



V CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA  
V NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING  
18 a 22 de agosto de 2008 – Salvador – Bahia - Brasil  
August 18 – 21, 2008 - Salvador – Bahia – Brazil

## METALOGRAFIA QUALITATIVA E QUANTITATIVA DE GRÃOS DE AUSTENITA PRÉVIA DE AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA

Aguiar, Marcos Augusto Soares de, marcos\_augustosoares@oi.com.br<sup>1</sup>

Rodrigues, Francisco Leonel Santos, leonelrodrigues@uol.com.br<sup>1</sup>

Silva, Mário Cezar Alves, cesar@cefetba.br<sup>1</sup>

Oliveira, Dilcian Gomes Ribeiro, dilcian@cefetba.br<sup>1</sup>

Mei, Paulo Roberto, pmei@fem.unicamp.br<sup>2</sup>

Sobral, Maria Dorotéia Costa, doroteia@cefetba.br<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CEFET-BA, R. Emidio Santos, s/n. Salvador –Ba. CEP 40301-015.

<sup>2</sup>FEM-UNICAMP-SP, R. Mendeleiv, 200. Cidade Universitária Zeferino Vaz, Campinas – SP. CEP 13083-970

**Resumo:** O desenvolvimento de aços ARBL através do lingotamento contínuo de placas finas (*near-net shape*) requer paralelamente o aprimoramento de técnicas auxiliares na análise do produto gerado. Uma das formas de análise se faz através da metalografia óptica, de forma qualitativa e quantitativa. Esta análise é feita não só para verificação do resultado final obtido, mas também para acompanhamento do produto durante as etapas intermediárias de fabricação. Uma forma usada tem sido o “congelamento” da microestrutura e posterior análise da austenita prévia, porque o seu tamanho de grão influenciará no tamanho de grão ferrítico final. A observação e medição do tamanho de grão continuam exigindo novas práticas metalográficas. Neste trabalho são analisadas a influência dos principais parâmetros de metalografia, composição química dos reagentes, tempo e temperatura de ataque, e da condição de observação ao microscópio óptico, campo claro, campo escuro e luz polarizada, sobre os resultados de contraste que permitam medir com precisão o tamanho de grão da austenita prévia. Os melhores resultados de visualização dos contornos de grãos foram obtidos com o reagente Marshall, usado logo que preparado ou até no máximo com dois dias, seguido do uso do mesmo Marshall com posterior ataque de Nital 2% ou Vilella, de forma a melhorar o contraste entre os grãos. O método proposto para medição de tamanho de grão acima de 100  $\mu\text{m}$  conseguiu produzir resultados com precisão relativa abaixo de 10% conforme recomenda a norma ASTM E112-96 para o material testado.

**Palavras-chave:** austenita prévia, tamanho de grão, aço microligado, microscopia óptica

### 1. INTRODUÇÃO

As ligas ferrosas continuam a representar um grande percentual do uso em variadas aplicações, que vão de núcleos de transformadores a estruturas de construção civil e naval, na indústria de petróleo e automotora. Novas tecnologias foram desenvolvidas para a melhoria de suas propriedades e redução de custos de fabricação, o que resulta não apenas em novas aplicações para estes materiais como a possibilidade de operação em condições mais severas. O desenvolvimento de novas tecnologias, como o lingotamento contínuo de placas finas de aços microligados (*near-net shape*), requer paralelamente o desenvolvimento de técnicas auxiliares na análise do produto gerado por estas tecnologias.

Uma das formas de análise destes materiais se faz através da metalografia óptica, de forma qualitativa e quantitativa. Esta análise é feita não só para verificação do resultado final obtido, mas também para acompanhamento do produto durante as etapas de fabricação.

A observação e medição do tamanho de grão continuam exigindo novas práticas metalográficas, principalmente para materiais sendo desenvolvidos por novas tecnologias. Foi analisada a influência dos principais parâmetros de metalografia, reagentes, tempo e temperatura de ataque, condição de observação ao microscópio óptico, campo claro, campo escuro e luz polarizada, sobre os resultados de contraste que permitam medir com precisão o tamanho de grão austenítico das etapas intermediárias do processamento de aços microligados. O método adotado garante o cálculo do desvio padrão mesmo para tamanhos de grão acima de 100  $\mu\text{m}$ , como é o caso do grão prévio da austenita antes de tratamento termomecânico.

## 2. AÇOS MICROLIGADOS

A busca da melhoria da relação entre qualidade e produtividade tem levado a indústria metalúrgica ao desenvolvimento de maior controle da microestrutura do material que produzem. Boettinger *et al* [2000] definem a microestrutura, não somente como sendo o centro da ciência dos materiais e engenharia, mas também como a ligação estratégica entre o processamento dos materiais e o comportamento destes. Neste caso, o seu controle é essencial para as atividades de processamento dos materiais, especialmente das ligas ferrosas, que ainda representam a maior produção do mundo, e que no Brasil apenas as ligas de Fe-C em 2004 contribuíram com pelo menos 33 milhões de toneladas métricas.

A metalografia é um recurso poderoso no desenvolvimento da pesquisa e no controle industrial. Embora muito se tenha feito nessa área, bons resultados permanecem dependentes da prática constante e da adaptação aos novos materiais que surgem. Aços microligados com baixos teores de carbono desafiam os metalográficos quando da obtenção de boa visualização e contraste de fotomicrografia necessários para uma medição de tamanho de grão austenítico com precisão. A correta caracterização da microestrutura de etapas intermediárias de processos de fabricação possibilita a correta modelagem e previsão da microestrutura final e conseqüentemente das propriedades requeridas.

Os aços microligados denominados ARBL, de alta resistência e baixa liga, vêm sendo desenvolvidos desde a década de 60 e suas principais propriedades resultam da combinação da composição química com o tratamento termomecânico aplicado [Davenport, 1975; Gladman, 1997]. Na obtenção de tiras finas e chapas grossas, usadas respectivamente em carroceria de automóveis e dutos de grande diâmetro, são observados cuidadosamente os percentuais de carbono e nitrogênio e dos elementos microligantes como vanádio, titânio e nióbio para garantir a formação de carbonitreto, essenciais para o aumento da resistência mecânica [Pickering, 1978]. As condições do tratamento termomecânico definirão como e quando a precipitação dos carbonitreto ocorrerá [Davenport, 1975; DeArdo, 2001; Campos, 2003], influenciando de forma significativa na microestrutura resultante e conseqüentemente nas propriedades mecânicas finais.

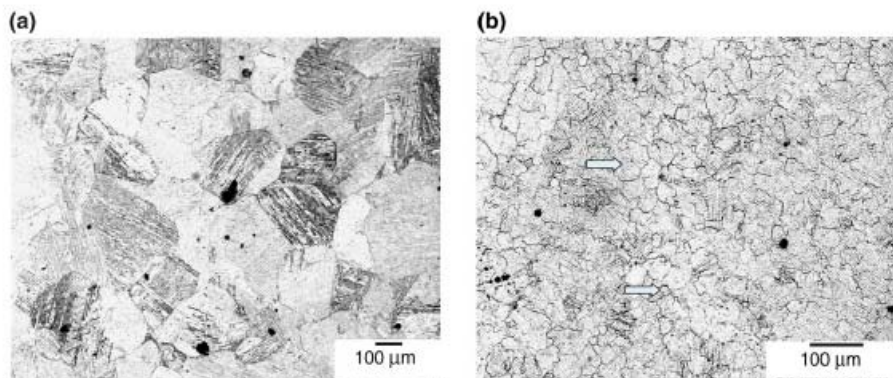
No lingotamento contínuo dos aços microligados, os carbonitreto precipitados durante a solidificação fornecem a condição de ancoragem dos contornos de grãos que evitam o seu crescimento excessivo antes da laminação, quando estão submetidos ao reaquecimento e encharque em temperaturas acima de 1250°C [Kaspar, 1998; Priestner, 1998]. O tamanho de grão austenítico inicial controla o comportamento da recristalização, mecanismo principal que atuará para o refino do grão final. Quanto menor o tamanho de grão final, melhor a tenacidade e a resistência mecânica, sendo esta a única forma de se melhorar simultaneamente estas duas propriedades, já que por outros mecanismos, quando se aumenta a resistência mecânica se reduz a tenacidade [Mei e Costa e Silva, 1988]. Por isso a observação e medição do tamanho de grão austenítico prévio são importantes para a determinação das características microestruturais do aço e conseqüentemente de suas propriedades.

### 2.1 Metalografia da austenita prévia

Gardiola *et al* [2001] estudaram especificamente a textura da austenita formada durante o processamento termomecânico por Lingotamento de Tiras Finas (CSP – Compact Strip Production) de aço ARBL e a estrutura ferrítica decorrente dessa austenita por meio de difratogramas de Raios X e a microscopia óptica para visualização da microestrutura final.

No estudo do efeito dos elementos microligantes no crescimento de grão austenítico em um aço ARBL por Fernández *et al* [2007], a medição do tamanho de grão austenítico foi feita usando solução aquecida à 60°C de ácido pícrico com *teepol*, mas os autores não apresentam as fotomicrografias de onde fizeram as medições conforme a ASTM E112.

Para microestruturas bimodais de aços ARBL caracterizados por Chakrabarti *et al* [2007], o reagente usado para a visualização dos contornos de grão prévio da austenita foi uma solução aquosa saturada de ácido pícrico a 70°C, mostrado na Fig. 1, onde é possível observar que o grão é visível por contraste, mas o contorno de grão não é destacado.



**Figura 1** Micrografias de amostras de placas reaquecidas mostrando níveis variados de bimodalidade: (a) nível zero (não bimodal), (b) nível um (baixa bimodalidade) [Chakrabarti *et al*, 2007].

Xue *et al* [2006] mostram fotomicrografias da microestrutura ferrítica de aços microligados Ti-Nb e Ti-Nb-V (Fig. 2), informando que o tamanho de grão é abaixo de 10  $\mu\text{m}$ , mas não informam quais reagentes e qual método foi usado para a visualização dos contornos de grãos e posterior medição do tamanho de grão.

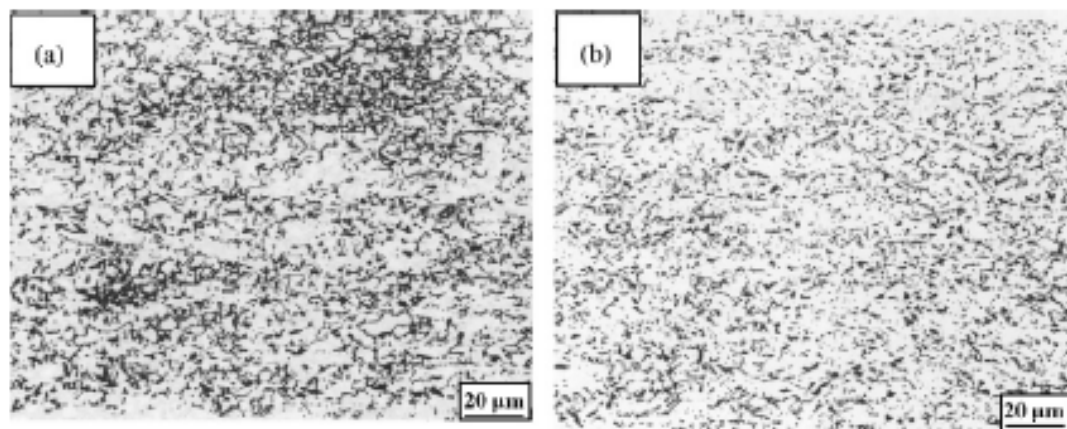


Figura 2. Microestrutura de aços microligados (a) Ti-Nb e (b) Ti-Nb-V. Xue *et al* [2006].

## 2.2 Reagentes para visualização de contorno de grão

A revelação de uma microestrutura é decorrente do processo de oxidação da superfície da amostra metalográfica, resultante da ação do agente oxidante presente na solução de ataque. O potencial de oxidação necessário é controlado pela concentração do agente oxidante ou de seus componentes. O mecanismo do ataque consiste na oxidação seletiva porque o ritmo de dissolução dos microconstituintes da estrutura é diferente para uns e outros, fazendo com que a corrosão seja dirigida para determinadas regiões em detrimento de outras [Silva e Rossi, 1977]. A região de contorno de grão de materiais metálicos é uma região de mais energia em comparação com o interior do grão, por ser local de mais defeitos da estrutura cristalina (lacunas, impurezas e discordâncias) [Callister, 2002], sofrendo uma corrosão diferenciada daquela que ocorre no interior dos grãos.

No caso dos contornos de grãos prévios da austenita, numa estrutura “congelada” por têmpera, os contornos representam a separação entre grãos de martensita, para aços de médio e alto carbono, e de martensita e bainita para aços de teor de carbono muito baixo, como é o caso dos aços microligados. Esta última condição torna particularmente difícil a visualização e demarcação destes contornos de grãos.

## 2.3 Contornos de grão da austenita prévia de aços microligados

Conforme uma classificação geral é possível observar os contornos de grãos prévios da austenita por método direto ou indireto: O procedimento direto é feito por meio da utilização de um microscópio para alta temperatura, quando a microestrutura observada está acima da zona crítica [Vander Voort, 1984]. Existem vários procedimentos indiretos, sendo os mais comuns o ataque químico, o ataque térmico e o ataque por oxidação [de Andrés *et al*, 2001].

No método por ataque térmico, a amostra é pré-polida e aquecida até a austenitização. Nestas condições são formados entalhes nas interseções dos contornos de grãos da austenita com a superfície polida. Estes entalhes permanecem após o resfriamento e são visíveis à temperatura ambiente, mas eles podem interferir no avanço dos contornos de grãos austeníticos [de Andrés *et al*, 2003] e pode levar à medição errada do tamanho de grão. Para um aço microligado com 0,24% em massa de vanádio, os autores utilizaram uma solução de 100 ml de água destilada, 2 g de ácido pícrico ( $\text{C}_6\text{H}_3\text{N}_3\text{O}_7$ ), 50 ml de *teepol* (alkilsulfonato de sódio) e algumas gotas de HCl para revelar o contorno de grão prévio da austenita. Para aços microligados com outras composições, a revelação do contorno só foi possível com a austenitização das amostras em diferentes temperaturas. Em seguida foi feito o procedimento de polimento e ataque, repetidas vezes. Este tipo de método, no qual a amostra deve ficar longo tempo no forno pode levar ao crescimento excessivo do grão e mascarar o resultado final na medição do tamanho de grão da austenita prévia [Lawrence, 2004].

Para os aços microligados que seguem a norma API-5L, aplicados em oleodutos e gasodutos, uma maneira empregada para a visualização dos contornos de grãos prévios da austenita é o tratamento térmico. Para acompanhamento da evolução da microestrutura austenítica nas etapas intermediárias do tratamento termomecânico, tempera-se o material em salmoura para o “congelamento” da microestrutura. Dessa forma garante-se que o tamanho de grão observado não será modificado, como seria possível ocorrer se as amostras forem submetidas de novo a altas temperaturas e por longo tempo dentro do forno.

Estes aços possuem teor de carbono muito reduzido, abaixo de 0,10% em massa, para melhorar a soldabilidade [Santos *et al*, 1998], o que por sua vez reduz a temperabilidade, propriedade importante para retardar a transformação

austenita-ferrita e garantir uma microestrutura predominantemente martensítica, que permita uma melhor delimitação dos grãos prévios da austenita.

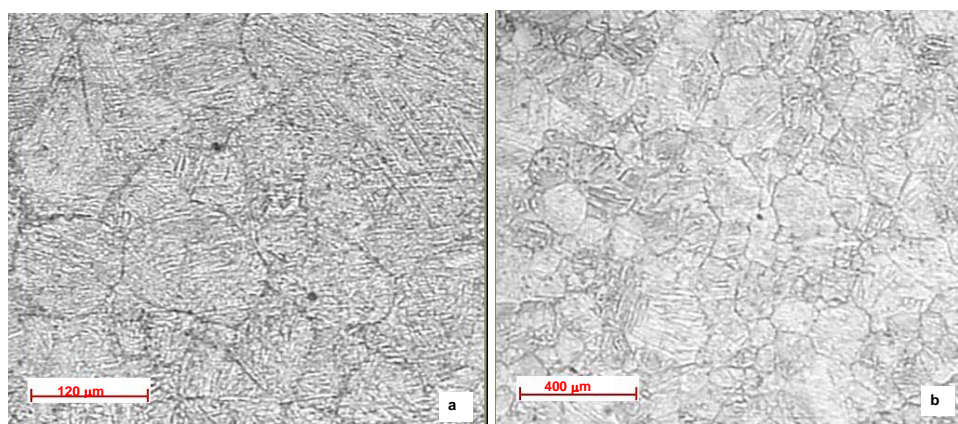
Alguns reagentes químicos foram desenvolvidos e são usados para a maioria dos aços, sendo os melhores resultados obtidos com os de Vilella e Marshall [Cuddy and Raley, 1983; Gao and Baker, 1998; Bellon, 1995], mas na sua composição original dependem de teores mais altos de carbono, fósforo e nióbio [Lawrence, 2004].

## 2.4 Metalografia quantitativa

Para a medição do tamanho de grão de uma amostra, os grãos são contados ao longo de uma linha, de um círculo ou em uma área conhecida. Tanto a norma ASTM E112-96 [2004] quanto a NB-1323/1990 da ABNT referem-se a três processos de medição de tamanho de grão: o comparativo, o planimétrico e o por intercepto. No primeiro a medição é feita por estimativa visual, baseando-se em padrões gráficos, usada quando não se requer grande precisão. O processo planimétrico requer a contagem real do número de grãos dentro de uma área previamente delimitada (5000 mm<sup>2</sup> conforme a ASTM e círculo de diâmetro com 100 mm, 200 mm ou 250 mm recomendado pela ABNT); neste processo a precisão é maior do que o processo por comparação a padrões gráficos, mas ainda apresentam resultados com desvios da ordem de 0,25 do número do tamanho de grão.

O processo por intercepto é o que apresenta melhor precisão, principalmente para microestruturas que não apresentam grãos uniformes e completamente equiaxiais. O método de intercepto linear de Heyn estima o tamanho de grão pelo número de grãos interceptados por uma ou mais linhas retas de comprimento suficiente para permitir pelo menos 50 interceptos [ASTM E112-96 (2004)]. A precisão do tamanho de grão será função do número de interseções conseguidas. Como a extremidade das linhas de teste normalmente cai dentro dos grãos, a precisão será reduzida se a contagem média por linha de teste for baixa. A norma recomenda usar uma linha para interceptar mais longa ou um menor aumento da lente do microscópio. Em determinados casos, a recomendação de aplicação do método em dois ou três campos da amostra já permitirá a obtenção da precisão necessária, caso contrário, mais campos deverão ser analisados.

Para a medição do tamanho de grão da austenita prévia de aços microligados, nas condições de reaquecimento seguido de têmpera, os grãos austeníticos podem atingir mais de 150 μm de diâmetro, o que obriga a se verificar fotomicrografias com aumento em torno de 30X para garantir pelo menos cinquenta interceptos por campo. Menor magnitude da lente na observação ao microscópio leva a uma redução do contraste que garanta a visualização para a sua contagem (Figura 3).



**Figura 3. Aço microligado (V e Nb) temperado após reaquecimento e encharque a 1250°C. Aumento de 100X em a e de 30X em b, (ataque Villella, campo claro) [Sobral, 2004].**

A segunda fonte de erro envolve a amostragem errada. Os melhores resultados são obtidos com a escolha aleatória da amostra, não se recomendando achar uma área “típica”. A terceira fonte diz respeito à representatividade que a amostra tem em relação ao todo do material. Os dois últimos tipos normalmente produzem a maior parte dos erros de medição [Vander Voort, 1982].

Como todo método por intercepto, a precisão da medida aumenta com o número de interceptos por campo, e essa precisão indica o quanto o valor obtido é representativo em relação ao tamanho médio real dos grãos [NB-1323/1990].

O procedimento de Abrams para cálculo do limite de confiança da medida pode ser usado para os métodos de medição por interceptos [NB-1323/1990]. Usando o teste do qui-quadrado em dados reais Abrams demonstrou que a variação da contagem por intercepto é próxima à distribuição normal, permitindo que as observações possam ser tratadas pela estatística da distribuição normal [E-112/96 (2004)]. Dessa forma é possível calcular o desvio padrão  $S$ , o limite de confiança de 95% e a precisão relativa percentual, que deve se situar abaixo dos 10%.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram analisados aços microligados experimentais obtidos na solidificação do metal no Simulador de Lingotamento de Placas Finas do Laboratório de Tratamentos Térmicos da Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp [Sobral, 2004]. As amostras observadas foram retiradas de corpos de prova que foram aquecidos a 1250°C em forno mufla com tempo de encharque de 40 minutos e em seguida temperados em salmoura. A composição química é apresentada na Tab. (1).

**Tabela 1 Composição química do aço microligado V-Nb**

Amostra	C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	V	Cu	Cr	Ni	N
TE, TD e TDA	0,070	1,32	0,080	0,010	0,009	0,030	0,020	0,050	0,030	0,020	0,020	0,010

Do material temperado foram retiradas duas amostras, uma diretamente para a metalografia e outra que sofreu um tratamento térmico a 400 °C por 24 horas. A primeira denominada de TE (aço microligado temperado após o tempo de encharque), a segunda TER (aço microligado temperado após o encharque e em seguida tratado termicamente como no revenimento). Também foram testadas as que passaram pelo tratamento termomecânico de laminação a quente de desbaste e acabamento no laminador denominada de TDA.

O ataque químico das amostras foi testado com o reagente mais utilizado e a partir das condições obtidas em campo claro, e verificada a condição para os demais modos de observação ao microscópio.

Para cada reagente testado, foi anotada a composição e tempo de ataque, além de outras condições como o fato de o reagente ter sido preparado no mesmo dia do ataque e se houve necessidade de repolimento e ataque mais de uma vez, para a obtenção da visualização ao microscópio.

A medição do tamanho de grão foi feita pelo método de interceptos lineares de Heyn conforme a norma ASTM E 112-96 (reaprovada em 2004).

Foi usado o Laboratório de Metalografia do Departamento de Tecnologia Mecânica e Materiais do CEFET-BA, e sua infra-estrutura, incluindo a câmara escura para revelação dos filmes e preparação das cópias em papel, com a utilização da máquina fotográfica Pentax P30 acoplada ao microscópio UNION MCB1 e do Ampliador P/B APLQIHT6-70. As fotomicrografias digitais foram obtidas em uma Câmera Nikon D-50 acoplada ao microscópio UNIONMET 9117 e tratadas em um microcomputador Pentium IV.

O procedimento adotado para a obtenção das fotomicrografias levou em conta o fato de que com tamanho de grão de valor muito alto, o menor aumento que permitisse boa visualização dos contornos levaria a um número muito pequeno de interceptos, assim cada campo foi montado a partir de pelo menos quatro fotomicrografias montadas a partir de um detalhe no campo que fosse identificável nas quatro fotos, conforme esquema da Fig. 1 apresentado por Rodrigues *et al* [2007] em trabalho desenvolvido pelo grupo de pesquisa. O procedimento foi adotado para garantir a precisão requerida pela norma E112-96 (2004), considerando-se uma distribuição normal do tamanho de grão.

### 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 4.1 Reagentes

A preparação das amostras seguiu o procedimento padrão de lixamento nas lixas 220, 320, 400 e 600. Após os primeiros ataques o lixamento recomeçava da lixa de 600, 800 e 1200 antes de passar para o polimento com pasta de diamante de 6 µm e 1 µm. Foram testados os reagentes conforme a Tab. (2).

**Tabela 2. Reagentes e condições de ataque para o aço microligado**

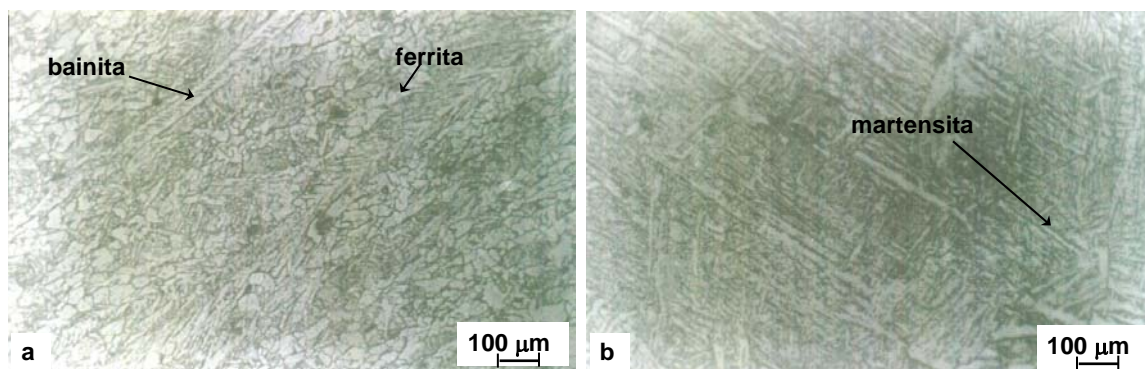
Identificação	Composição	Tempo de ataque	Condições de observação
Vilella	1 g ácido pícrico 5 ml HCl 100 ml etanol	De 5 a 20 segundos	Temperatura ambiente e a 50°C. Bom contraste entre os grãos
Vilella modificado	Vilella mais uma gota de detergente neutro	De 3 a 20 segundos	Melhor contraste dos grãos com o aumento do tempo de ataque, mas sem ataque do contorno de grão. (fig. 5.1)
Vilella com metanol	1 g ácido pícrico 5 ml HCl 100 ml metanol	De 5 a 10 segundos	Sem melhora significativa
Miller and Day	50 ml água destilada 2,5 g de FeCl <sub>3</sub>	A partir de 30 s	Não revela contorno nem apresenta contraste
Sol. de Cloreto de ferro	Solução aquosa de 1%	10 s,	Não revela contorno nem

e HCl	de FeCl <sub>3</sub> e 5% de HCl	20 s e 30 s	apresenta contraste
Marshall	5 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 8 g ácido oxálico 100 ml água	De 2 a 5 segundos (novo)	Usado só, com Nital 2% e com Vilella em etanol (fig. 5.2). Melhores resultados.
Marshall modificado	Sol. A: 2,5 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 4 g ácido oxálico 50 ml água mais Sol. B: H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30%	De 2 a 30 segundos	Bom resultado
Água régia	50 ml HCl 50 ml HNO <sub>3</sub>	De 2 a 10 segundos	Revela contraste mas provoca corrosão generalizada
Nital 2%	2 ml HNO <sub>3</sub> 98 ml etanol	De 2 a 5 segundos	Usado antes ou depois do ataque com Marshall. Usado após a água régia
Nital 10%	10 ml HNO <sub>3</sub> 90 ml etanol	De 2 a 10 segundos	Revela contraste entre os grãos, mas não o contorno

Os testes realizados com o reagente Vilella em mais de uma condição, aumento da concentração de HCl, aquecimento a 50°C, substituição do etanol por metanol e a colocação de uma gota de detergente neutro mostraram que este reagente é eficiente para definir o contraste entre os grãos mas não há definição do contorno de grão. A melhor condição entre os reagentes testados a partir da composição original do Vilella foi o modificado com uma gota de detergente. O reagente aquecido atacava muito e se dava uma corrosão generalizada na superfície da amostra. Os demais não provocaram melhora significativa na qualidade do ataque e posterior visualização ao microscópio.

Os reagentes Miller and Day, Solução de cloreto de ferro com HCl e a água régia não apresentaram bons resultados nem de contraste nem de ataque ao contorno de grão. Já o Marshall em mais de uma condição apresentou os melhores resultados, principalmente se estava associado a outro reagente como o Vilella e o Nital 2%, Fig. 4, sendo possível identificar as microestruturas presentes.

A presença de bainita (Fig. 4a) e ferrita mais perlita em aços microligados temperados é resultado do baixo teor de carbono, menos de 0,1%, o que reduz consideravelmente a sua temperabilidade e conseqüentemente a obtenção de uma microestrutura completamente martensítica.



**Figura 4 a/b.** Amostra de aço microligado TA (temperada após laminação de acabamento) em campos distintos, ataque com Marshall e Vilella. Campo claro. 160 X.

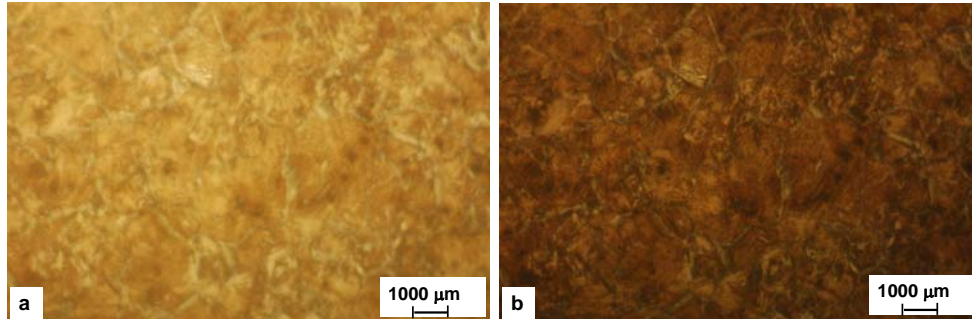
A melhor condição de visualização dos contornos de grãos prévios da austenita foi conseguida com Marshall, quando usado no máximo em até dois dias de seu preparo, tempo de ataque de 2 a 5 segundos, melhorando o contraste entre os grãos com ataque posterior em Nital 2% ou Vilella em etanol e tempos de 2 a 5 segundos. Um fator importante na obtenção de boa visualização é o tempo entre o preparo da solução de Marshall e o ataque. Quanto maior o tempo da solução preparada até o seu uso, pior a revelação e o surgimento de corrosão generalizada na superfície da amostra, por melhor que seja o armazenamento da solução. A explicação para isso pode ser devido ao fato de que o ácido oxálico (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O) da composição desidrata-se intramolecularmente, em meio ácido, que é a condição do Marshall, com a presença do ácido sulfúrico, aumentando o seu poder corrosivo.

Não foi constatada melhora significativa na observação dos contornos de grãos da amostra que sofreu o tratamento térmico como um revenimento (400°C por 24 horas), possivelmente porque o teor de fósforo da amostra não tenha sido suficiente para interferir no resultado.

Outro fator importante foi o trabalho de polimento e repolimento para a melhoria da condição de ataque. Não foi observada para qualquer das amostras uma boa visualização, ou de contraste ou de contorno de grão, sem que a amostra tivesse sido polida e repolida pelo menos de duas a três vezes. O ataque com solução diferente foi feito após um novo lixamento a partir da lixa 600, para garantir a retirada do ataque anterior.

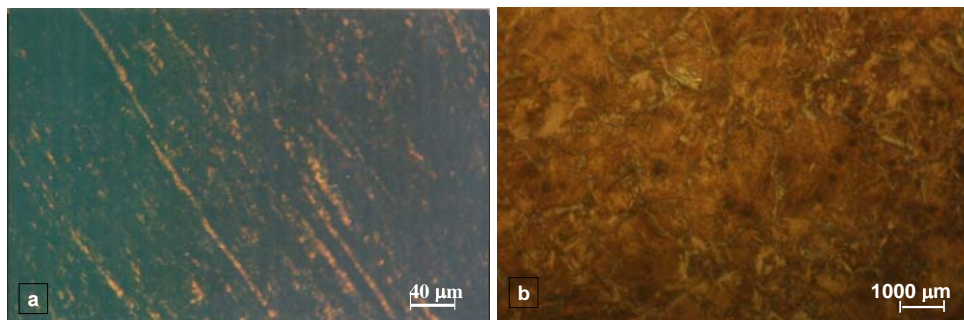
#### 4.2 Modos de observação ao microscópio

O modo de observação ao microscópio em campo claro significa que a abertura do diafragma de passagem de luz deve ser controlada de acordo com o número de abertura da lente objetiva, para controle do brilho refletido. A retirada dos filtros, analisador e polarizador, do caminho óptico e a obtenção do campo claro para a amostra TE (temperada após o encharque) está mostrado na Fig. 5a. Mesmo com o controle da iluminação, o contraste é baixo nesta condição, que é melhorada com a colocação do filtro analisador no caminho óptico, mesmo que ajustado em  $0^\circ$  (Fig. 5b)



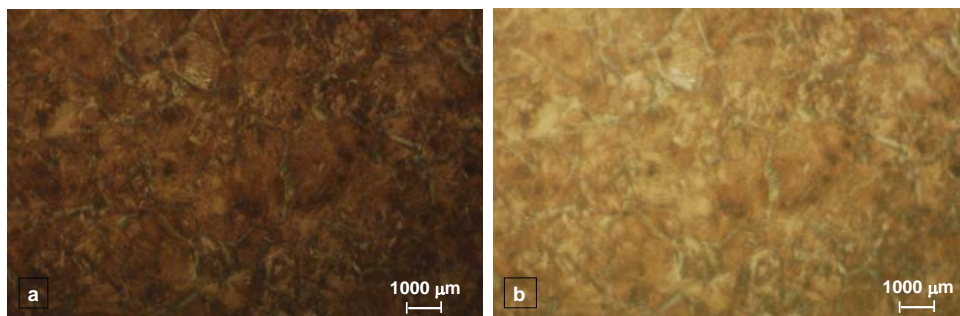
**Figura 5. Amostra TE em a) Campo claro, b) Campo claro com filtro analisador a  $0^\circ$ . Ataque Marshall. 15 X**

Com o uso das lentes, analisadora e polarizadora, do microscópio UNION 9117 foi possível obter as fotos da Fig. 6, sendo que o modo por contraste intermediário é conseguido com ajuste do filtro polarizador e sem o uso do filtro analisador. Uma das amostras usada foi a TA (temperada após a laminação de acabamento), que em função de sua microestrutura de grãos encruados e de formato alongado, porque foi temperada antes que ocorresse a recristalização dos grãos, apresentou melhor visualização, apenas para a condição de filtro polarizador a  $0^\circ$  e o filtro analisador a  $90^\circ$ , conforme a Fig. 6a. Para a amostra TE, o filtro analisador a  $90^\circ$  melhora o contraste, Fig. 6b, mas não produz grande diferença em relação ao posicionamento deste filtro a  $0^\circ$ , como pode ser visto na Fig. 5b.



**Figura 6 a) Amostra de aço microligado TA. Filtro polarizador a  $0^\circ$  e analisador a  $90^\circ$ , 120 X. b) Amostra de aço microligado TA. Filtro polarizador a  $0^\circ$  e analisador a  $90^\circ$ , 15 X. Ataque com Marshall seguido de Nital 2%.**

Apenas a Fig. 7b mostra o modo de visualização por contraste de fase ou intermediário, com o ajuste do filtro polarizador em  $45^\circ$  e a retirada do filtro analisador do caminho óptico. Outra opção de observação foi feita com o filtro analisador a  $30^\circ$  e o polarizador também a  $30^\circ$ , como pode ser visto na Fig. 7a. Para a medição do tamanho de grão foi usada esta nova condição de ajuste dos dois filtros, a depender da condição da amostra e da necessidade de maior iluminação, função da microestrutura que apresentava.



**Figura 7. a) Analisador a  $30^\circ$  e polarizador a  $30^\circ$ . b) Sem analisador e polarizador a  $45^\circ$ . Amostra TA, ataque Marshall seguido de Nital 2%, 15 X.**

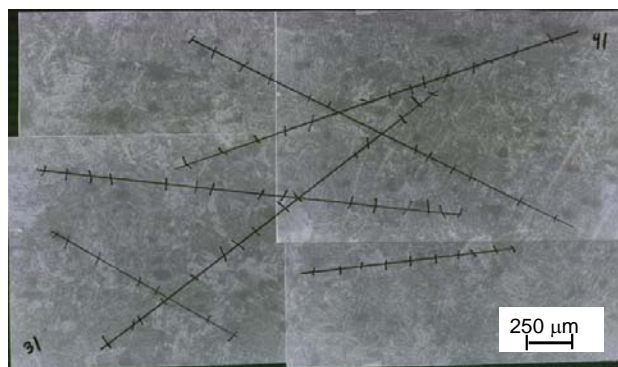
O modo de observação com luz polarizada, usado há muito para os minerais e para metais como berílio, titânio e zircônio, foi testado para o aço microligado, assim como o modo campo escuro.

A luz polarizada, também chamada de luz cruzada, porque os filtros, analisador e polarizador estão a  $90^\circ$ , ou seja, a diferença de fase da luz que passa pelos filtros é de  $\frac{1}{4}$ , o que provoca a sua extinção. Este tipo de modo de observação exige uma excelente superfície polida, o que normalmente se consegue com polimento eletrolítico. No presente caso o polimento foi manual, com posterior ataque químico, o que contribuiu para a fraca visualização da microestrutura e dos contornos de grãos.

No modo campo escuro, há a exigência de uma fonte luminosa de grande intensidade ao mesmo tempo em que o registro em foto deve ser feito com o máximo de tempo de abertura do obturador da máquina fotográfica. Também neste modo, o contraste e a visualização dos contornos de grãos não sofreram melhora significativa, que justificasse o seu uso para a medição do tamanho de grão.

### 4.3 Medição do tamanho de grão

Foi usada a montagem de um campo de observação e medição com pelo menos quatro fotos (Fig. 8), com aumento de 20 X (objetiva de 5X e lente projetiva de 4 X) para garantir o mínimo de 50 interceptos, 95% de confiança e precisão relativa menor do que 10%, foi calculado o valor médio do tamanho de grão da amostra T.



**Figura 8. Amostra T campo 1 de medição de tamanho de grão austenítico prévio. Ataque Marshall seguido de Nital 2%, 20X.**

Adotando a tabela 7 da norma ASTM E112-96, foi usado o número mínimo de cinco campos inicialmente e calculada a precisão relativa, caso esta fosse acima de 10%, mais um campo da amostra era fotografado para nova medição.

Para a amostra T o valor médio encontrado para o diâmetro do tamanho de grão foi de  $124,44 \mu\text{m}$  com desvio padrão  $S$  de  $6,88 \mu\text{m}$ . Temos para o cálculo do intervalo (IC) de confiança de 95% a fórmula 14 [ASTM E112-96], onde  $t$  é obtido da tabela 7 e  $s$  é o desvio padrão e  $n$  o número de campos.

Neste caso o intervalo de confiança calculado foi igual a 8,54 e a precisão relativa (PR) foi igual a 6,86%, o que atendeu à especificação de menos de 10%.

O valor medido está compatível com o encontrado na literatura [Kaspar, 1998; Essadiqi, 1994], com a diferença do cálculo do desvio padrão e verificação da precisão relativa, o que os autores citados não explicitaram.

## 5. CONCLUSÃO

Os melhores resultados de visualização dos contornos de grãos da austenita prévia foram obtidos com o reagente Marshall, usado logo que preparado ou até no máximo com dois dias, seguido do uso do mesmo Marshall com posterior ataque de Nital 2% ou Vilella, de forma a melhorar o contraste entre os grãos.

O modo de observação ao microscópio que utiliza ambos os filtros de polarização, analisador e polarizador, em posição intermediária entre  $0$  e  $90^\circ$  foi o que provocou melhor contraste. O uso de campo escuro e luz polarizada (analisador e polarizador em  $90^\circ$ ) não produziram bons resultados.

O método proposto para medição do tamanho de grão conseguiu produzir resultados com precisão relativa abaixo de 10% conforme recomenda a norma ASTM E112-96.

## 6. AGRADECIMENTOS

Este trabalho recebeu suporte financeiro da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia FAPESB (APR096/2006), Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo FAPESP (2000/11506-6) e FINEP (82/97).



## 7. REFERÊNCIAS

- ABNT NB-1323. Nov. 1990. Determinação do tamanho de grão em materiais metálicos.
- ASTM E112-96. Reapproved 2004. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.
- Bellon, J. C., 1995, Aplicação de tratamento termomecânico a um aço bainítico microligado com Nb, Ti e B, Campinas: FEM-UNICAMP, 117p. Dissertação (Mestrado).
- Boettinger, W. J., Coriell, S. R., Greer, A. L., Karma, W., Rappaz, M. e Trivedi, R. 2000. Solidification Microstructures Recent Developments, Future Directions. *Acta Materialia*, v. 48, pp.43-70.
- Campos, S. S., 2003. Precipitação de Carbonitretos em Aço Microligado ao Nb e Ti Processado no Laminador de Tiras. São Carlos: DEMA – UFSCar, 180p. Tese (Doutorado).
- Chakrabarti, D., Davis, C., Strangwood, M. 2007. Characterization of bimodal grain structures in HSLA steels. *Materials Characterization* 58, 423–438.
- Callister, W. D. 2002. Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução. LTC Editora. 5ª Ed.
- Cuddy, L. J. and Raley, J. C., 1983. Austenite grain coarsening in microalloyed steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 14, Oct., pp. 1989-1995.
- Davenport, A. T., Brossard, L. C. and Miner, R. E. 1975. Precipitation in microalloyed high-strength low-alloy steels. *JOM*, June, pp. 21-27.
- De Andrés, C. G., Bartolomé, M. J., Capdevila, C., San Martin, D., Caballero, F. G. and López, V. 2001. Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels. *Materials Characterization*, v. 46, pp. 389-398.
- De Andrés, C. G., Caballero, F. G., Capdevila, C., San Martin, D., 2003. Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages. *Materials Characterization*, v. 49, pp. 121-127,
- DeArdo, A. J. 2001. *Metallurgical* basis for thermomechanical processing of microalloyed steels. *Ironmaking and Steelmaking*, v. 28, n. 2, pp. 138-144.
- Essadiqi, E., Collins, L.E. and Shehata, M.T., 1994. Thin slab casting simulation of 1020 C steel with liquid core reduction. *Modern Steelmaking and Casting Techniques*, pp. 251-264.
- Fernandez, J., Illescas, S., Guilemany, J. M., 2007. Effect of microalloying elements on the austenitic grain growth in a low carbon HSLA steel. *Materials Letters* 61, pp. 2389–2392.
- Gardiola, B., Humbert, M., Esling, C., Flemming, G., Hensger, K. E. 2001. Determination and prediction of the inherited ferrite texture in a HSLA steel produced by compact strip production. *Materials Science and Engineering A303*, 60–69.
- Gao, N. and Baker, N. 1998. Austenite grain growth behaviour of microalloyed Al-V-N and Al-V-Ti-N Steels. *ISIJ International*, v. 38, pp.744-751.
- Gladman, T. 1997. *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*, The Institute of Materials, London.
- Kaspar, R. and Peters, A., 1998. Efficient steel processing by disciplined hot forming and *microalloying*. *Steel Research* 69, v. 4+5, pp. 128-135.
- Lawrence, S. J. 2004. Delineating Prior Austenite Grain Boundaries in Steels. *Microsc. Microanal* v. 10 (Suppl. 2),.
- Mei, P. R. e Costa e Silva, A. L. 1988. Aços e Ligas Especiais. 2ª ed. Sumaré, SP: Eletrometal S. A Metais Especiais, 526 p.
- Pickering, F. B., 1978. *Physical Metallurgy and the Design of Steels*, Applied Science Publishers, London, pp. 50.
- Priestner, R. 1998. Microstructural change during the hot working of as-cast austenite. *Materials Science Forum*, v. 284-286, pp. 95-104.
- Rodrigues, F. L., Soares, M. A. A., Silva, M. C. A., Bolfarini, C. e Sobral, M. D. C. 2007. Metallography Parameters Study Of Fe-6.5<sub>w</sub>Si Alloy Obtained By Spray Forming. *Materials Research*, PTECH2007.
- Santos, A. A. dos, Alípio, P. H. e Nakashima, J. T. 1998. Aços API X-70 com baixo carbono e alto teor de nióbio. Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e revestidos da ABM, S.P.
- Silva, U. M. C. e Rossi, I. 1977. *Técnicas e Procedimentos na Metalografia Prática*, São Bernardo do Campo, SP.
- Sobral, M. D. C., 2004. Análise do processamento termomecânico de placas finas de aço microligado V-Nb com ênfase na precipitação de carbonitretos, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 147 p. Tese (Doutorado).
- Vander Voort, G. F. 1984. *Metallography – Principles and Practice*. McGraw-Hill, 752 p.
- Xue, X-H, Shan, Y-Y, Zheng, L., Lou, S-N. 2006. Microstructural characteristic of low carbon microalloyed steels produced by thermo-mechanical controlled process. *Materials Science and Engineering A* 438–440, 285–287.

## 8. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso, incluído no seu trabalho.



V CONGRESSO NACIONAL DE ENGENHARIA MECÂNICA  
V NATIONAL CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING  
18 a 22 de agosto de 2008 – Salvador – Bahia - Brasil  
August 18 – 21, 2008 - Salvador – Bahia – Brazil

## QUALITATIVE AND QUANTITATIVE METALOGRAPHY OF HIGH STRENGTH AND LOW ALLOY STEEL PREVIOUS AUSTENITE GRAIN

Aguiar, Marcos Augusto Soares de, marcos\_augustosoares@oi.com.br<sup>1</sup>  
Rodrigues, Francisco Leonel Santos, leonelrodrigues@uol.com.br<sup>1</sup>  
Silva, Mário Cezar Alves, cezar@cefetba.br<sup>1</sup>  
Oliveira, Dilcian Gomes Ribeiro, dilcian@cefetba.br<sup>1</sup>  
Mei, Paulo Roberto, pmei@fem.unicamp.br<sup>2</sup>  
Sobral, Maria Dorotéia Costa, doroteia@cefetba.br<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CEFET-BA, R. Emidio Santos, s/n. Salvador –Ba. CEP 40301-015.

<sup>2</sup>FEM-UNICAMP-SP, R. Mendeleiv, 200. Cidade Universitária Zeferino Vaz, Campinas – SP. CEP 13083-970

**Abstract.** *High Strength and Low Alloy steels development using the near-net shape technology requires the improvement of auxiliary techniques for analyzing its products. One of the ways is using optical microscopic, qualitative and quantitative analysis. This analysis is made to follow the process phases besides to verify the conditions of final product. One of the ways is to “freeze” the microstructure in order to verify the previous austenite grains, because their size will influence the size of final ferrítica grains. To observe and measure the grain size of grains continue requiring new metallographic practices. In the present work were analyzed the influence of the metallography main parameters, etching chemical composition, time and temperature of etching and the conditions used in the light microscopy, bright and dark field, intermediary contrast and polarized light in order to get the best contrast condition to measure the grains size of previous austenite. The best results of boundaries grains visualization were obtained with Marshall etching, applied to the sample as soon as prepared or at maximum in two days of prepared. Other condition was using Marshall followed by Nital 2% or Vilella, in order to improve grains contrast. The method proposed to measure the grain size above 100  $\mu\text{m}$  was successful in getting results within the relative accuracy below 10% as the ASTM E112-96 recommends.*

**Keywords:** *previous austenite, grain size, microalloyed steel, optical microscopy*

### RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.