

Tema: Tratamento Térmico

UTILIZAÇÃO DE UM ATAQUE POR IMERSÃO NA CARACTERIZAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DO TEMPO DE AUSTENITIZAÇÃO SOBRE O TAMANHO DE GRÃO AUSTENÍTICO E MORFOLOGIA DA MARTENSITA EM UM AÇO DO TIPO ABNT 1045*

Priscila Graziela Melo Martins¹
 Geraldo Lúcio de Faria²
 Leonardo Barbosa Godefroid³
 Raimundo Teixeira Costa⁴

Resumo

O tamanho de grão austenítico é um parâmetro que influencia o desempenho de tratamentos térmicos em aços, assim como suas propriedades. Neste contexto, este trabalho investigou o uso de um reativo para ataque por imersão (240ml de água destilada, 2ml de HCl, 2g de ácido pícrico e 5 gotas de detergente neutro) para avaliar a influência da temperatura e do tempo de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico de um aço ABNT1045 austenitizado nas temperaturas de 860°C, 950°C e 1100°C por intervalos de tempo de 40, 90 e 180 minutos. As amostras austenitizadas foram temperadas em água, metalograficamente preparadas e atacadas com o reativo *proposto* com o objetivo de se revelar os antigos contornos de grãos austeníticos. Os tamanhos de grãos foram medidos com a utilização do software UMIAS de forma a possibilitar a determinação de distribuições estatísticas com quinhentas medidas para cada condição de tratamento. As amostras foram novamente preparadas e então atacadas com Nital 2%, sendo possível avaliar a influência do tamanho de grão austenítico sobre a morfologia da martensita. Pôde-se observar que, para o aço ABNT1045, a influência da temperatura de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico é muito evidente e mais significativa do que a do tempo. Os valores de tamanho de grão se mostraram exponencialmente dependentes da temperatura, de forma que quanto maior o tamanho de grão austenítico, mais grosseira é a estrutura martensítica e menor é a dureza do material após a têmpera em água.

Palavras-chave: Ataque por imersão; Austenitização; Tamanho de Grão; Martensita.

APPLICATION OF IMMERSION ETCHING AIMING TO CHARACTERIZE THE INFLUENCE OF AUSTENITIZING TEMPERATURE AND TIME ON AUSTENITE GRAIN SIZE AND MARTENSITE MORFOLOGY IN AN ABNT1045 STEEL

Abstract

Austenite grain size is an important parameter which has a strong influence on steel heat treatments success. This work investigated the use of an immersion etching (240ml of distilled water, 2ml of HCl, 2g of picric acid and 5 drops of neutral soap) aiming to evaluate the austenitizing temperature and time on austenite grain size in a ABNT 1045 steel heated in 860°C, 950°C and 1100°C for 40, 90 and 180minutes. Samples were austenitized and quenched in room temperature water. Quenched samples were prepared for metallographic characterization and etched with proposed solution aiming to revel austenite grain boundaries. Austenite grain sizes were measured with UMIAS software and a statistical distribution were built using five hundred measurements for each condition of heat treatment. After that, samples were one more time prepared and etched with nital 2%. Using this solution, it was possible to study the austenite grain size on martensite morphology. It was possible to conclude that, for ABNT1045 steel, austenitizing temperature has a high influence on austenite grain size, which growths exponentially with temperature. The austenitizing time at a fixed temperature has a low influence on this parameter. The higher the austenite grain size, the coarser martensite and the lower hardness.

Keywords: Immersion Etching; Austenitizing; Grain size; Martensite.

¹ Graduanda em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

² Físico, Dr., Professor, DEMET, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

³ Engenheiro, Dr., Professor, DEMET, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

⁴ Engenheiro, MSc., Professor, DEMET, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O tamanho de grão austenítico tem uma grande influência sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas, elétricas e magnéticas dos aços. Neste contexto, o desenvolvimento e a aplicação de técnicas que permitam quantificar com precisão o tamanho de grão austenítico têm importância nos estudos metalúrgicos [1-7].

Um dos desafios para se conseguir estudar precisamente as relações entre o tamanho de grão austenítico e as características do aço está na aplicação de técnicas de contraste óptico que possibilitem a observação nítida dos grãos de austenita. Uma vez revelados os grãos, seus tamanhos podem ser facilmente medidos [8-11].

Diferentes métodos para revelação do antigo contorno de grão austenítico têm sido desenvolvidos e podem ser classificados em dois grupos: o primeiro consiste em procedimentos que se baseiam na observação direta da microestrutura austenítica acima da temperatura crítica, fazendo uso de microscopia de alta temperatura [12 e 13]; o segundo usa procedimentos indiretos, nos quais técnicas metalográficas e tratamentos térmicos pós-austenitização são aplicados para revelar os contornos de grãos austeníticos à temperatura ambiente [14,15].

Sabe-se que a sensibilização dos contornos de grãos podem ser estimuladas pelo aquecimento das amostras em atmosfera oxidante, e ainda que alguns reativos têm a habilidade de revelar os contornos de grãos austeníticos quando eles contém segregação de alguns elementos químicos, como por exemplo fósforo. Diversas técnicas tentam explorar a sensibilização como potencial mecanismo de contraste óptico [8-15].

Andrés et al. [12] estudaram diferentes técnicas a quente com o objetivo de diagnosticar qual delas apresenta melhor desempenho no que diz respeito a revelar o antigo contorno de grão austenítico de aços médio carbono microligados. Segundo os autores, diversos métodos podem ser aplicados, entre os testados por eles o de melhor desempenho foi o ataque térmico denominado HT6. Este ataque consistiu em lixar e polir amostras do aço e em seguida as submeter a um aquecimento em um forno de radiação a vácuo até a temperatura de austenitização. Em seguida a amostra foi transferida para um forno elétrico ao ar onde permaneceu por algum tempo, sendo em seguida temperada e observada ao microscópio.

Como os procedimentos que envolvem tratamentos térmicos são muito elaborados e exigem equipamentos mais sofisticados, os ataques que fazem uso de reativos à temperatura ambiente têm sido muito estudados. Entre os mais citados, estão os reativos à base de solução aquosa de ácido pícrico com agentes que diminuem a tensão superficial da água [12,14,15].

Neste contexto este trabalho se propôs a avaliar a utilização de um reativo para ataque por imersão como ferramenta para revelar o antigo contorno de grão austenítico de amostras de aço ABNT 1045 austenitizadas em diferentes condições, assim como avaliar a influência do tempo e temperatura de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico e sobre a morfologia da martensita formada.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

O material objeto deste estudo consiste no aço carbono ABNT 1045, cuja especificação química está apresentada na Tabela 1. Inicialmente, amostras

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

representativas foram retiradas de uma barra por meio de procedimentos de corte por abrasão refrigerados realizados em uma cortadora metalográfica (*cutoff*).

Uma amostra foi destinada à caracterização química, por meio da técnica de espectrometria de emissão óptica e outra para caracterização estrutural do estado de entrega por meio da aplicação de microscopia óptica de luz refletida.

Tabela 1. Especificação química do aço ABNT 1045 (%em massa)

C	Mn	P _{máx}	S _{máx}	Si
0,43-0,50	0,60-0,90	0,040	0,050	0,10-0,60

2.2 Procedimentos Experimentais

Caracterizado o estado de entrega do aço ABNT 1045, a etapa seguinte consistiu na realização de tratamentos térmicos de austenitização em nove amostras. A austenitização das amostras foi avaliada em três temperaturas, que foram: 860°C, 950°C e 1100°C. Para cada temperatura foram avaliados três intervalos de tempo distintos de austenitização: 40min, 90min e 180min. Para todas as condições de austenitização testadas, as amostras foram seguidamente temperadas em água à temperatura ambiente com agitação.

Com o objetivo de simplificar a identificação das amostras, elas foram identificadas pelas letras de A a I, como é indicado no fluxograma apresentado na Figura 1 que também resume as etapas subsequentes a austenitização e caracterização das amostras.

Para revelar o antigo contorno de grão da austenita, foi requerida a etapa de preparação metalográfica das amostras com o objetivo de remover o óxido (carepa) formado durante o tratamento térmico e preparar as superfícies das mesmas para os procedimentos de ataque químico. A análise do tamanho de grão austenítico foi realizada revelando os antigos contornos de grãos da austenita, pela técnica de ataque por imersão com o reativo constituído por 240ml de água destilada, 2ml de HCl, 2g de ácido pícrico e 5 gotas de detergente neutro, durante um intervalo de tempo de 30±5 segundos. Esse ataque foi realizado à temperatura ambiente.

Após a revelação do antigo grão austenítico, para cada uma das condições de tratamento testadas, imagens da estrutura foram adquiridas com os aumentos de 100x e 400x. Os tamanhos médios de grão austenítico foram determinados por meio de um método não normatizado com a utilização do software metalográfico quantitativo UMIAS. Esse método constitui em sobrepor aos grãos segmentos de retas perpendiculares entre si. Os pontos de interseção entre cada reta e os contornos foram identificados, e a distância entre dois pontos opostos foi determinada. A Figura 2 exemplifica a técnica descrita. Para cada amostra foram realizadas 560 medidas, distribuídas em aproximadamente 10 campos.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

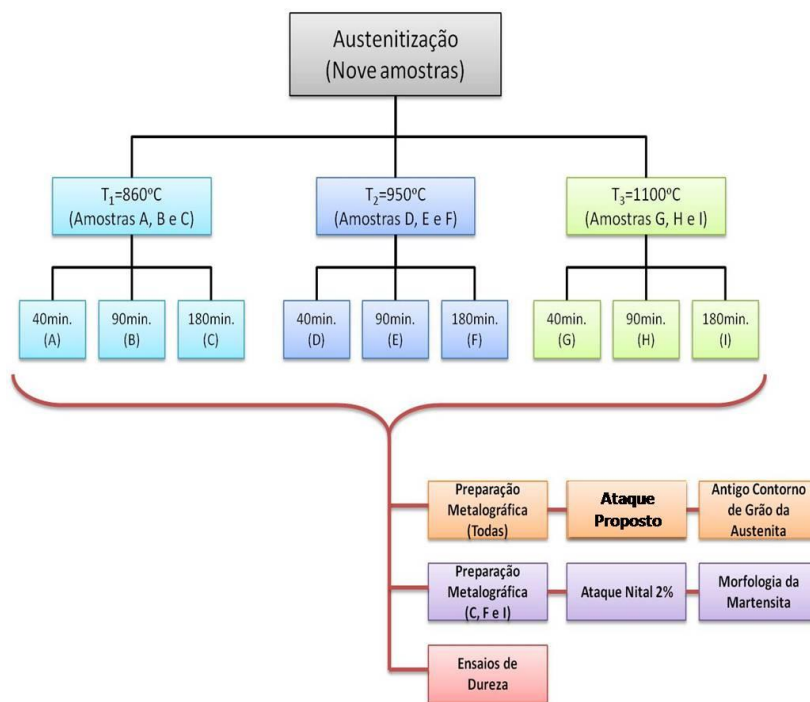


Figura 1. Fluxograma que resume a metodologia científica utilizada neste trabalho.

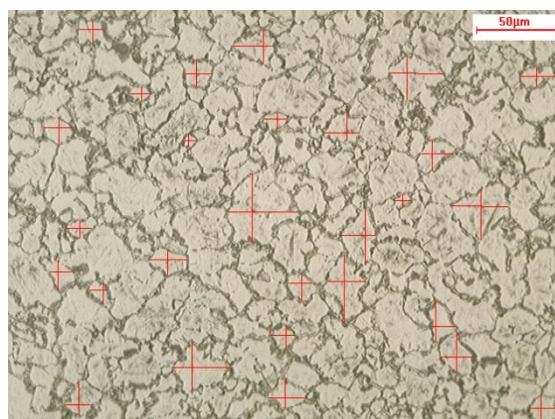


Figura 2. Micrografia de uma estrutura martensítica onde estão revelados os antigos contornos de grãos austeníticos e ilustra-se a metodologia de medição de tamanho de grão utilizado - 400X - MO.

As amostras C, F e I foram novamente polidas para remover a camada atacada pelo reativo proposto, e foram posteriormente atacadas com Nital 2% para revelar a martensita presente na estrutura. Essas amostras foram caracterizadas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. Para confirmar a influência das condições de austenitização sobre as propriedades do aço, foram realizados 5 ensaios de dureza HRC em cada amostra, com carga de 150kg. Todos os ensaios foram realizados nos Laboratórios de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Ouro Preto.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Química e Estrutural

A Figura 3 apresenta um gráfico onde são comparados os teores reais de C, Mn, P, S e Si com os especificados pela norma ABNT NBR 87/2000. Pode-se observar que o aço estudado neste trabalho atende aos requisitos mínimos e máximos exigidos, se enquadrando assim na especificação de um aço ABNT 1045.

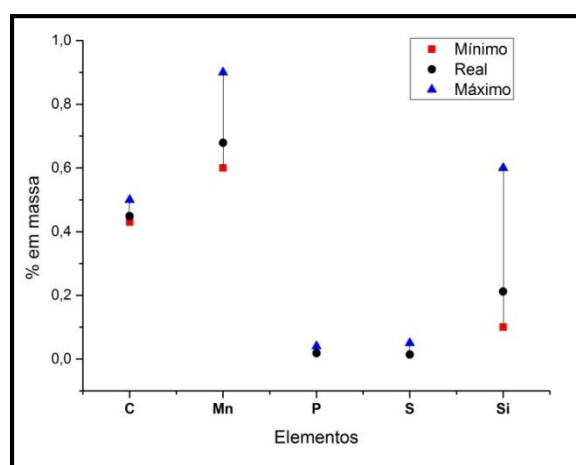


Figura 3. Comparativo entre composição e especificação química do aço ABNT 1045 estudado neste trabalho.

A Figura 4 apresenta os resultados obtidos pela aplicação da técnica de metalografia no estado de entrega da amostra estudada. A Figura 4(a) evidencia uma micrografia da amostra no estado de entrega apenas polida. Pode-se notar que se trata de um material que possui pequena fração de inclusões com morfologia esférica. As Figuras 4(b) e 4(c) apresentam micrografias da amostra no estado de entrega após ser submetida a ataque com Nital 2%. Pode-se observar que a microestrutura é constituída por ferrita proeutetóide e perlita. Observa-se ainda que a ferrita proeutetóide nucleou-se preferencialmente nos antigos contornos de grão da austenita que mais tarde viera a se transformar em perlita. Trata-se de uma estrutura homogênea típica de um aço ABNT 1045 normalizado.



* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

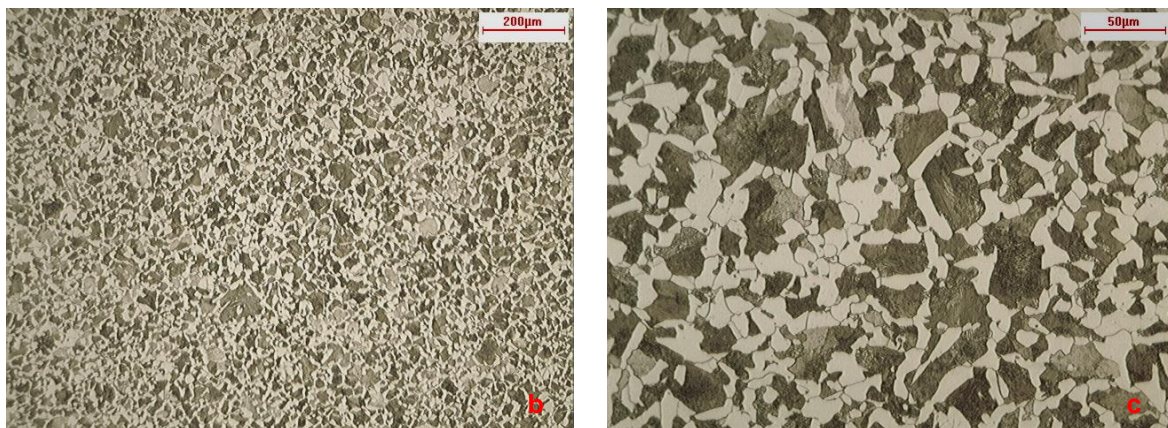


Figura 4. Micrografias do aço ABNT 1045 no estado de entrega. (a) Sem ataque químico - 100x. (b) Nital 2% - 100x. (c) Nital 2% - 400x - MO.

3.2 Influência da Temperatura e Tempo de Austenitização sobre o Tamanho de Grão Austenítico

A Figura 5 apresenta algumas micrografias (ataque com reativo proposto) obtidas por microscopia óptica das amostras austenitizadas nas temperaturas de 860°C, 950°C e 1100°C por diferentes intervalos de tempo (40min, 90min e 180min).

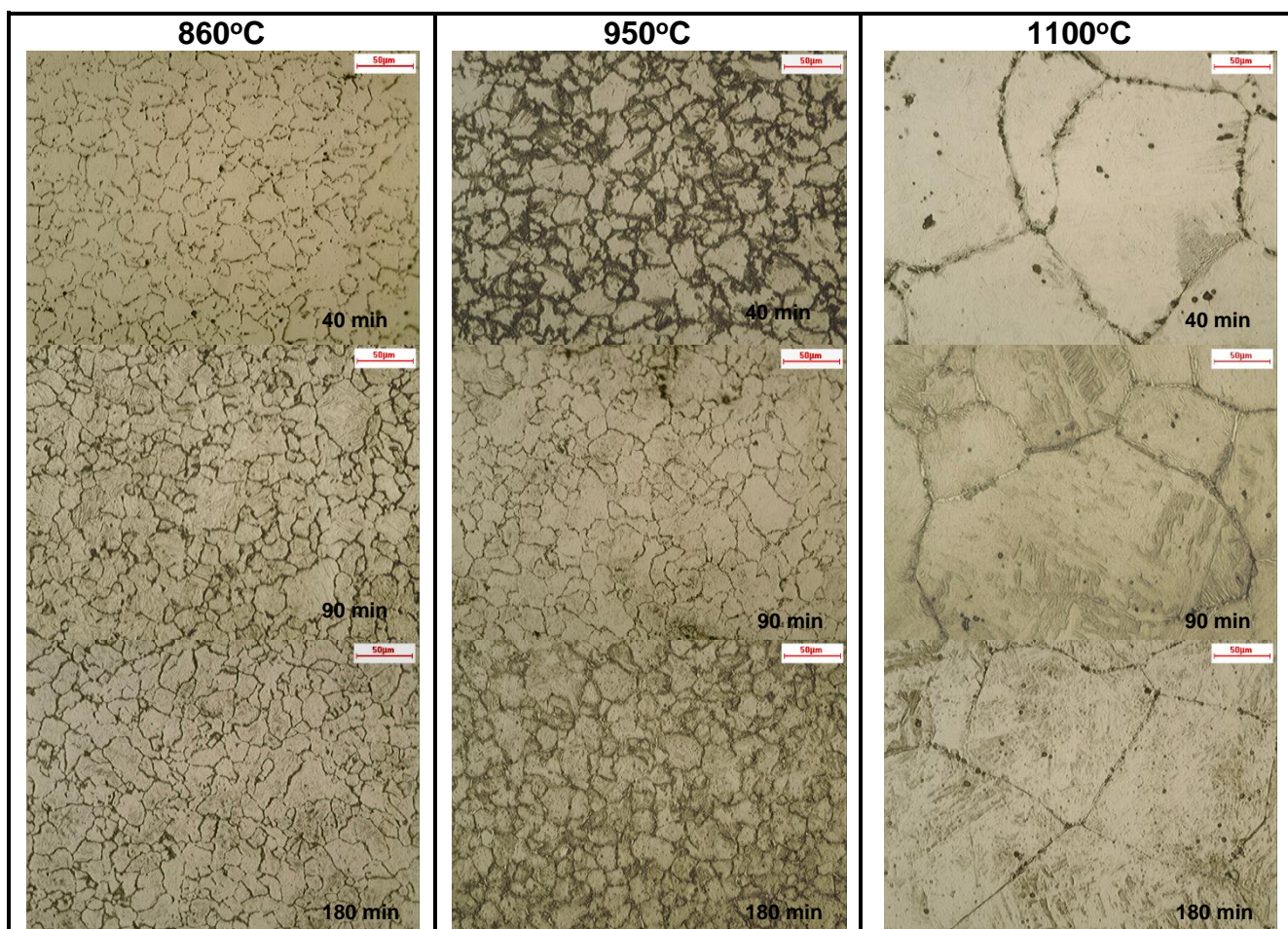


Figura 5. Micrografias do aço ABNT 1045 austenitizado em diferentes temperaturas por diferentes intervalos de tempo - 400x - MO.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

Pode-se observar que o ataque proposto é um eficiente método de contraste para revelar os antigos contornos de grãos austeníticos. Observa-se ainda que o ataque não é homogêneo em toda estrutura, variando sua intensidade de região para região da mesma amostra e também de amostra para amostra, mesmo mantendo o tempo de ataque constante.

Por meio da aplicação da metodologia proposta de medição de tamanho de grãos, foi possível avaliar a influência da temperatura e do tempo sobre o tamanho de grão austenítico. A Figura 6 apresenta um comparativo que ilustra o efeito do tempo sobre o tamanho de grão austenítico para cada uma das temperaturas de austenitização, assim como a Figura 7 apresenta o efeito da temperatura fixando-se o tempo de austenitização.

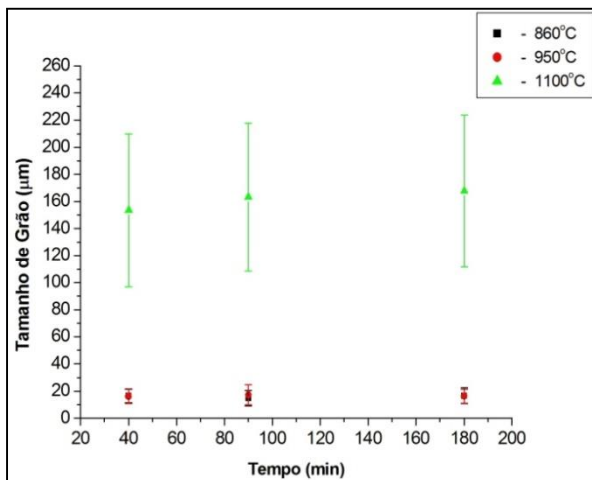


Figura 6. Efeito do tempo de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico.

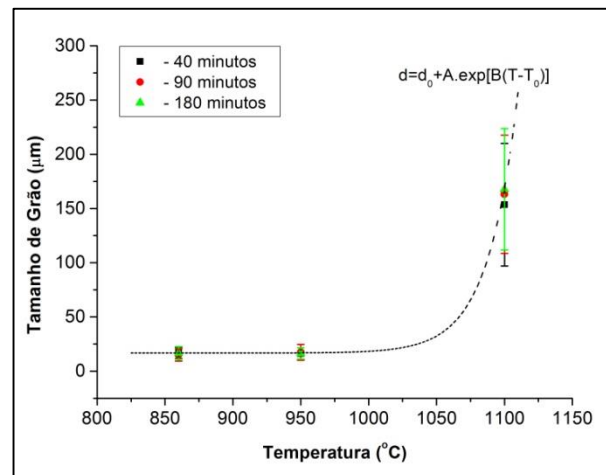


Figura 7. Efeito da temperatura sobre o tamanho de grão austenítico.

Pode-se observar que, para as condições estudadas, o tempo possui pouca influência sobre o tamanho de grão austenítico, ficando claro que quanto menor a temperatura de austenitização menor é a contribuição do tempo no crescimento de grão.

O efeito do tempo de austenitização sobre o tamanho de grão pôde ser aproximado pela equação $d = k\sqrt{t}$. Por meio de regressões não lineares, foi possível determinar o valor de k para cada temperatura de tratamento. As amostras tratadas a 860°C, 950°C e 1100°C apresentaram valores de k de $1 \times 10^{-4} \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1/2}$, $8 \times 10^{-3} \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1/2}$ e $2,2 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1/2}$.

Observa-se que o aumento do tamanho de grão em função da temperatura é exponencial para um mesmo intervalo de tempo de tratamento. Por meio de regressões não lineares, foi possível mostrar que a dependência do tamanho de grão austenítico (d) com a temperatura (T) obedece à lei $d = d_0 + A \cdot e^{[B(T-T_0)]}$ onde d_0 é o tamanho de grão austenítico em uma temperatura T_0 , assim como A e t são constantes de ajuste. Para os três intervalos de tempo estudados, considerando $T_0=860^\circ\text{C}$, os parâmetros de ajuste encontrados foram: $d_0=16,6\mu\text{m}$, $A=2 \times 10^{-3}$ e $B=4,5 \times 10^{-2} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$.

A Figura 8 apresenta um comparativo entre distribuições de frequência de tamanho de grão austenítico para as amostras C, F e I. Pode-se observar um perfil de distribuição normal, de forma que quanto maior a temperatura mais deslocado para a direita ele está. Observa-se que a diferença de distribuição entre as amostras C e F é pequena, mas há um significativo deslocamento para a direita das barras

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

associadas à amostra I. O tamanho médio de grão austenítico encontrado para as amostras C, F e I foram respectivamente 15 μ m, 16 μ m e 169 μ m.

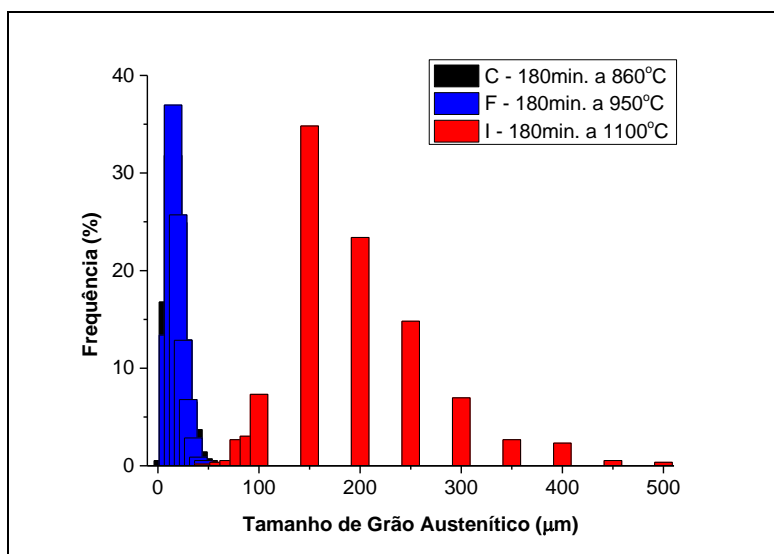


Figura 8. Distribuições de frequência de tamanho de grão austenítico nas amostras C, F e I.

As amostras C, F e I foram novamente preparadas e atacadas com Nital 2%. As mesmas foram analisadas com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura e pôde-se observar que elas apresentam diferenças significativas quanto à morfologia da martensita decorrente da têmpera. As três amostras foram submetidas ao mesmo intervalo de tempo, 180 minutos, porém com diferentes temperaturas de austenitização. Nota-se pela Figura 9 que a partir da amostra C a martensita é mais grosseira.

A Figura 10 representa os valores médios de durezas HRc encontrados para todas as amostras estudadas. As durezas das amostras tendem a diminuir com o aumento do tamanho de grão austenítico.

A dureza HRc é válida a partir de 20HRc, dessa forma a dureza da amostra do estado de entrega deveria ser realizado em HRa, mas para possibilitar a comparação com as amostras temperadas, fez-se uso da metodologia HRc. O valor de dureza para a amostra do estado de entrega é muito menor, como já era esperado.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

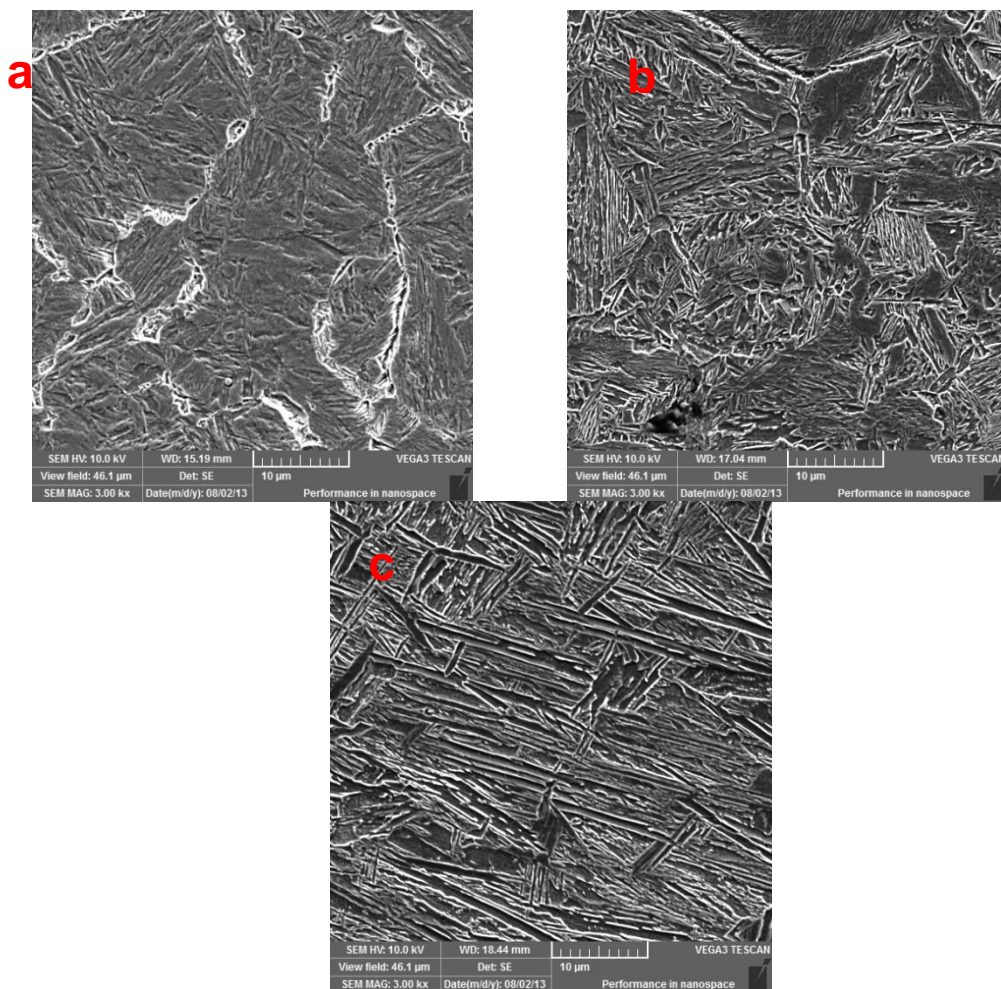


Figura 9. Microestrutura da martensita para as amostras C – 860°C (a), F – 950°C (b) e I - 1100°C (c) - MEV - 3000x - nital 2%.

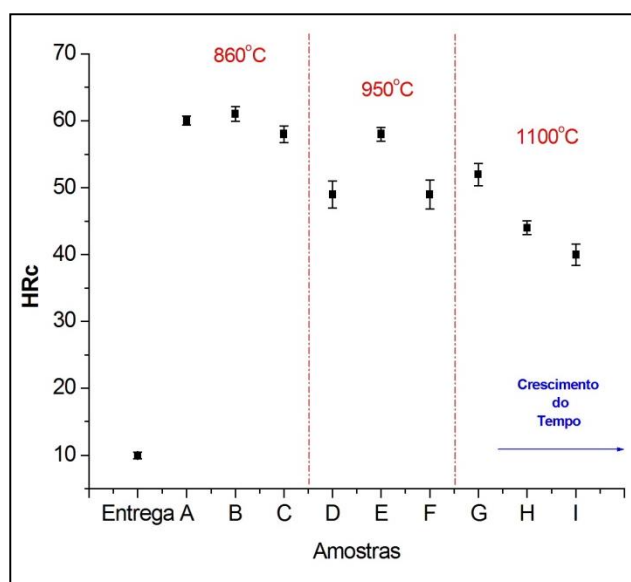


Figura 10. Gráfico da dispersão de durezas das amostras em estudo.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

4 CONCLUSÃO

O reativo proposto é eficiente para revelar o antigo contorno de grão austenítico do aço ABNT 1045 temperado em água. Entretanto, o ataque com este reativo não é homogêneo ao longo de toda a amostra.

O ataque químico com o reativo proposto foi uma metodologia experimental eficiente para se desenvolver o estudo de influência da temperatura e do tempo de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico do aço ABNT 1045.

Para as condições estudadas, o tempo exerceu pouca influência sobre o tamanho de grão austenítico do aço estudado, ficando claro que quanto menor a temperatura de austenitização menor é a contribuição do tempo no crescimento de grão. Para uma temperatura constante de tratamento a lei que relaciona o tamanho de grão austenítico com o tempo é do tipo $d = k\sqrt{t}$, onde k é uma constante de ajuste.

O tamanho de grão austenítico cresceu exponencialmente com a temperatura de austenitização para um mesmo intervalo de tempo de tratamento. A lei que relaciona o tamanho de grão austenítico com a temperatura de austenitização para um mesmo intervalo de tempo de tratamento é do tipo $d = d_0 + A \cdot e^{[B(T-T_0)]}$, onde A e B são constantes de ajuste.

O tamanho de grão austenítico influenciou significativamente a morfologia e a dureza da estrutura martensítica pós têmpera do aço ABNT 1045. Quanto maior o tamanho de grão austenítico, mais grosseira é a martensita, assim como menor é a dureza do aço.

REFERÊNCIAS

- 1 Cota AB, Lacerda CAM, Oliveira FLG, Araújo FGS. Influência da temperatura de austenitização sobre a cinética de formação da ferrita em um aço microligado com Nb. Revista Escola de Minas. 2002;55(4):273-277.
- 2 Guimarães JRC, Rios PR. Martensite start temperature and the austenite grain-size. Journal of Materials Science. 2010;45(4):1074-77.
- 3 Heinze C, Pittner A, Rethmeier M. Dependency of martensite start temperature on prior austenite grain size and its influence on welding-induced residual stresses. Computational Materials Science. 2013;69:251-260.
- 4 Carvalho FL. Influência do tamanho de grão austenítico na resistência à corrosão sob tensão de aços para aplicação sour servisse [Dissertação de Mestrado]. Belo Horizonte, UFMG; 2007.
- 5 Motoda K. Effect of prior austenite grain size on sulfide stress corrosion cracking susceptibility of Cr-Mo-steels. Transactions ISIJ; 1983. p.23.
- 6 Golanski G, Kupczyk J. The influence of austenitization on grain size and mechanical properties of regenerative G21CrMoV4-6 cast steel. Archives of Materials Science and Engineering. 2008;33:29-34.
- 7 Khlusova EI, Kruglova AA, Orlov VV. Effect of chemical composition and heat and train treatment on austenite grain size in low-carbon steel. Academic Journal Metal Science and Heat Treatment. 2007;49(12):549-555.
- 8 Vander Voort GF. Metallography: principles and practice. New York: McGraw-Hill Book; 1984.
- 9 Brownrigg A, Curcio P, Boelen R. Etching of prior austenite grain boundaries in martensite. Metallography. 1975;8:529-33.
- 10 Cohen JB, Hurlich A, Jacobson M. A metallographic etchant to reveal temper brittleness in steel. Trans ASM. 1947;39:09-38.
- 11 Day MJ, Austin JB. Heat etching as a means of revealing austenite grain size. Trans ASM. 1940;28:354-71.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



- 12 Andrés GC, Bartolomé CC, Martín DS. Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels. *Materials Characterization*. 2001;46:389-398.
- 13 Lozinskii MG. *High temperature metallography*. Oxford: UK. Pergamon; 1961.
- 14 Andrés CG, Caballero FG, Capdevila C, Martín DS. Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages. *Materials Characterization*. 2003;49:121-127.
- 15 Cho KS, Sim HS, Kim JH, Choi JH, Lee KB, Yang HR, *et al.* A novel etchant for revealing the prior austenite grain boundaries and matrix information in high alloy steels. *Materials Characterization*. 2008;59:786-793.

* *Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.*