em alguns pontos da região do delineamento do grão e o ataque começou a revelar parte da estrutura martensítica presente no material.

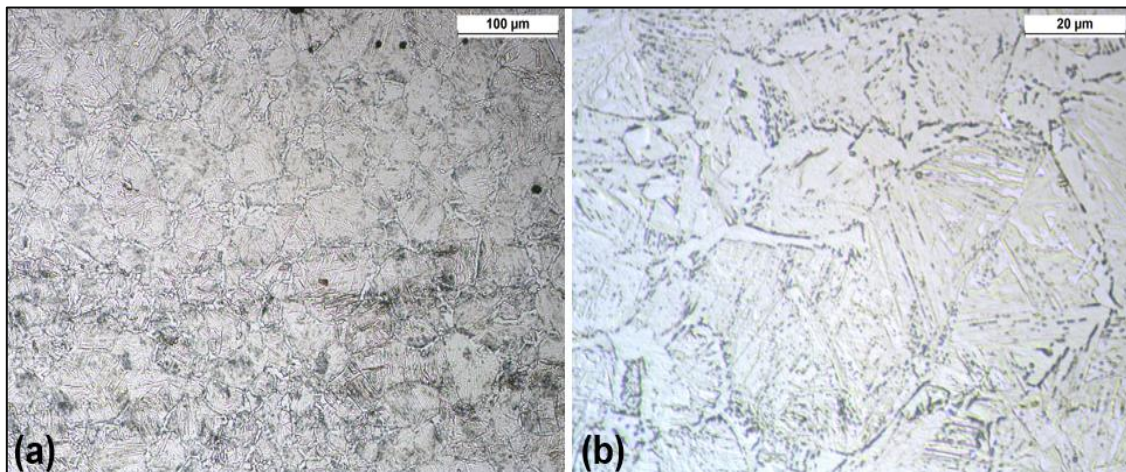


Figura 3.12. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço TRIP 780 através do ataque químico com *teepol*. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.

3.3.2 Ataque térmico de oxidação subcrítica após têmpera

Conforme mencionado no tópico 2.2.4, a técnica de ataque térmico de oxidação subcrítica tem como objetivo aquecer a amostra em uma temperatura abaixo de A_{c1} por um determinado intervalo de tempo sob a injeção de gás inerte para que a oxidação fosse preferencial na região do contorno de grão austenítico prévio.

Para o aço ABNT 1015, o ataque térmico de oxidação subcrítica foi em uma faixa de temperatura de 630 a 650°C durante cinco minutos. Após a amostra ser resfriada, ela foi submetida ao ataque de Nital 4% durante 15 segundos com o intuito de auxiliar na melhor revelação dos grãos.

Os resultados obtidos para o aço ABNT 1015 mostraram uma baixa eficiência deste ataque para este material, não evidenciando de maneira satisfatória os delineamentos dos contornos de grãos austeníticos prévios. Este ataque acabou

evidenciando a formação significativa de bainita e ferrita de Widmanstätten presentes no aço, conforme é possível observar na Figura 3.13.

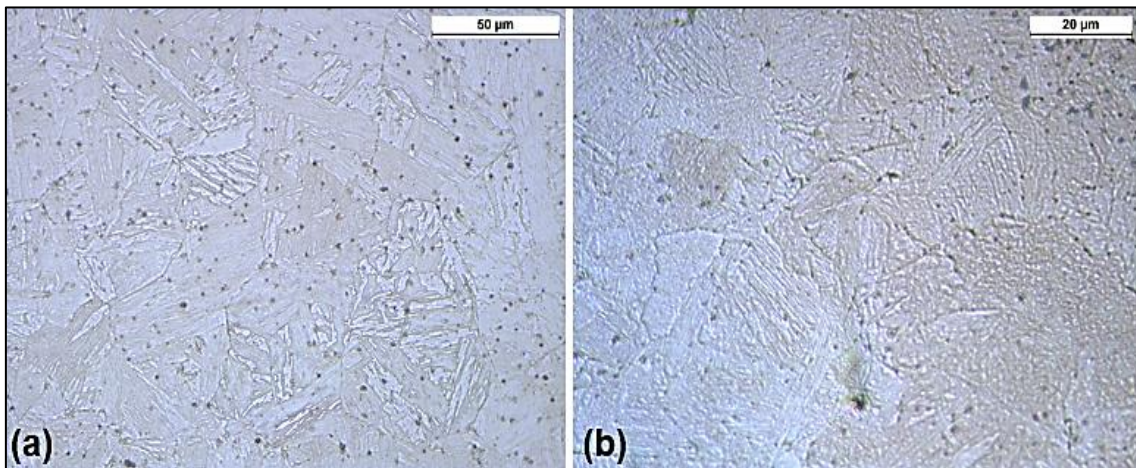


Figura 3.13. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1015 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 500x e (b) Aumento de 1000x

A Figura 3.14 mostra o resultado do ataque térmico em questão no aço ABNT 1045 utilizando uma temperatura de 640°C durante doze minutos. É possível notar que a amostra permaneceu por um elevado tempo em contato com a atmosfera oxidante gerando a oxidação exagerada em alguns pontos dos contornos de grãos austeníticos, ocasionando assim uma dificuldade em segmentar os grãos austeníticos prévios, conforme ilustra a Figura 3.14(b).

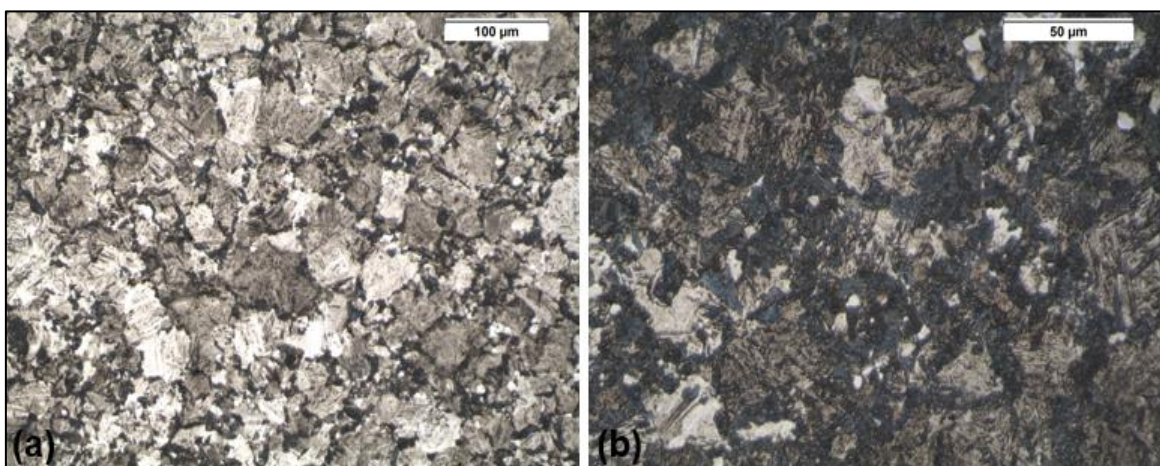


Figura 3.14. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 1045 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 500x.

Como citado anteriormente, o aço ABNT 4340 apresenta quantidade satisfatória de elementos de liga em sua composição e alguns destes possuem baixa solubilidade na

austenita, fazendo com que ocorra considerável segregação de constituintes nos contornos de grão austenítico prévio. Portanto, pode-se observar na Figura 3.15 que o ataque térmico de dois minutos na faixa de temperatura de 600 a 658°C e após passar por um ataque de Nital 4% durante cinco segundos foi o suficiente para revelar de maneira satisfatória os contornos de grãos austeníticos do aço em questão.

Para os aços TRIP 780, o ataque térmico ocorreu na faixa de temperatura de 640 a 660°C durante dois minutos. Conforme é possível observar na Figura 3.16, este ataque ocorreu de maneira muito satisfatória, revelando de maneira clara as delineações dos contornos de grãos austeníticos presentes no aço. Também foi possível observar a revelação de algumas estruturas martensíticas, mas estas não atrapalharam na identificação dos contornos de grão austeníticos.

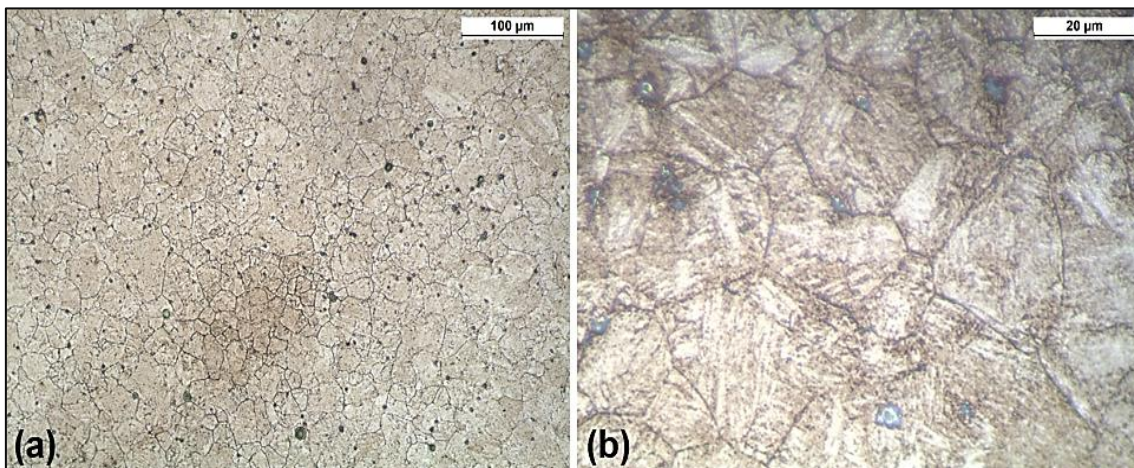


Figura 3.15. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço ABNT 4340 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.

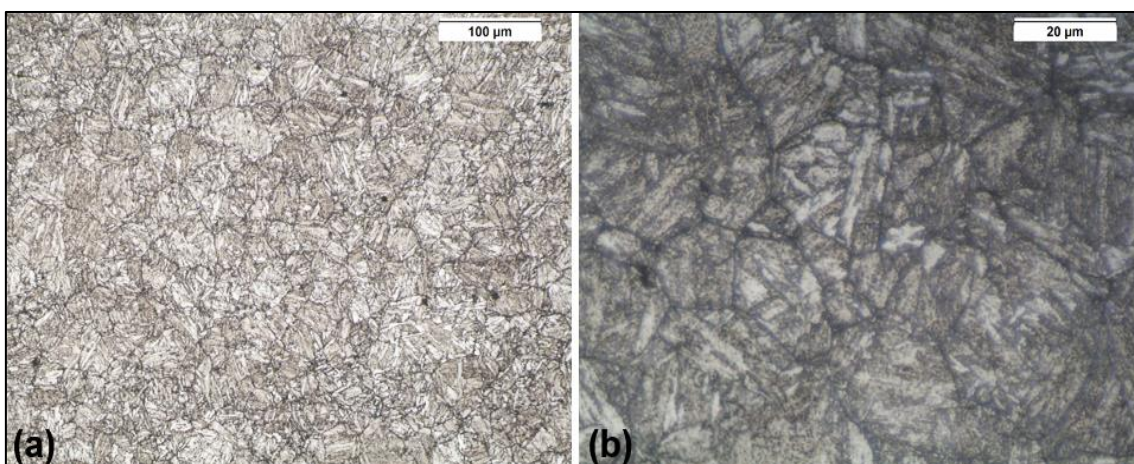


Figura 3.16. Revelação dos grãos austeníticos prévios no aço TRIP 780 através do ataque térmico de oxidação subcrítica. (a) Aumento de 200x e (b) Aumento de 1000x.

Percebe-se que esta técnica foi mais eficaz para os aços ABNT 4340 e TRIP 780, porque observa-se uma melhor oxidação preferencial no contorno de grão austenítico prévio. Devido ao fato destas regiões serem de alta energia, o oxigênio consegue se difundir mais facilmente no aço, gerando a oxidação destas áreas. É entendido pela teoria clássica de difusão que a difusão em contorno de grão é maior do que em volume, desde que o tempo e temperatura para este fenômeno ocorrer esteja definido. Sendo assim, este efeito pode ter sido potencializado pela segregação de elementos de liga no contorno de grão austenítico prévio destes aços (GARCÍA de ANDRÉS *et al.*, 2001; GARCÍA de ANDRÉS *et al.*, 2002; RABKIN *et al.*, 2001).

3.4 Avaliação do Tamanho Médio dos Grãos Austeníticos Prévios Revelados

Após realizar as segmentações manuais das imagens dos campos sobre a superfície de cada amostra em estudo, foi feita uma comparação da distribuição dos tamanhos de grãos austeníticos prévios, seguindo o método de diâmetro equivalente médio proposto pela norma ASTM E1382-97.

A seguir são apresentadas imagens representativas dos contornos de grãos austeníticos demarcados nas amostras em cada técnica avaliada seguidas dos gráficos que mostram a distribuição de frequências de tamanho de grão seguindo a norma ASTM E1382-97, e tabelas mostrando o comparativo do número de grão médio ASTM (G) em cada aço obtido através de respectivo ataque e seu devido desvio padrão.

3.4.1 Tamanho médio dos grãos austeníticos prévios obtidos

As distribuições do tamanho de grão austenítico prévio para o aço ABNT 1015 tanto para o ataque químico *teepol* e ataque térmico de oxidação subcrítica são representadas nas Figuras 3.17 e 3.18, respectivamente.

Nota-se que as distribuições de Frequência de Ocorrência (%) por Número de Grão ASTM (G) obedecem a uma lei normal, indicando assim que a amostragem foi realizada de forma aleatória e com uma população suficientemente representativa para se obter a reconhecimento dos dados.

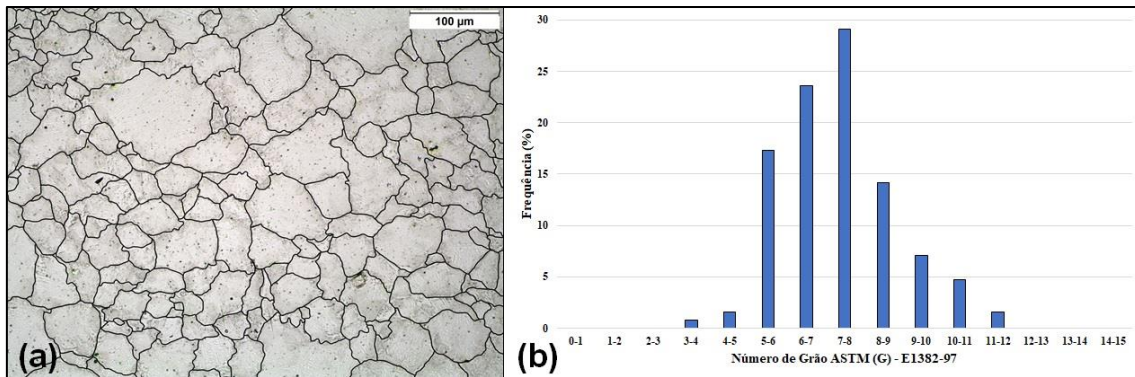


Figura 3.17. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1015 pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*.

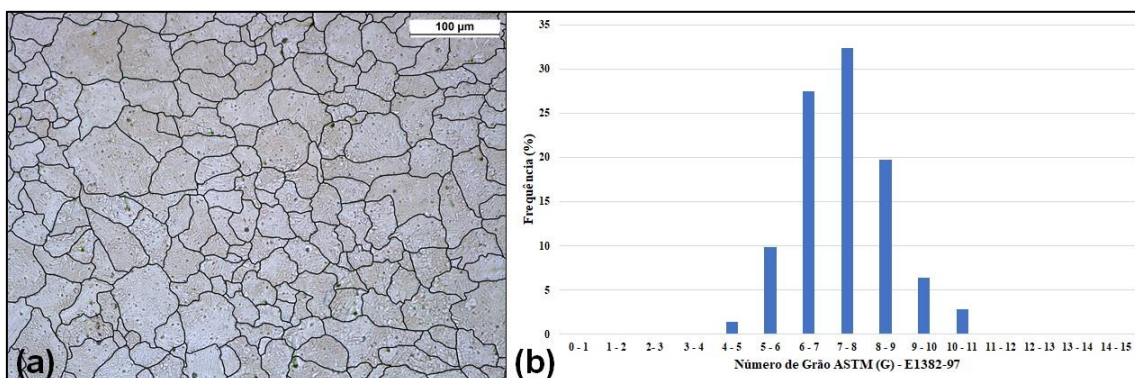


Figura 3.18. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1015 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.

A norma ASTM E1382-97 não estabelece uma maneira de se obter uma faixa para a identificação do número médio de grão ASTM (G) em relação a uma distribuição normal. Sendo assim, foi levado em consideração o ponto mais alto da curva que representa a maior moda do processo, ou seja, o valor que mais aparece na base de dados e os dois cortes verticais desta distribuição, o $-1s$ e o $+1s$, para cada técnica de revelação dos contornos de grãos austeníticos prévios.

Ao observar as Figuras 3.17(b) e 3.18(b) pode-se notar que o número médio de grão ASTM (G) está entre 6 e 9 para as duas técnicas. E para comprovar o valor exato deste número, foi realizado a análise de dez imagens obtidas pela superfície do material e calculado o valor médio do número de grão ASTM (G). Conforme é mostrado na Tabela 3.1, percebe-se o ataque térmico por oxidação está revelando os grãos austeníticos prévios, pois o valor do número de grão ASTM medido é equivalente ao determinado por

meio da utilização do ataque químico com o reativo *teepol*, fato que é comprovado pela igualdade do desvio padrão obtido pelas duas técnicas.

Tabela 3.1. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço ABNT 1015.

Técnica de Revelação	Número de Grão ASTM (G)	Desvio Padrão
Ataque Químico	8	4
Ataque Térmico	8	4

Para o aço ABNT 1045, pode-se observar pelas Figuras 3.19 e 3.20 que as distribuições de tamanho de grão austenítico também obedecem a uma lei normal para todos os ataques propostos. Isto indica que a amostragem foi realizada de forma aleatória e que se obteve uma população de maneira suficiente para garantir representatividade dos dados.

Pelas Figuras 3.19(b) e 3.20(b) percebe-se que o número médio de grão ASTM (G) está entre 7 e 10 para o ataque químico com o reativo *teepol* e entre 6 e 9 para o ataque térmico de oxidação subcrítica. E, ao realizar a análise de dez imagens de cada ataque, fazer a média do resultado obtido e calcular o desvio padrão, encontrou-se o resultado apresentado na Tabela 3.2.

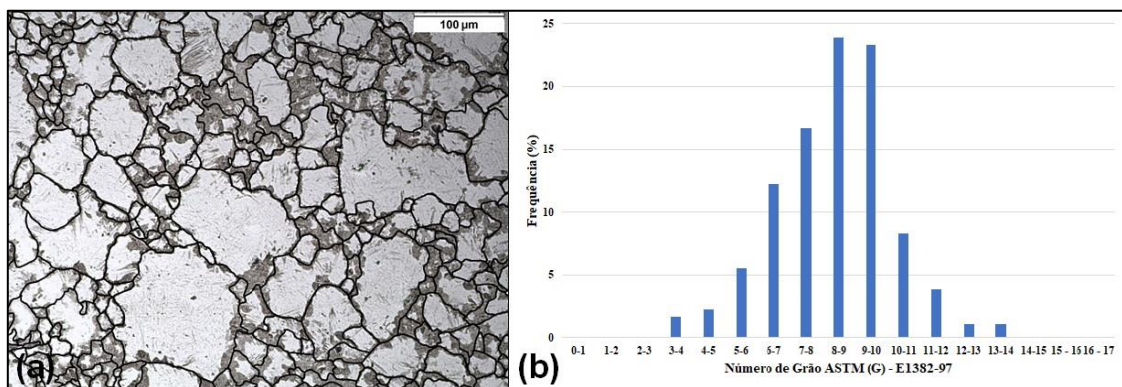


Figura 3.19. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1045 pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*.

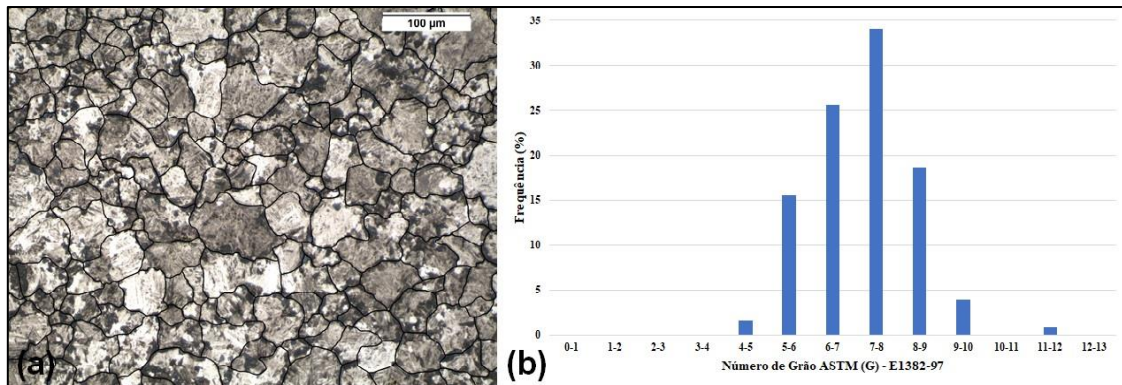


Figura 3.20. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 1045 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.

Tabela 3.2. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço ABNT 1045.

Técnica de Revelação	Número de Grão ASTM (G)	Desvio Padrão
Ataque Químico	8	3
Ataque Térmico	7	4

Ocorreu uma pequena divergência no tamanho médio de grão ASTM entre os dois ataques propostos, mas isto está relacionado ao fato de que pelo ataque térmico foi possível segmentar manualmente contornos de grãos maiores, fazendo com que o número médio ASTM fosse um pouco menor do obtido pelo ataque químico. Levando em consideração o desvio padrão obtido para cada técnica de revelação, conforme a Tabela 3.2, pode-se observar que a diferença entre este fator é pequena, portanto esta diferença não é significativa.

As Figuras 3.21 e 3.22 mostram os resultados obtidos pelo ataque químico e térmico no aço ABNT 4340. Observa-se também que as distribuições de tamanho de grão austenítico obedecem a uma lei normal para todos os ataques propostos. Garantindo assim a representatividade dos dados obtidos.

Nota-se pelas Figuras 3.21(b) e 3.22(b) que o número médio de grão ASTM (G) está entre 8 e 11 para ambas as técnicas. Ao realizar a análise de dez imagens de campos diferentes da superfície do aço em questão através de cada técnica de revelação, foi possível chegar no valor de G igual a dez, conforme é mostrado na Tabela 3.3. Além do mais, o desvio padrão encontrado para cada técnica é o mesmo e está dentro da margem de erro, mostrando que o resultado é significativo.

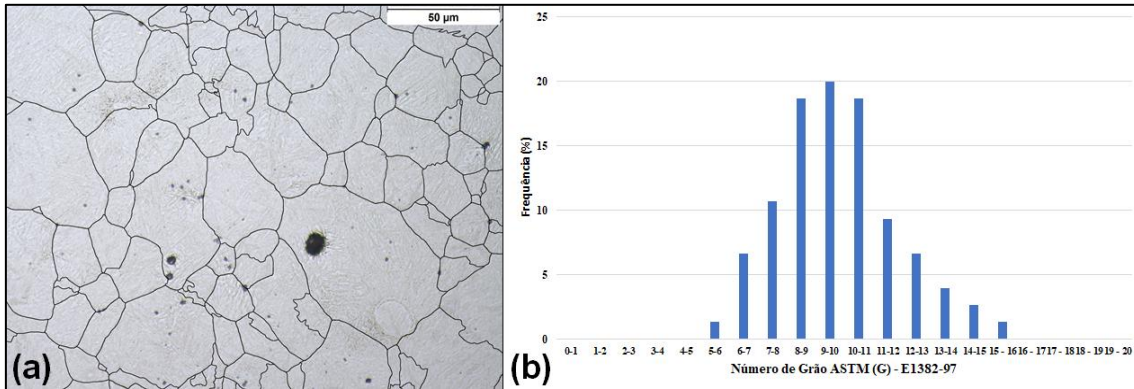


Figura 3.21. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 4340 pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*.

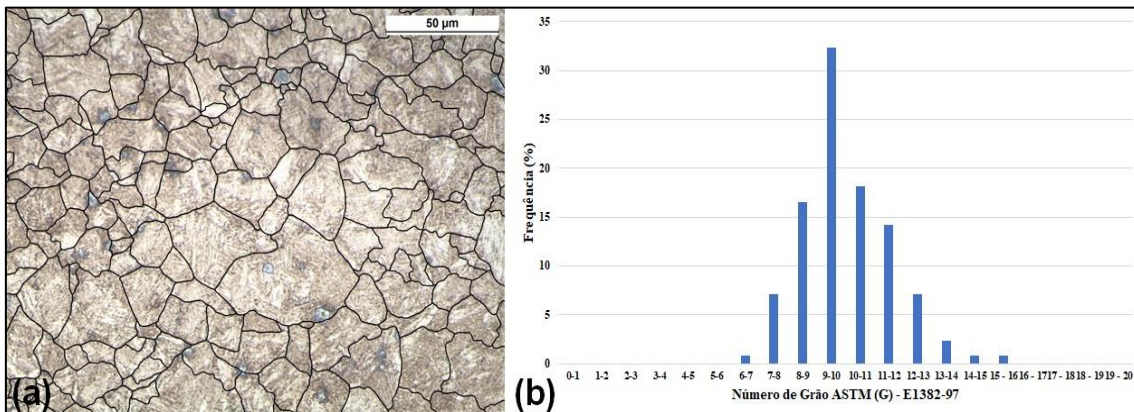


Figura 3.22. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço ABNT 4340 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.

Tabela 3.3. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço ABNT 4340.

Técnica de Revelação	Número de Grão ASTM (G)	Desvio Padrão
Ataque Químico	10	2
Ataque Térmico	10	2

Para o aço TRIP 780, identifica-se pelas Figuras 3.23 e 3.24 que as distribuições de tamanho de grão austenítico obedecem a uma lei normal para todos os ataques realizados. Isto é um indicativo que a amostragem foi realizada de maneira aleatória e que se obteve uma população suficiente para garantir representatividade dos dados obtidos.

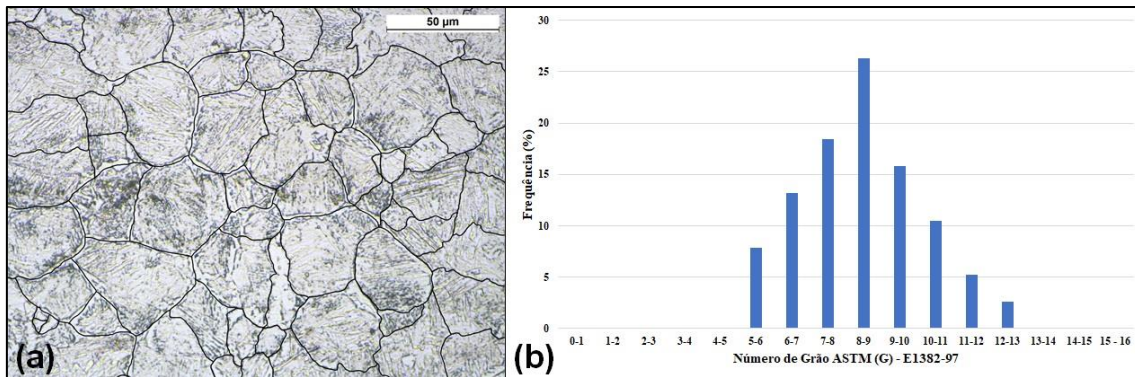


Figura 3.23. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço TRIP 780 pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque químico *teepol*.

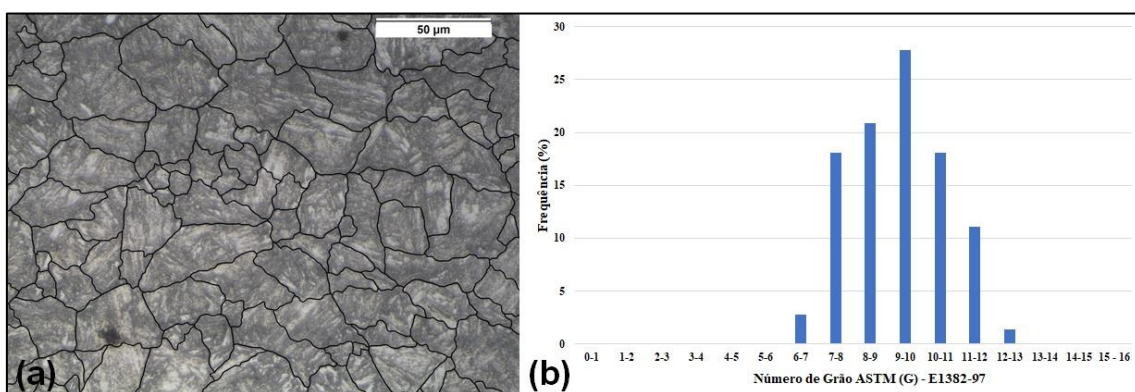


Figura 3.24. (a) Contornos de grãos austeníticos prévios revelados no aço TRIP 780 pela aplicação da técnica de ataque térmico; (b) distribuição de frequências de tamanho de grão austenítico prévio medida pela aplicação da técnica de ataque térmico.

Analisando as Figuras 3.23(b) e 3.24(b) é possível identificar que o número médio de grão ASTM (G) para o ataque químico está entre 7 e 10, e para a técnica de oxidação subcrítica está entre 8 e 11. E, após realizar a análise de dez imagens de campos diferentes da superfície do aço TRIP 780 em cada técnica de revelação, encontrou-se o valor de G igual a nove para ambos os ataques e os mesmos valores de desvio padrão para cada técnica em estudo, evidenciando assim uma homogeneidade nos resultados e que estes valores estão dentro da margem de erro, conforme Tabela 3.4. Isto indica que os métodos de ataque revelaram os grãos austeníticos prévios presentes no aço.

Tabela 3.4. Número de grão ASTM (G) para cada ataque em estudo no aço TRIP 780.

Técnica de Revelação	Número de Grão ASTM (G)	Desvio Padrão
Ataque Químico	9	2
Ataque Térmico	9	2

4 CONCLUSÕES

A técnica de revelação de contornos de grãos austeníticos prévios através de reativo à base de ácido pícrico (*teepol*) é dependente de parâmetros que são de difícil controle, fato que foi confirmado pela diferença da quantidade de HCl ou tempo de ataque obtido neste presente trabalho e proposto por Pimenta *et al.* (2018) para os aços ABNT 1015 e ABNT 1045.

A técnica de ataque térmico de oxidação subcrítica se mostrou muito eficaz para revelar os contornos de grãos austeníticos prévios nos aços ABNT 4340 e TRIP 780. Estes aços possuem adição significativa de elementos de liga, e ao realizar o tratamento térmico de têmpera, alguns destes constituintes migraram para os contornos de grãos austeníticos prévios. E devido ao fato de os contornos de grãos serem regiões de alta energia, o oxigênio conseguiu se difundir mais facilmente nestas regiões, gerando a oxidação preferencial nestes pontos. Com isso, pode-se afirmar que a técnica proposta neste trabalho se mostrou em estado ideal para posteriores estudos da relação estrutura-propriedades relativas ao tamanho de grão austenítico prévio e estudos de metalografia quantitativa para estes tipos de aços.

Vale ressaltar que ao realizar a segmentação manual das imagens dos contornos de grãos austeníticos prévios deve-se tomar muito cuidado e atenção, pois a incerteza sobre a origem dos contornos pode gerar resultados errôneos. É de suma importância segmentar apenas os contornos completamente delineados e nítidos para que os dados sejam confiáveis e a curva relativa à distribuição estatística normal seja a mais certa possível.

Em imagens onde os contornos estão plenamente visíveis, é recomendado segmentar todos os grãos, tanto os pequenos quanto os grandes, pois pode ocorrer de o *software* ImageJ não conseguir fazer a segmentação automática de maneira correta, devido a presença de ruídos na imagem e assim segmentar contornos que não correspondem aos dos grãos austeníticos prévios. Então, mesmo que demande certo tempo para realizar esta atividade, é recomendado realizá-la para ter confiabilidade nos dados obtidos.

Após analisar o número de grão ASTM (G) obtido pelas técnicas de ataque químico com reativo *teepol* (técnica já consolidada) e pelo ataque térmico de oxidação subcrítica, pode-se concluir que a técnica proposta neste trabalho é eficaz e representativa, onde ao comparar os resultados obtidos, observa-se que ambas as técnicas estão revelando os grãos austeníticos prévios presentes nos aços, principalmente para os aços ABNT 4340 e TRIP 780.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

American Society for Testing and Materials. **ASTM E1382-97: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis**. West Conshohocken, USA, 2004.

BREWER, A. W.; ERVEN, K. A.; KRAUSS, G. **Etching and image analysis of prior austenite grain boundaries in hardened steels**. *Materials Characterization*. v. 27, p. 53-56, 1991.

FARIA, G.; CARDOSO, R.; MOREIRA, P. **Development of an Oxidation Method for Prior Austenite Grain Boundary Revelation**. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, v. 7, n. 5, p. 533-541, 2018.

FERDIAN, D.; ARIATI, M.; NORMAN, A. **Method for detecting austenite grains in low-carbon steel after hot deformation**. *Metal Science and Heat Treatment*. v. 55, n. 5- 6, p. 54-58. 2013.

GARCÍA de ANDRÉS, C.; BARTOLOMÉ, M. J.; CAPDEVILA, C.; SAN MARTÍN, D.; CABALLERO, F. G.; LOPÉZ, V. **Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in médium-carbon microalloyed steels**. *Materials Characterization*. v. 46, p. 389-398, 2001.

GARCÍA de ANDRÉS, C.; CABALLERO, F. G.; CAPDEVILA, C.; SAN MARTÍN, D. **Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages**. *Materials Characterization*. v.49, p. 121 – 127, 2002.

KUZMINA, Margarita; PONGE, Dirk; RAABE, Dierk. **Grain boundary segregation engineering and austenite reversion turn embrittlement into toughness: example of a 9 wt.% medium Mn steel**. *Acta Materialia*, v. 86, p. 182-192, 2015.

MARTINS, P. G. M. **Influência da Temperatura e do Tempo de Austenitização sobre o Tamanho de Grão Austenítico de um Aço ABNT 1045**. Monografia de Graduação em Engenharia Metalúrgica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Agosto de 2013.

MENDES, M. K. O., FARIA, G. L., MACIEL, P. H. C. **Efeito da Composição Química e Temperatura de Austenitização Sobre a Temperabilidade Jominy de Aços Baixo Carbono**. ABM WeeK. v.70, 2015.

MOREIRA, P. S.; CARDOSO, R. A.; FARIA, G. L. **Avaliação de um método de contraste por oxidação para revelação do grão austenítico prévio nos aços ABNT 4340 e ABNT 1030**. ABM Week. v.71, 2016.

NAKAMURA, M.; FURUBAYASHI, E. **Effect of grain size on crack propagation of high strength steel in gaseous hydrogen atmosphere**. Materials science and technology, v. 6, n. 7, p. 604-610, 1990.

NASIM, M.; EDWARDS, B. C.; WILSON, E. A. **A study of grain boundary embrittlement in an Fe-8% Mn alloy**. Materials Science and Engineering: A, v. 281, n. 1-2, p. 56-67, 2000.

OLIVEIRA, F. L. G. **Estudo da Cinética de Formação da Austenita no Aquecimento Contínuo em um Aço Microligado com Nb**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, Universidade Federal do Ouro Preto, Minas Gerais, 2005.

PIMENTA, N. A. B.; MOREIRA, P. S.; FARIA, G. L. **Estudo da Relação Entre a Concentração de Ácido Clorídrico e o Carbono Equivalente de Aços na Eficiência de Reativos à Base de Ácido Pícrico Visando a Revelação do Grão Austenítico Prévio**. 18º Enemet, São Paulo. 2018.

PIMENTA, N. A. B.; MOREIRA, P. S.; FARIA, G. L. **Avaliação da formulação de reativos à base de ácido pícrico visando a revelação do grão austenítico prévio em diferentes tipos de aços**. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 18, p. 0-0, 2021.

RABKIN, E.; KLINGER, L. **The fascination of the grain boundary grooves**. Metallurgical Research & Technology, v. 98, n. 12, p. 1059-1064, 2001.

RODRIGUES, R. A.; MOREIRA, P. S.; FARIA, G. L.; FORTES, R. C. **Avaliação de diferentes técnicas de contraste para revelar o contorno de grão austenítico prévio em aços**. ABM WeeK, v. 70, 2015.

SCHREIMAN, R. A.; BOLTON, W. J. **Estimation of Prior-Austenite Grain Size in Heat Treated Martensitic Carbon and Low Alloy Steels.** *Microscopy and Microanalysis*, v. 9, n. S02, p. 732-733, 2003.

SILVA, T. C. V. **Desenvolvimento de um Método de Contraste por Oxidação para Revelação Metalográfica de Colônias de Perlita em Aços Eutetóides.** Monografia de Final de Curso. Engenharia Metalúrgica. Universidade Federal de Ouro Preto. 2019.

ZHANG, L.; GUO, D. C. **A general etchant for revealing prior-austenite grain boundaries in steels.** *Materials Characterization*. v. 30, n. 4, p. 299-302, 1993.