

# QUANTIFICAÇÃO DE AUSTENITA RETIDA VIA MICROSCOPIA ÓTICA EMPREGANDO ANALISADOR DE IMAGEM<sup>1</sup>

Marília Lima<sup>2</sup>  
Rafael Utsch Braga<sup>3</sup>  
Reinaldo José de Almeida<sup>4</sup>  
Flávio Guerra Loureiro<sup>5</sup>

## Resumo

O trabalho consiste na quantificação de austenita retida em aços temperados, revenidos e carbonitretados, empregando microscopia ótica acoplado a um analisador de imagem. Amostras de aço DIN 19MnCr5 carbonitretadas foram lixadas, polidas, atacadas com Nital 5% e fotografadas em um microscópio ótico acoplado ao analisador de imagem Analysis Pro. A partir dessas fotomicrografias quantificou-se a austenita retida estabelecendo-se, com o auxílio de um padrão conhecido, as condições de identificação das fases austenita retida e martensita (thresholds). Para as mesmas amostras analisadas via microscopia ótica, as quantidades de austenita retida foram medidas empregando difração de raios-X. Os resultados encontrados em ambos os métodos foram comparados estatisticamente. A similaridade nos valores de austenita retida encontrados em ambos os procedimentos mostrou-se considerável indicando que a metodologia proposta de quantificação de austenita retida, via microscopia ótica acoplada ao analisador de imagem, é bastante promissora.

**Palavras-chave:** Austenita retida; Microscopia ótica; Raios X.

## RETAINED AUSTENITE QUANTIFICATION BY OPTICAL MICROSCOPY USING IMAGE ANALYZER

### Abstract

This paper consists in an optical microscopy methodology, associated with an image analyzer system, used to quantify the retained austenite of quenched, tempered and carbonitriding steels. Samples of carbonitriding steel DIN 19MnCr5 were sanded, polished, chemically attacked with Nital 5% and photographed in an optical microscope using an image analyzer system called "Analysis Pro". From these micrographs the retained austenite was quantified and, assisted by a known standard, the thresholds of the phases (retained austenite and martensite) were established. The percentage of retained austenite of the same samples was also measured by X ray diffraction. The results of both methods were statistically compared and the similarity between them indicates that the proposal methodology of retained austenite quantification by optical microscopy attached to an image analyzer system, is fair promising.

**Key words:** Retained austenite; Optical microscopy; X ray.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

<sup>2</sup> *Dra., V&M do BRASIL, Belo Horizonte - MG.*

<sup>3</sup> *Aluno de Engenharia Metalúrgica da UFMG, Belo Horizonte - MG.*

<sup>4</sup> *Eng., V&M do BRASIL, Belo Horizonte - MG.*

<sup>5</sup> *M.Sc., V&M do BRASIL, Belo Horizonte - MG.*

# 1 INTRODUÇÃO

A presença de austenita retida proveniente da têmpera de peças de aços usados para a fabricação de engrenagens é muitas vezes indesejada, pois reduz a dureza superficial podendo ser causadora de alteração dimensional. Sendo assim, a quantidade de austenita retida nesses materiais consiste um critério qualidade para o produto final.

Na literatura são listadas inúmeras técnicas empregadas para determinar a fração volumétrica de austenita retida presente no aço tais como medidas de magnetização, difração de nêutrons, Microscopia Eletrônica de Varredura, espectroscopia Mössbauer<sup>(1,2)</sup> sendo que a mais comumente utilizada é a difração de raios X.<sup>(2-4)</sup> que a última consiste na observação por microscópio da região a ser analisada e da comparação com um padrão visual previamente estabelecido. A quantificação da austenita retida empregando a difração de raios X tem como grande limitador a necessidade do uso de um padrão conhecido bem como a interpretação dos dados obtidos a partir do difratograma. Já o método empregando metalografia qualitativa depende sobremaneira do operador e não fornece valores absolutos de porcentagem de austenita retida.

Atualmente a possibilidade do emprego de analisadores de imagens modernos, que são sistemas que integram as operações de aquisição, de processamento e de análise de imagens, e que podem ser acoplados ao microscópio ótico, viabiliza a utilização de metalografia quantitativa para determinação de porcentagem de austenita retida em aços tratados termicamente.

Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi determinar, por meio de análise metalográfica, utilizando microscopia ótica acoplada a um sistema de analisador de imagens, a fração volumétrica de austenita retida em um componente mecânico fabricado com aço DIN 19MnCr5 temperado, revenido e carbonitretado. Objetivou-se também validar a técnica desenvolvida através da comparação estatística dos resultados obtidos com aqueles encontrados pelo emprego de difração de raios X.

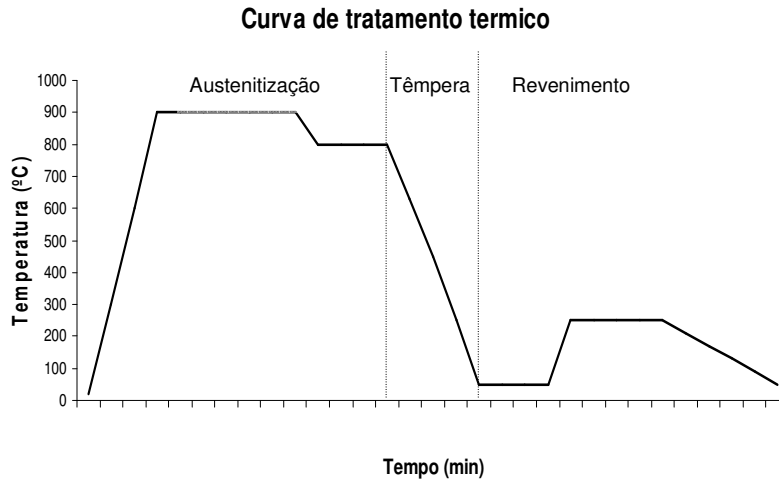
## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram cortadas 17 amostras a partir de um eixo dentado de aço DIN 19MnCr5 temperado, revenido e carbonitretadas nas condições mostradas no ciclo descrito na Figura 1. A composição do aço está descrita na Tabela 1.

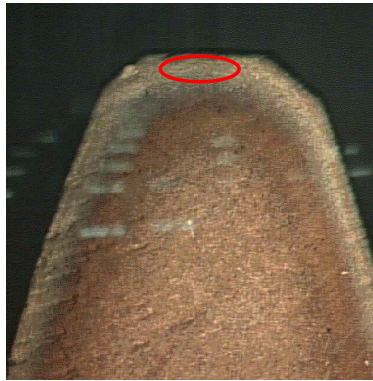
A área das amostras analisada no microscópio ótico está mostrada na Figura 2 e a região do dente da engrenagem observada foi aquela próxima da sua superfície externa. Foram escolhidos três campos aleatoriamente de um determinado dente de cada amostra para ser analisado. Na difração de raios X a área analisada foi a mesma para cada uma das amostras.

**Tabela 1.** Composição química do material analisado

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Al	Cu	Sn
% em peso	0,19	0,11	1,25	0,026	0,025	1,05	0,13	0,04	0,005	0,047	0,17	0,020



**Figura 1.** Ciclo de tratamento térmico da engrenagem.



**Figura 2.** Região de análise do dente da engrenagem.

Após o corte as amostras foram lixadas com lixas de 180#, 360#, 600# e 1200#, seguido de polimento com pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ . O ataque químico das mesmas, para revelar a microestrutura, procedeu com imersão tripla de aproximadamente 2 segundos em Nital a 5%.

As amostras foram fotografadas com aumento de 1.000X e, antes de realizar à análise, estabeleceram-se as condições de identificação e quantificação das fases austenita retida e martensita (*thresholds*) no analisador de imagem Analysis Pro. Tais condições foram determinadas com o auxílio de um padrão cuja quantidade de austenita retida já era previamente conhecida.

Para cada dente de engrenagem selecionado foram tiradas três fotogramicrografias com aumento de 1000X de forma que apenas a região carbonitretada (Figura 2) fosse analisada.

O tratamento da imagem apresentou os seguintes passos:

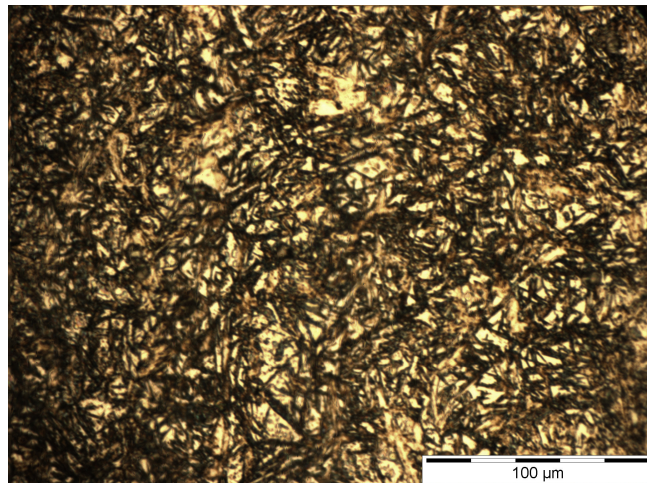
- Mudança da imagem para tons de cinza. Como o método se baseia na avaliação de regiões com diferentes tonalidades de cinza (martensita: região escura; austenita retida: região clara), é necessário passar a resolução da imagem para 8 bits em escala de cinza;

- Aumento de contraste de acordo com o padrão, empregando a função *Max-Strech* com contraste a 70,2%, brilho a 50% e gama igual a 1.
- Quantificação da austenita retida empregam-se o comando *Set Thresholds*, onde se defini o que é considerado como austenita retida e o que é considerado martensita, ou seja, a medida que são variados os valores nos campos *Low* e *High* dentro do presente comando, colore-se mais ou menos as regiões clara da fotomicrografia definindo-se, dessa forma, mais ou menos áreas que corresponderiam a austenita retida. Nesse trabalho os valores *Low* = 186 e *High* = 255 foram previamente definidos com o auxílio de uma amostra padrão, conforme já mencionado anteriormente.

As mesmas amostras analisados no microscópio ótico foram submetidas à quantificação de austenita retida via difração de raios X para posterior comparação dos resultados encontrados pelas duas metodologias empregadas.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 mostra a fotomicrografia de uma região analisada antes do tratamento da imagem e as Figuras 4, 5 e 6 mostram a seqüência de tratamento da imagem para a quantificação da austenita retida.



**Figura 3.** Fotomicrografia da região analisada.

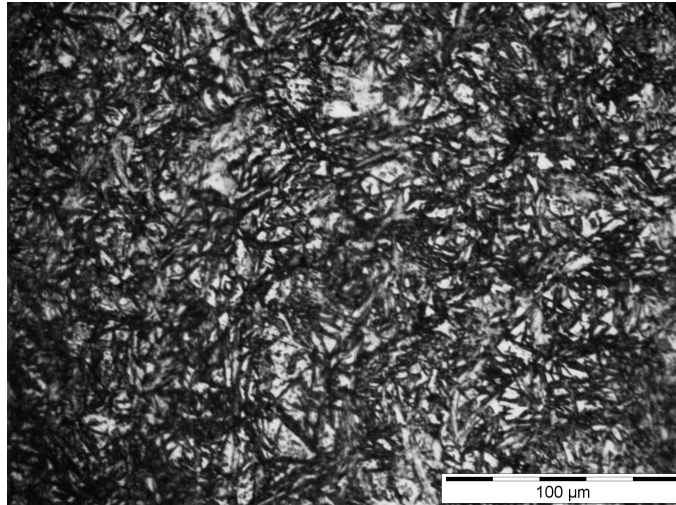


Figura 4. Tratamento da imagem realizando mudança pra escala de tons de cinza.

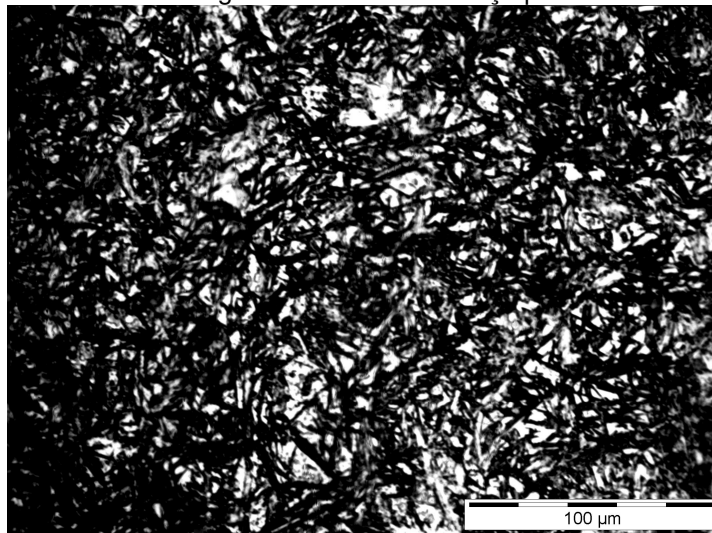


Figura 5. Tratamento da imagem empregando o aumento de contraste.

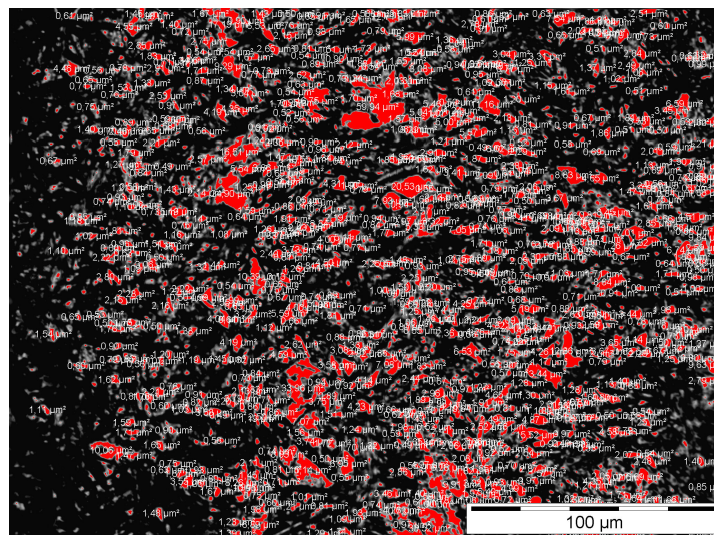
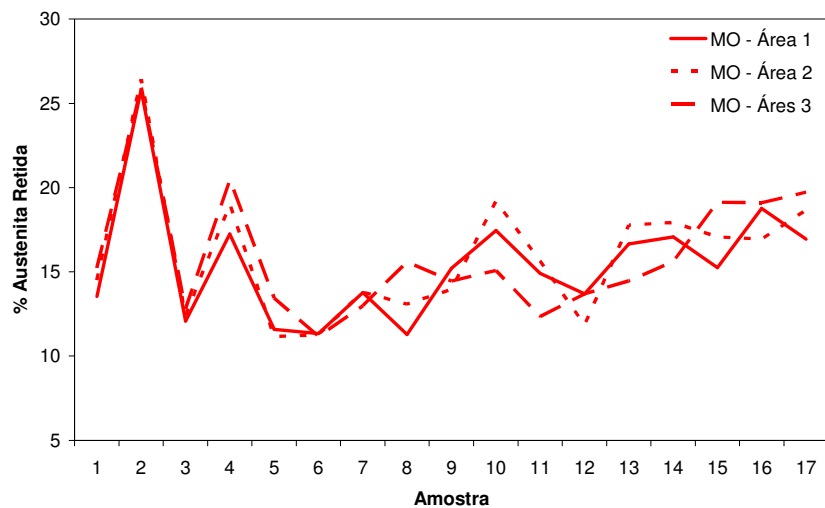


Figura 6. Quantificação da austenita retida

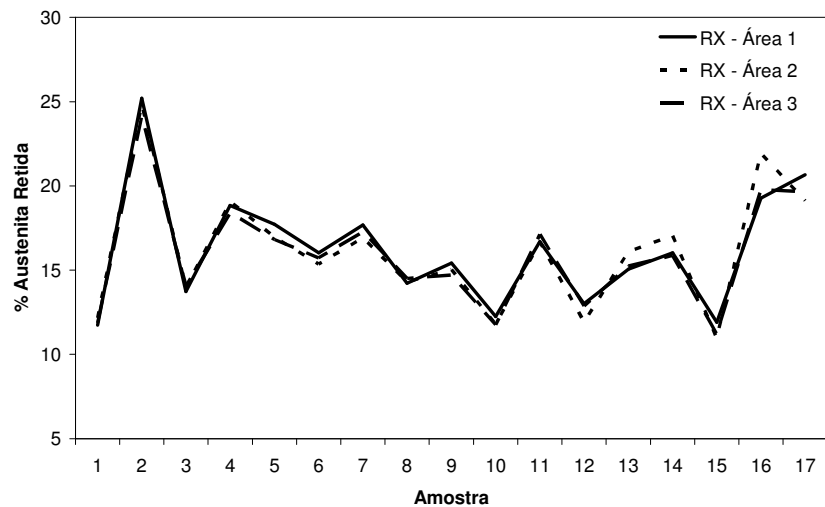
Os resultados obtidos pelo analisador de imagem e pelo difratograma de raios X estão apresentados nas Figuras 7A e 7B e, no gráfico da Figura 7C pode ser visto os valores médios dos dois métodos de medida empregados.

Através da Figura 7 verifica-se que, embora a variabilidade da difração de raios X (figura 7B) na determinação da fração de austenita retida seja menos em comparação com o método de metalografia quantitativa (Figura 7A), esse último apresentou-se bastante reprodutivo indicando a sua confiabilidade. Pode ser notado ainda que não há grandes diferenças entre os valores medidos pelos dois métodos para cada uma das amostras (Figura 7C) sendo que a maior desigualdade ocorreu para a amostra número 15 e foi em torno de 5% de austenita retida.

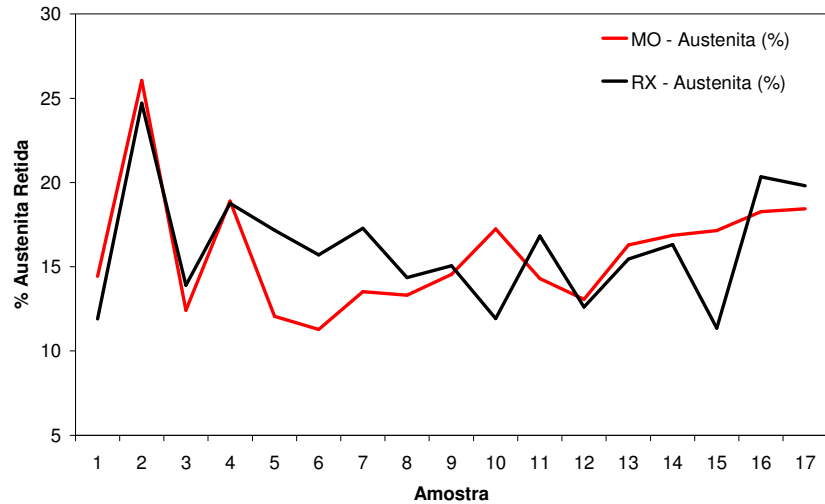
Uma análise estatística utilizando o software Minitab pode ser realizada para verificar a igualdade dos valores médios de % de austenita retida medido pelos métodos de difração de raios X e metalografia quantitativa.



(A)



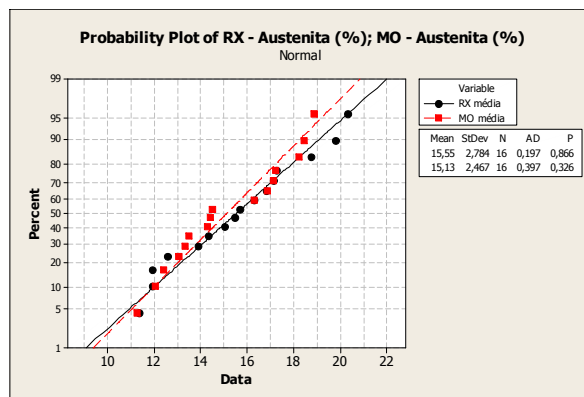
(B)



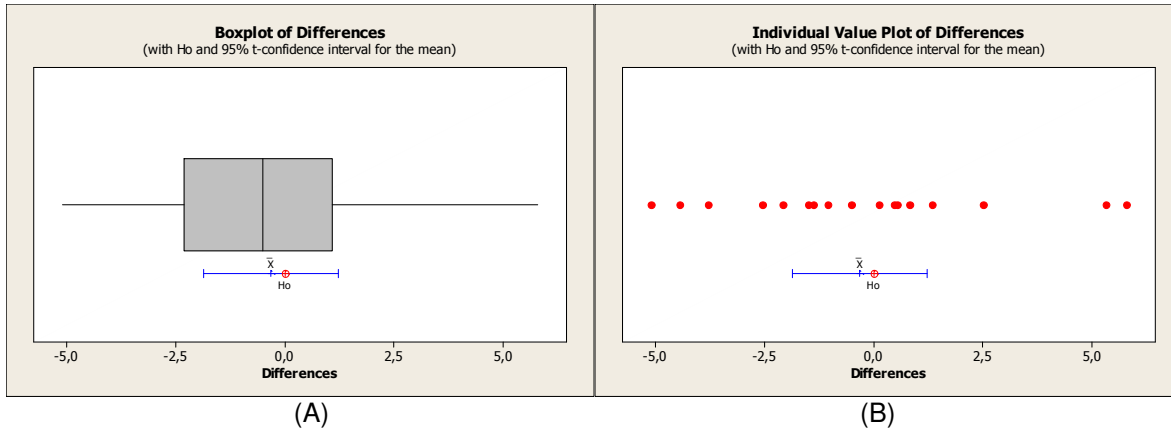
(C)

**Figura 7.** Gráficos de porcentagem de austenita retida medido empregando (A) microscopia ótica com análise de imagem e (B) difração de raios X. (C) Gráfico apresentando os valores médios determinados por ambos os métodos.

Nas análises estatísticas os resultados obtidos indicaram que ambos os métodos apresentaram distribuição normal conforme mostrado no gráfico da Figura 8 (o valor de P é maior que 0,05, confirmando a hipótese de distribuição normal para ambos os métodos). Analisando estatisticamente os valores das diferenças entre os médios das quantidades de austenita retida medida pelos dois métodos, observa-se que não há diferença entre esses valores (Figuras 9A e 9B). O quadro da Figura 10 mostra que a hipótese (H<sub>0</sub>), que supõe que a quantidade de austenita retida seja igual para ambos os métodos, é confirmada através do valor de P maior que 0,05.



**Figura 8.** Distribuição normal para as médias das quantidades de austenita retida utilizando método de difração de microscopia ótica e raios-X.



**Figura 9.** (A) Boxplot e (B) Valores individuais das diferenças entre as quantidades de austenita retida obtida pelos métodos de microscopia ótica e difração de raios X.

Paired T for MO - Austenita (%) - RX - Austenita (%)				
	N	Mean	StDev	SE Mean
MO - Austenita (%)	17	15,776	3,567	0,865
RX - Austenita (%)	17	16,088	3,492	0,847
Difference	17	-0,312	3,012	0,731
95% CI for mean difference: (-1,861; 1,236)				
T-Test of mean difference = 0 (vs not = 0): T-Value = -0,43 P-Value = 0,675				

**Figura 10.** Resultados da análise estatística da igualdade das quantidades de austenita retida obtida para os métodos de microscopia ótica e difração de raios X.

Assim, as quantidades de austenita retida estimadas para as amostras de engrenagem de aço DIN 19MnCr5 temperado, revenido e carbonitretado estão apresentadas na Tabela 2. Nessa tabela estão mostrados os valores medidos pelos métodos de metalografia quantitativa (microscopia ótica acoplada ao analisador de imagem) e de difração de raios X.

**Tabela 2.** Resultados de austenita retida medida para amostras de engrenagens de aço DIN 19MnCr5.

	IC (95%)
%Austenita retida por Microscopia Ótica	(13,942; 17,610)
%Austenita retida por Microscopia Raios X	(14,293; 17,884)

## 5 CONCLUSÕES

O método de análise quantitativa de austenita retida empregando microscopia ótica acoplada ao analisador de imagens apresentou boa reprodutividade dos resultados, indicando a sua confiabilidade, embora tenha mostrado maior variabilidade em comparação com método de difração de raios X;

Os resultados de porcentagem de austenita retida para o aço DIN 19MnCr5 temperado, revenido e carbonitretado mostraram que tanto a microscopia ótica associada ao analisador de imagem quanto a difração de raios X apresentaram resultados estatisticamente iguais, confirmando a viabilidade do método proposto;



A metalografia quantitativa para medida de porcentagem de austenita retida resultou numa metodologia de baixo custo, simples e precisa, sendo de grande praticidade para uma possível aplicação industrial.

## **REFERÊNCIAS**

- 1 NETO, H. B., et al, Comportamento magnético do aço ABNT 4340 temperado e revenido, 60º Congresso Anual da ABM, p. 1696-1706, Belo Horizonte, 25-28 de Julho de 2005.
- 2 ZHAO, L., et al, Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite inTRIP steels, Materials Science and Engineering A313, p. 145-152, 2001.
- 3 COLPAERT, H., Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns, São Paulo: Edgard Blucher, 4ª edição, p. 652, 2008.
- 4 KRAUSS, G., Steels: heat treatment and processing principles, Ohio: ASM, p.497, 1990.