

AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE CONTRASTE PARA REVELAR O CONTORNO DE GRÃO AUSTENÍTICO PRÉVIO EM AÇOS*

Paulo Sérgio Moreirar¹

Geraldo Lúcio Faria²

Reinaldo Clemente Fortes³

Reginaldo Arcanjo Rodrigues⁴

Resumo

A caracterização do tamanho de grão austenítico prévio dos aços é importante, pois a partir desta investigação é possível estimar parâmetros metalúrgicos que repercutirão na qualidade final do produto. Desenvolver métodos para a revelação do contorno de grão prévio se faz necessário, porém, muitas pesquisas apontam para a complexidade destes métodos. Este trabalho se propõe a avaliar diferentes técnicas de contraste para revelar o contorno de grão austenítico prévio dos aços ABNT 1045 e ABNT 4340. Foram utilizadas três técnicas para revelar o contorno de grão austenítico prévio, sendo: ataque químico, ataque térmico e têmpera superficial. Destacam-se o ataque térmico e a têmpera superficial como métodos inovadores. O ataque químico foi realizado em três condições, variando-se a composição de ácido clorídrico adicionado ao reativo a base de ácido pícrico. O ataque térmico foi realizado em duas condições, em atmosfera inerte e em atmosfera oxidante/inerte. A técnica de têmpera superficial consistiu em austenitizar e promover um tratamento térmico de têmpera com restrições na taxa de resfriamento, promovendo um efeito de transformação bainítica nos contornos de grãos austeníticos prévios. Pôde-se concluir que a técnica mais eficiente para os aços estudados foi o ataque químico a base de ácido pícrico. As técnicas de ataque térmico e têmpera superficial se mostraram eficientes para o aço ABNT 1045, apresentando potencial de melhoria metodológica para outros tipos de aços.

Palavras-chave: Contorno de grão austenítico prévio; Ataque químico; Ataque térmico; Têmpera superficial.

EVALUATION OF DIFFERENT CONTRAST TECHNIQUES TO REVEAL THE PRIOR AUSTENITE GRAIN BOUNDARY

Abstract

The characterization of prior austenite grain boundary of steels are important, because with this parameter knowledge, is possible to estimate metallurgical parameters that could have influence on steel product quality. The development of practical methods aiming to reveal the prior austenite grain boundaries is necessary, but many research papers highlights the complexity of these kind of methods. In this context, this work proposes to evaluate different contrast techniques to reveal the prior austenite grain in ABNT 1045 and ABNT 4340 steels. Techniques as chemical etching, heat etching and surface quenching etching were applied. The heat and surface quenching methods are innovative. The chemical etching was tested in three conditions (HCl content was changed), the heat etching was evaluated in two conditions (inert and oxidizing environment), the surface quenching etching were applied with restrictive conditions in cooling rate, aiming to obtain bainite in prior austenite grain boundaries. It was possible to conclude that the most efficient method is the chemical etching with picric acid and HCl for both studied steel. The heat and surface etching were efficient only for ABNT 1045 steel.

Keywords: Prior austenite grain boundary; Chemical etching; Heat etching; Surface quenching etching.

¹ Engenheiro Metalúrgico, MSc., Pesquisador, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.

² Físico, Dr., Professor, Depto. de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

³ Graduando em Eng. Mecânica, Estudante, Depto. de Controle e Automação, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

⁴ Graduando em Engenharia Metalúrgica, Estudante, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O tamanho de grão inicial da austenita é uma característica importante dos aços, pois influencia na cinética de transformação dos microconstituintes difusionais e adifusionais, bem como suas morfologias. A microestrutura obtida após o resfriamento contínuo confere aos aços propriedades distintas que influenciarão diretamente no campo de aplicação. Dessa forma, o conhecimento do tamanho de grão austenítico prévio dos aços é essencial para definir melhores condições operacionais como, por exemplo, temperatura de austenitização e tempo de encharque.

A revelação do contorno de grão prévio da austenita é um procedimento complexo e muitas das vezes não se consegue bons resultados, pois alguns fatores como a composição química e tratamentos térmicos aos quais o aço foi submetido influenciam na resposta às técnicas de revelação [1]. Por isso, segundo Andrés et al. (2001), esse processo pode se tornar difícil, especialmente para aços médio carbono altamente ligados [2].

Andrés et al. (2001), citam em seu trabalho o método indireto onde utiliza-se de técnicas metalográficas para observação do antigo contorno de grão austenítico à temperatura ambiente [2]. As técnicas para a revelação do contorno de grão prévio podem ser aplicadas por meio de ataque químico, ataque térmico e por têmpera superficial [2-5]. No ataque químico, a efetividade do reativo a base de ácido pícrico é controlada pela adição de ácido clorídrico. Para melhorar a efetividade do reativo de ácido pícrico é necessário pequenas adições de ácido clorídrico (HCl), principalmente para aços alta liga que contenham especialmente cromo [3]. Tem-se a seguinte relação: quanto maior a quantidade de carbono na liga, menor adição de HCl é requerida [3].

Cho et al. (2008), ressaltam que o reagente químico baseado em ácido pícrico é muito utilizado para a determinação dos contornos de grão em aços baixa liga. Porém, esse reagente não é satisfatório para tal determinação em aços altamente ligados [4]. Já o ataque térmico consiste na exposição de amostra de aço polida a temperaturas razoavelmente elevadas, numa atmosfera inerte, promovendo a formação de ranhuras nas interseções dos contornos de grão, permitindo assim a observação dos contornos de grão ao microscópio óptico [6]. A técnica de ataque térmico é a melhor para se revelar o contorno de grão austenítico prévio em aços carbono microligados [2,7].

Em relação ao procedimento de têmpera superficial, nenhum trabalho específico foi encontrado na literatura técnica. Entretanto, estudos específicos sobre a extensão da formação de martensita em função da profundidade de têmpera revelam que, a uma certa profundidade, a martensita deixa de estar presente e, em função da taxa de resfriamento mais baixa, ocorre a formação de pequena fração de ferrita primária e bainita nos contornos de grão austenítico prévio. A revelação desta microestrutura, portanto, aparenta ser uma potencial técnica para revelação do grão austenítico original [8,9].

No presente Trabalho foram avaliadas diferentes técnicas de contraste para revelar o contorno de grão austenítico prévio em aços ABNT 1045 e ABNT 4340 e, em seguida, os resultados dos dois tipos de aço (ABNT 1045 e ABNT 4340) foram comparados. Foram utilizadas três técnicas para revelar o contorno de grão austenítico prévio, sendo: ataque químico, ataque térmico e têmpera superficial.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

As Tabelas 1 e 2 apresentam, respectivamente, a composição química das amostras dos aços ABNT 1045 e ABNT 4340 recebidos no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM) do DEMET-EM-UFOP. O aço ABNT 1045 é um aço carbono comum e o aço ABNT4340 é um aço baixa liga com teor de C próximo a 0,4%. Estes aços foram selecionados para a realização deste estudo por possuírem características químicas distintas, permitindo assim, a avaliação da eficiência das técnicas de ataque testadas para aços diferentes.

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

C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	Al
0,449	0,679	0,018	0,014	0,212	0,012	0,039	0,011	0,019

Tabela 2. Composição química do aço ABNT 4340 (% em massa).

C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo
0,398	0,702	0,0182	0,0177	0,342	1,67	0,730	0,292
Al	V	Nb	B	Ti	Co	Cu	-
0,0287	0,0064	0,0041	0,0010	0,0021	0,0556	0,0355	-

2.2 Procedimentos Experimentais

As Figuras 1, 2 e 3, apresentam, por meio de fluxogramas, as técnicas utilizadas para a revelação do tamanho de grão austenítico prévio dos aços ABNT 1045 e ABNT 4340.

Na etapa de ataque químico por imersão foi realizada a preparação metalográfica (lixamento e polimento) das amostras que foram, em seguida, quimicamente atacadas, conforme condições apresentadas na Figura 1.

O ataque térmico foi realizado em duas condições (A e B) sendo que na condição A as amostras foram previamente lixadas e polidas, seguido da austenitização em forno com atmosfera com argônio. Na condição B, as amostras foram submetidas a dois ciclos térmicos distintos. Primeiramente as amostras foram austenitizadas em forno com atmosfera oxidante, seguido da preparação metalográfica. Após a preparação metalográfica as amostras foram submetidas a um aquecimento em atmosfera inerte. As condições do ataque térmico estão apresentadas na Figura 2. Na Figura 3 estão apresentadas as etapas da técnica de têmpera superficial. Deve-se destacar que, na preparação metalográfica, as amostras foram levemente desbastadas para se atingir uma profundidade de têmpera onde um constituinte presente na microestrutura fosse a bainita no antigo contorno de grão austenítico.

Para todas as técnicas de ataque avaliadas, as amostras foram posteriormente submetidas a análises microestruturais ao microscópio óptico (MO). Foi utilizado um microscópio óptico PANTEC do Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM) do DEMET-EM-UFOP.

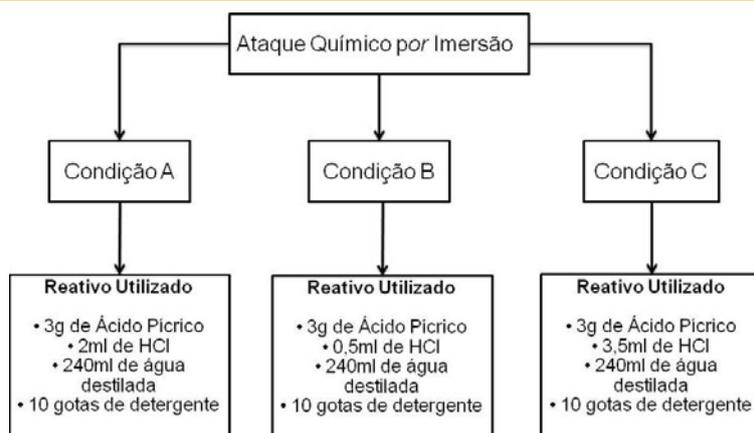


Figura 1. Composição química dos reativos a base de ácido pícrico.

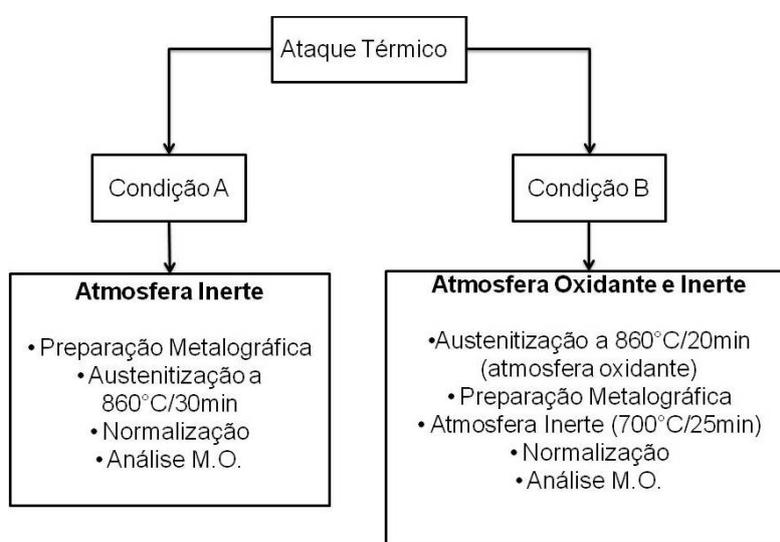


Figura 2. Condições de realização do ataque térmico.

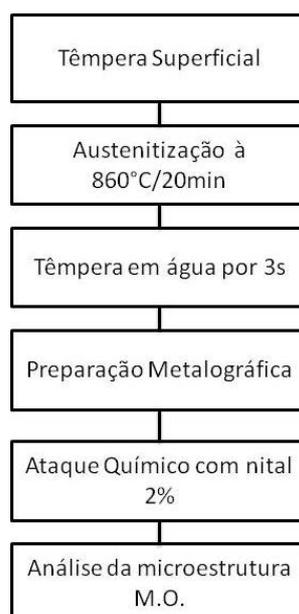


Figura 3. Etapas da técnica de têmpera superficial.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste item serão apresentados e discutidos os principais resultados das três técnicas de revelação do tamanho de grão prévio de amostras dos aços ABNT 1045 e ABNT 4340.

3.1 Ataque Químico

As Figuras 4, 5 e 6 apresentam os resultados obtidos pela aplicação da técnica de ataque químico, a base de ácido pícrico, para a revelação do contorno de grão austenítico prévio dos aços ABNT 1045 e ABNT 4340.

Foram utilizadas três composições do reativo à base de ácido pícrico, variando-se apenas a quantidade de ácido clorídrico (HCl). Para menores quantidades adicionadas de ácido clorídrico, melhores foram os resultados da delineação dos contornos de grãos austeníticos prévios para os dois aços estudados, como verificado na Figura 5. Brewer et al. (1991) afirmam que a adição de HCl melhora a efetividade do reativo a base de ácido pícrico, pois o HCl ativa a superfície, potencializando a ação do ácido pícrico. Ainda segundo os autores, a adição de quantidades inadequadas de HCl pode promover um ataque muito brando, se adicionado em quantidades pequenas, ou um superataque, se adicionado em excesso. Eles destacam que esta quantidade ideal de HCl depende fortemente da composição química do aço. Aços baixo carbono e com baixa concentração de elementos de liga são menos susceptíveis a ação corrosiva do reagente, ao passo que aços com teor de carbono mais elevado e com significativo teor de elementos de liga são mais afetados pela ação do HCl [3].

Na Figura 5, pode-se observar que o ataque do aço ABNT 1045 foi mais brando em relação ao verificado para o aço ABNT 4340. A justificativa para este fato está na concentração de HCl utilizado (0,5ml). Como o aço ABNT 4340 possui teores de elementos de liga significativamente superiores aos do aço ABNT1045 ele teria sido mais susceptível ao efeito da pequena concentração de HCl, confirmando o que é descrito pela literatura. Aumentando-se a concentração de HCl para 2,0ml, pode-se observar na Figura 4 que os contornos de grãos austeníticos prévios estão com maior contraste, porém para o aço ABNT4340 verifica-se um início de superataque, o que indica que a concentração de HCl está corroendo exageradamente a superfície da amostra, o que não acontece para o aço ABNT 1045 [3,4].

O excesso de ácido clorídrico na composição química do reativo a base de ácido pícrico dificulta o controle do ataque químico, promovendo uma corrosão drástica da superfície da amostra (superataque), inviabilizando a análise microestrutural, como apresentado na Figura 6.

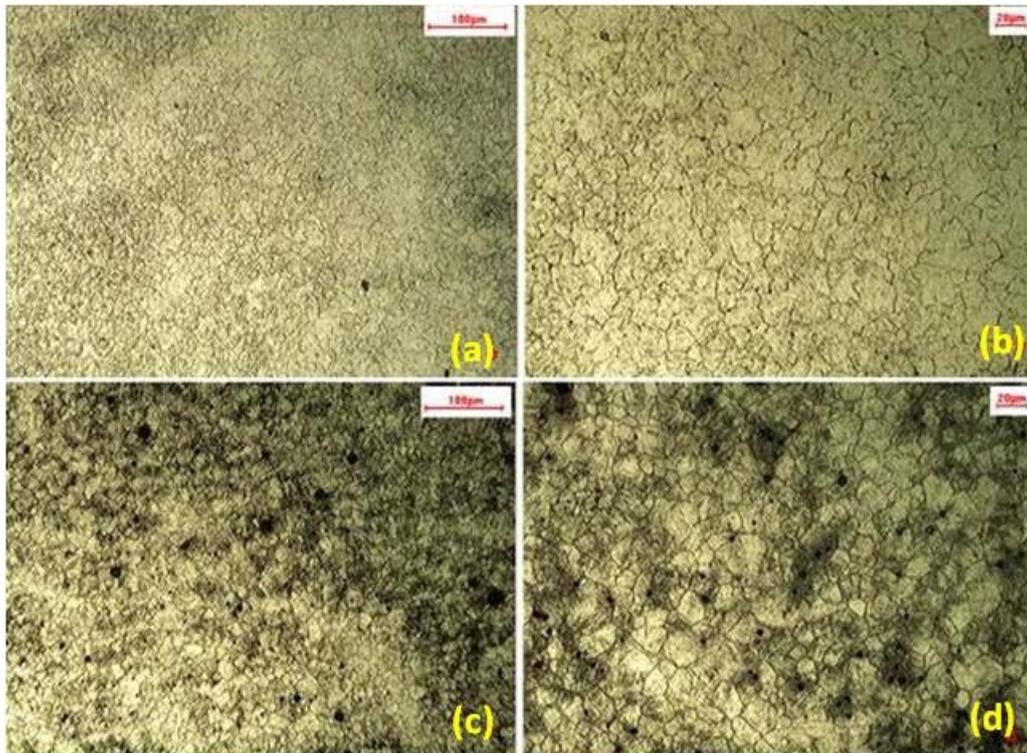


Figura 4. Contornos de grãos austeníticos prévios revelados por ataque químico – Condição A (2ml de HCl). (a) ABNT 1045 - 200x, (b) ABNT 1045 - 400x (c) ABNT 4340 – 200x (d) ABNT 4340 – 400x.

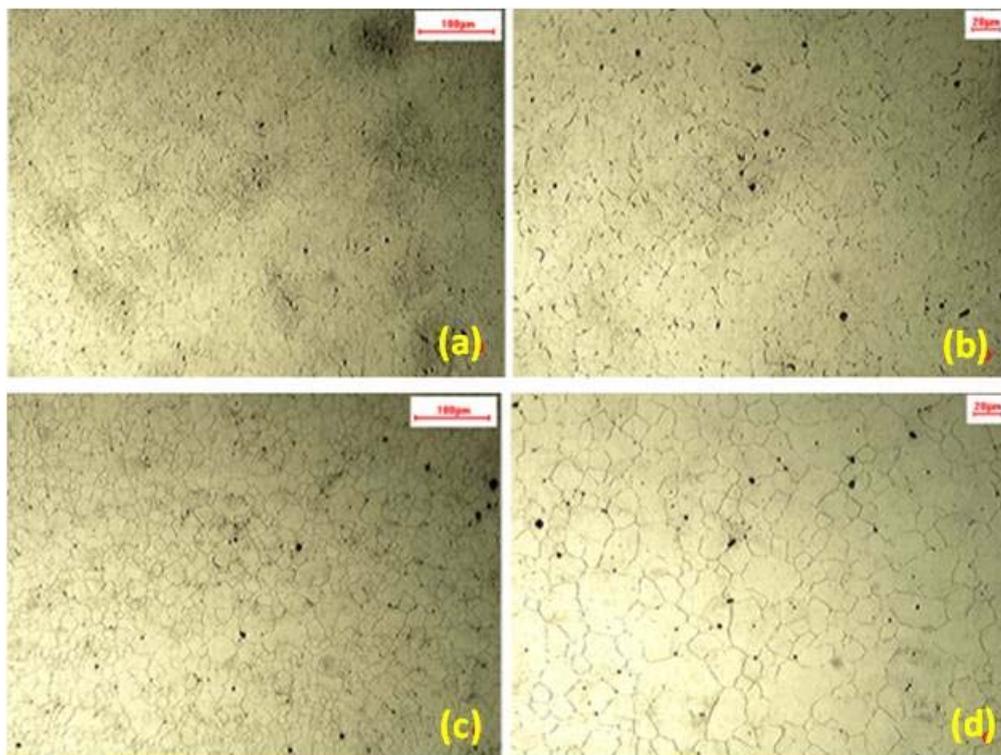


Figura 5. Contornos de grãos austeníticos prévios revelados por ataque químico – Condição B (0,5ml de HCl). (a) ABNT 1045 - 200x, (b) ABNT 1045 - 400x (c) ABNT 4340 – 200x (d) ABNT 4340 – 400x.

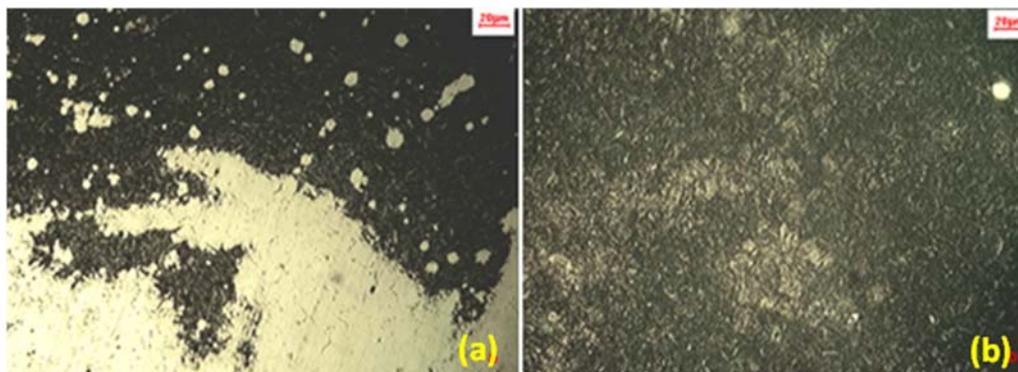


Figura 6. Ataque químico insatisfatório com reativo a base de ácido pícrico – Condição C (3,5ml de HCl). (a) ABNT 1045 - 400x, (b) ABNT 4340 - 400x.

3.2 Ataque Térmico

As Figuras 7 e 8 apresentam os resultados da técnica de ataque térmico para a revelação do contorno de grão austenítico prévio dos aços ABNT 1045 e ABNT 4340.

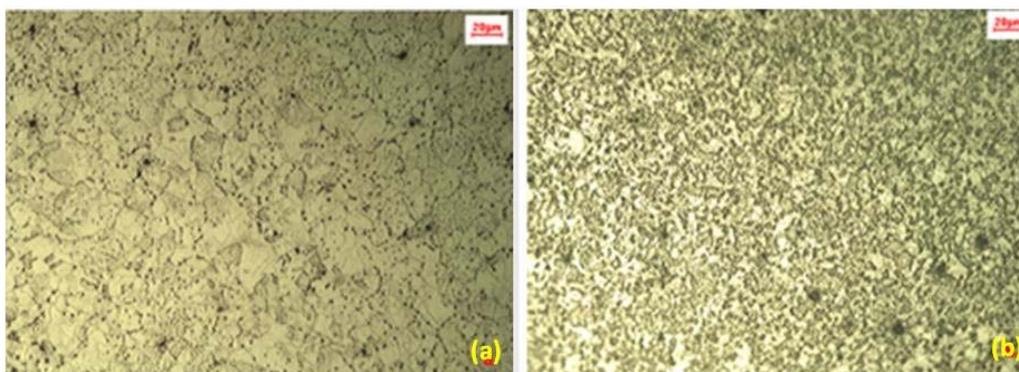


Figura 7. Ataque térmico – Condição A. (a) ABNT 1045 – 400x, (b) ABNT 4340 – 400x.

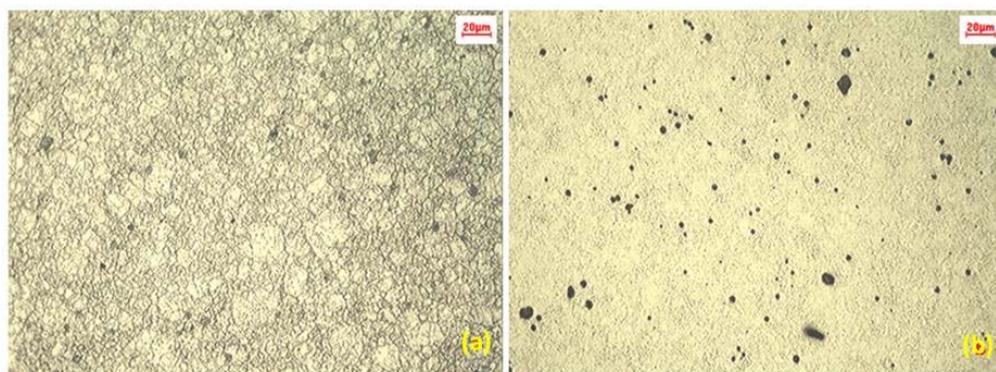


Figura 8. Ataque térmico – Condição B. (a) ABNT 1045 – 400x, (b) ABNT 4340 – 400x.

Pode-se observar que ambas as condições testadas não foram eficientes para o aço ABNT 4340. Entretanto, foi possível revelar os antigos contornos de grão austeníticos na amostra ABNT 1045, sendo a condição mais eficiente a B. Pode-se justificar a diferença de contraste entre as condições A e B pelo fato de na condição B a amostra ter sido submetida a uma austenitização prévia, que contribuiu para a homogeneização da austenita, seguida de uma etapa de oxidação controlada em uma temperatura mais baixa e por um intervalo de tempo menor.

Na austenitização em atmosfera oxidante os elementos químicos foram solubilizados e difundiram-se para os contornos de grão, regiões de maior energia, e essas regiões oxidaram-se preferencialmente, de forma controlada, permitindo o contraste entre essas regiões e o volume do grão. O comportamento do aço ABNT 4340 ao ataque térmico foi distinto ao do aço ABNT 1045, pois, possivelmente, na solubilização alguns elementos de liga difundiram-se em volume, dificultando a oxidação seletiva no contorno de grão e conseqüentemente, o contraste com o volume do grão.

3.3 Têmpera Superficial

A Figura 9 apresenta os resultados da técnica por têmpera superficial para a revelação do contorno de grão austenítico prévio dos aços ABNT 1045 e ABNT 4340.

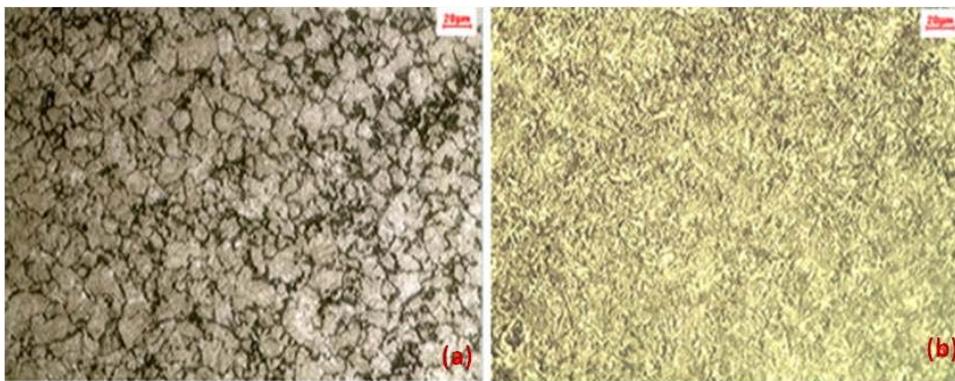


Figura 9. Contornos de grãos austeníticos prévios revelados por têmpera superficial (a) ABNT 1045 – 400x (b) ABNT 4340 – 400x.

Observa-se na Figura 9b que para o aço ABNT 4340 não foi possível delimitar os contornos de grãos austeníticos prévios porque revelou a microestrutura martensítica resultante do resfriamento rápido. Como o aço ABNT 4340 tem elevada temperabilidade, o processo de nucleação da ferrita pró-eutetoide ou bainita nos contornos de grãos austeníticos não é efetivo, dificultando a revelação do contorno de grão austenítico prévio. Apesar do aço ABNT 1045 também apresentar significativa temperabilidade, o processo de nucleação de pequena fração de perlita fina e de bainita nos contornos de grãos austeníticos prévios, favoreceu a delimitação desses contornos na amostra deste aço [8,9].

4 CONCLUSÕES

Entre as técnicas de ataque empregadas, pode-se concluir que o ataque químico à base de ácido pícrico foi o que melhor desempenhou a função de revelar os contornos de grãos austeníticos prévios nos aços ABNT 1045 e ABNT 4340.

No ataque químico a base de ácido pícrico, a concentração de ácido clorídrico (HCl) é de fundamental importância para a eficiência da técnica. Quanto maior o teor de C ou de elementos de liga no aço, menor deve ser a concentração de HCl.

Entre as condições de ataque térmico propostas, nenhuma se mostrou eficiente para revelar os contornos de grão austenítico prévio no aço ABNT 4340, porém a condição de oxidação controlada em atmosfera de argônio após prévia

austenitização do aço se mostrou viável para o aço ABNT 1045, sendo necessários estudos complementares com o objetivo de aperfeiçoamento da técnica.

A técnica de têmpera superficial atingiu os objetivos propostos apenas para o aço ABNT 1045 em função de sua curva de resfriamento contínuo ser mais deslocada para a esquerda em relação à do aço ABNT 4340. Estudos complementares de controle da velocidade de resfriamento desta técnica podem melhorar a eficiência da mesma para aços de elevada temperabilidade.

REFERÊNCIAS

- 1 Ferdian, C.; Ariati, M. & Norma, A. Method for detecting austenite grains in low-carbon steel after hot deformation. *Metal Science and Heat Treatment*. 2013; v.55:5 - 6.
- 2 Andres, C.G.de; Bartolomé, M. J.; Capdevila, C.; Martin, D.S.; Caballero, F. G.; López, V. Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels. *Materials Characterization*. 2001; v.46: 389 - 398.
- 3 Brewer, A. W.; Erven, K. A.; Krauss, G. Etching and image analysis of prior austenite grain boundaries in hardened steels. *Materials Characterization*. 1991; v.27: 53 - 56.
- 4 Cho, K. S.; Sim, H. S.; Kim, J. H.; Choi, J. H.; Lee, K. B.; Yang, H. R.; Kwon, H. A novel etchant for revealing the prior austenite grain boundaries and matrix information in high alloy steels. *Materials Characterization*. 2008; v.59: 786 - 793.
- 5 Zhang, L. & Guo, D.C. A General Etchant for Revealing Prior-Austenite Grain Boundaries in Steels. *Materials Characterization*. 1993; v.30: 299 - 305.
- 6 Andres, C.G.de; Caballero, F. G.; Capdevila, C.; Martin, D.S. Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages. *Materials Characterization*. 2003; v.49: 121 - 127.
- 7 Martín, D.S.; Palizdar, Y.; Cochrane, R.C.; Brydson, R.; Scott, A.J. Application of Nomarski differential interference contrast microscopy to highlight the prior austenite grain boundaries revealed by thermal etching. *Materials Characterization*. 2010; v.61: 584 - 588.
- 8 Sauver, A. *Metallography and heat treatment of iron and steel*, 4th edition, New York: McGraw-Hill, 1935.
- 9 Zaky, A. I.; El-Morsy, A.; EL-Bitar, T. Effect of different cooling rates on thermomechanically processed high-strength rebar steel. *Journal of Materials Processing Technology*. 2009; v.209: 1565 -1569.