

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Departamento de Metalurgia

ESTUDO PARA REDUÇÃO DE RISCOS À SAÚDE, SEGURANÇA E MEIO AMBIENTE
EM ENSAIOS MACROGRÁFICOS DE AÇOS

Fletcher Minote da Silva

Trabalho de Diplomação

Orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly

Porto Alegre
2013

Dedico este Trabalho de Diplomação aos meus pais,
Edison Roseno da Silva e Rosa Maria Minote da Silva,
que sempre me inspiraram e motivaram.

AGRADECIMENTOS

Ao meu pai pelo grande exemplo de determinação, caráter e profissionalismo.

A toda minha família pelo apoio e incentivo dado em todos os momentos.

Ao colega metalurgista Jair Leopoldo Janoski, por toda sabedoria transmitida e generosidade em ceder suas ideias ao meu trabalho.

Ao Prof. Dr. Afonso Reguly pelos ensinamentos e orientação.

Aos professores do Departamento de Metalurgia pelo conhecimento repassado.

À Engenheira Graziela Grandó e ao Engenheiro Leonardo Bittencourt da Silva por toda ajuda e estrutura disponibilizadas ao trabalho.

Aos colegas e amigos pelos muitos momentos de felicidades compartilhados, sem os quais não conseguiria completar esta etapa da minha vida.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	V
LISTA DE TABELAS	IX
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	X
RESUMO	XI
ABSTRACT	XII
1.0 INTRODUÇÃO	1
2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 Metalografia	3
2.2 Macroestruturas de Aços ao Carbono	8
2.2.1 Linhas de Deformação	8
2.2.2 Macrosegregação	9
2.2.3 Estrutura Dendrítica	11
2.2.4 Defeitos de Fabricação	12
2.3 Teoria do Ataque Macrográfico	13
2.3.1 Técnicas de Ataque	17
2.3.2 Reagentes	18
2.3.3 Comparativo entre Persulfato de Amônio e Ácido Clorídrico do Ponto de Vista de Saúde, Segurança e Meio Ambiente	21
3.0 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	24
3.1 Material	24
3.2 Metodologia	26
3.2.1 Preparação das Amostras	26
3.2.2 Ataque Químico	28
3.2.3 Captura e Tratamento de Imagens	29
4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO	30

4.1	Macrosegregação e Estrutura Dendrítica Remanescente em Laminados	30
4.1.1	Ataque por Fricção com Algodão	31
4.1.2	Ataque por Imersão	35
4.2	Linhas de deformação em Produtos Forjados.....	54
4.2.1	Ataque por Fricção com Algodão	55
4.2.2	Ataque por Imersão	58
5.0	CONCLUSÕES	64
6.0	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	66
7.0	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	67

LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1 Linhas de deformação em braço de direção de aço AISI 4140 forjado em matriz fechada, reveladas por ataque a quente em solução aquosa 50% HCl (1/2X).
- Figura 2.2 Tarugo de aço AISI 1050 atacado em ácido à quente, revelando a segregação no núcleo (1/2X).
- Figura 2.3 Macrografia de uma trinca na seção transversal de um trilho. O ataque revelou as dendritas no aço. Ataque a quente em solução aquosa 50% HCl.
- Figura 2.4 Barra forjada com trinca na parte superior. Acima amostra como cortada. Imagem abaixo amostra atacada, em persulfato de amônio 20% em água, evidenciando a trinca.
- Figura 3.1 Amostras de aço SAE 1045 laminado como recebida no laboratório metalúrgico.
- Figura 3.2 Biela forjada usada para comparação da capacidade dos reagentes ácido clorídrico e persulfato de amônio em revelar as linhas de deformação. No detalhe amostra já cortada e atacada.
- Figura 3.3 Equipamentos utilizados para preparação de amostras. À esquerda serra fita; à direita esmeril horizontal.
- Figura 3.4 Aparato utilizado para ataque com ácido clorídrico (chapa de aquecimento e termômetro digital).
- Figura 3.5 Dispositivos empregados nos ataques com persulfato de amônio. A direita etapa de remoção do lodo formado pelos produtos de reação.
- Figura 4.1 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução de ácido clorídrico em água 1:1 em volume a 70° C. Tempo de ataque: a) 30 minutos; b) 15 minutos.
- Figura 4.2 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

- Figura 4.3 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 8 minutos.
- Figura 4.4 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 3,5 minutos.
- Figura 4.5 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.
- Figura 4.6 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.
- Figura 4.7 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.
- Figura 4.8 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.
- Figura 4.9 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.
- Figura 4.10 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.
- Figura 4.11 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.
- Figura 4.12 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.
- Figura 4.13 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.
- Figura 4.14 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.
- Figura 4.15 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.
- Figura 4.16 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.
- Figura 4.17 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

- Figura 4.18 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.
- Figura 4.19 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.
- Figura 4.20 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.
- Figura 4.21 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.
- Figura 4.22 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.
- Figura 4.23 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.
- Figura 4.24 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.
- Figura 4.25 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.
- Figura 4.26 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.
- Figura 4.27 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.
- Figura 4.28 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.
- Figura 4.29 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.
- Figura 4.30 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.
- Figura 4.31 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.
- Figura 4.32 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.

- Figura 4.33 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.
- Figura 4.34 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.
- Figura 4.35 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.
- Figura 4.36 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.
- Figura 4.37 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.
- Figura 4.38 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução de ácido clorídrico em água 1:1 em volume à 70° C. Tempo de ataque: a) 15 minutos; b) 20 minutos; c) 30 minutos.
- Figura 4.39 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.
- Figura 4.40 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 15% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.
- Figura 4.41 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 17 minutos.
- Figura 4.42 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de persulfato de amônio 20% em massa. Tempo de ataque: a) 1 minuto; b) 2 minutos; c) 3 minutos; d) 4 minutos; e) 5 minutos; f) 10 minutos; g) 20 minutos; h) 30 minutos.
- Figura 4.43 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de persulfato de amônio 15% em massa. Tempo de ataque: a) 1 minuto; b) 2 minutos; c) 3 minutos; d) 4 minutos; e) 5 minutos; f) 10 minutos; g) 20 minutos; h) 30 minutos.
- Figura 4.44 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de persulfato de amônio 10% em massa. Tempo de ataque: a) 1 minuto; b) 2 minutos; c) 3 minutos; d) 4 minutos; e) 5 minutos; f) 10 minutos; g) 20 minutos; h) 30 minutos.

LISTA DE TABELAS

- Tabela 2.1 Principais reagentes macrográficos para ferro e aço.
- Tabela 2.2 Comparativo de características físico-químicas entre ácido clorídrico e persulfato de amônio.
- Tabela 2.3 Comparativo de reações adversas em caso de acidentes com ácido clorídrico e persulfato de amônio.
- Tabela 2.4 Comparativo de índices de toxicidade do ácido clorídrico e do persulfato de amônio.
- Tabela 3.1 Composição química do aço SAE 1045 usado nos testes de revelação da estrutura dendrítica por persulfato de amônio.
- Tabela 3.2 Composição química das amostras de bielas forjadas usadas nos testes de revelação de linhas de deformação por $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$.

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AISI	American Iron and Steel Institute;
ASTM	American Society for Testing and Materials;
EDS	Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X;
FISPQ	Fichas de Informações de Segurança de Produtos Químicos;
MET	Microscópio Eletrônico de Transmissão;
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura;
MO	Microscopia Óptica;
SAE	Society of Automotive Engineers;

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo avaliar a viabilidade da substituição do reagente usual para ataques macrográficos em aços, a base de ácido clorídrico, por solução contendo persulfato de amônio, conhecidamente menos agressivo ao usuário e ao meio ambiente. Foram realizadas diversas macrografias em componentes fabricados em aço baixa liga por laminação e forjamento. Os testes visaram julgar a efetividade do reagente proposto na revelação de características macroestruturais tais como: macrosegregação, linhas de deformação e estrutura dendrítica, tomando sempre como padrão para comparação amostras do mesmo componente atacadas em ácido clorídrico estritamente conforme recomendação da norma internacional ASTM E340-00. Os resultados provaram ser completamente viável a substituição do ácido clorídrico pelo persulfato de amônio sem perdas na qualidade das amostras e com ganhos do ponto de vista de saúde, segurança e meio ambiente. Verificou-se, também, o aumento do detalhamento das características reveladas pelo ataque com a redução da concentração do reagente bem como o aumento na velocidade de ataque com o aumento da concentração; evidenciando a versatilidade da solução proposta.

ABSTRACT

This work aims to evaluate the feasibility of replacing the usual hydrochloric acid based reagent for macrographic etching in steel by solution containing ammonium persulfate, famously less aggressive to the user and the environment. Several macrographs were made on low alloy steel parts manufactured by rolling and forging. The tests aimed to judge the effectiveness of the proposed reagent on revealing macrostructural features such as macrosegregation, flow lines and dendritic structure, always adopting as comparison standard samples of the same part etched in hydrochloric acid strictly according to the international standard ASTM E340-00 recommendation. The results proved to be completely feasible the replacement of hydrochloric acid by ammonium persulfate without loss of the samples quality and gains from the point of view of health, safety and environment. There was also observed an increase in the detailing of features revealed by etching by reducing reagent concentration, as well as increasing attack speed with increasing concentration, demonstrating the versatility of the proposed solution.

1.0 INTRODUÇÃO

Este trabalho tem como objetivo principal reduzir os riscos à saúde, segurança e meio ambiente inerentes ao ensaio macrográfico de aços.

As análises macrográficas, geralmente realizadas na indústria siderúrgica para fins de controle de qualidade dos produtos e processos, podem ser divididas em três etapas distintas, sendo elas: preparação da amostra, ataque químico e análise propriamente dita; Este trabalho foca na etapa de ataque químico, onde se concentram a maior parte dos riscos críticos. Tais riscos são gerados devido à exposição ao reagente a base de ácido clorídrico normalmente utilizado e a necessidade de aquecimento da solução.

O emprego de ácido clorídrico em ataques macrográficos origina vários inconvenientes, como a geração de vapores ácidos, que tornam obrigatório o uso de capela para seu manuseio e a instalação de um sistema de exaustão robusto, tendo em vista que os gases são altamente corrosivos. É comum encontrar capelas e exaustores altamente danificados devido à utilização de ácido clorídrico, já que este ataca, até mesmo, o aço inoxidável e concreto. Outro grande inconveniente do ácido clorídrico é seu baixo pH e a necessidade de aquecer a solução para realização do ataque, estes dois fatores tornam muito grave qualquer pequeno acidente que cause contato do reagente com a pele ou olhos.

Com conhecimento dos riscos causados pelo ácido clorídrico, este trabalho propõe a substituição do mesmo por reagente a base de persulfato de amônio, que apresenta ganhos consideráveis do ponto de vista de saúde, segurança e meio ambiente. Dentre os benefícios da solução proposta destacam-se o pH menos ácido, possibilidade de realização do ataque na temperatura ambiente e, principalmente, a não geração de vapores ácidos.

A menor agressividade do persulfato de amônio, ao usuário e ao meio ambiente, em relação ao ácido clorídrico é bem conhecida e pode ser facilmente verificada em simples comparações entre as fichas de informações de segurança de produtos químicos (FISPQ) de ambos reagentes. Com este trabalho procura-se comprovar a viabilidade da substituição quanto à qualidade da macrografia obtida. Com este intuito, foram executados diversos testes

com a variação da técnica de ataque, concentração do reagente e tempo de ataque, todos em temperatura ambiente.

A avaliação dos resultados alcançados faz necessária a comparação individual dos mesmos com o padrão reconhecido no setor metal mecânico. Para tanto se tomaram amostras, de mesma procedência, atacadas em ácido clorídrico a 70°C estritamente conforme recomendação da norma internacional ASTM E340-00, seguida por grande parte dos laboratórios metalúrgicos tanto em empresas como universidades e consolidada como uma das principais referências no tema.

As alterações dos parâmetros de ataque durante os testes e a comparação das amostras permitiram identificar o efeito de cada variável sobre a qualidade da macrografia, tornando possível a otimização do ataque macrográfico de aços em persulfato de amônio.

2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo foi realizada uma revisão da bibliografia existente sobre metalografia e reagentes para ataque metalográfico em aços ao carbono segundo diversos pesquisadores e centros de pesquisa.

2.1 Metalografia

Metalografia é a prática científica de examinar e determinar os componentes que constituem a estrutura subjacente em metais e ligas metálicas. A análise de estruturas pode ser feita em uma ampla faixa de escalas ou magnificações, abrangendo desde análise visual ou a baixas magnificações (~20X) até magnificações acima de 10.000X com microscópios eletrônicos. Metalografia pode também incluir a análise da estrutura cristalina por técnicas como difração de raios X. Toda via, a ferramenta mais familiar na metalografia é o microscópio óptico (MO), com magnificações de 50 a 1000X e capacidade de resolver características microestruturais de ~0,2 μ m ou maior (SAMUELS et al. 2004).

Outra ferramenta importante de análise metalográfica é o microscópio eletrônico de varredura (MEV). Comparado ao microscópio óptico o MEV melhora a resolução em mais de duas ordens de grandeza para aproximadamente 4nm em equipamentos usuais, com valores máximos abaixo de 1nm. A magnificação aplicável cobre completamente o alcance do estereoscópio, todo alcance do microscópio óptico e grande parte da escala do microscópio eletrônico de transmissão (MET). O MEV proporciona também maior profundidade de campo que o microscópio óptico, com profundidade de foco indo de um micrometro em 10.000X a dois milímetros em 10X, que é maior por mais de duas ordens de grandeza que o microscópio óptico. Esta maior profundidade de campo permite melhor discernimento entre características topológicas como a superfície da fratura durante análise de falhas. A profundidade de campo do MEV também pode ser um motivo de sua escolha no lugar do microscópio óptico, quando superfícies rugosas são examinadas em escala macroscópica (SAMUELS et al. 2004).

Entretanto, mesmo com advento da microscopia eletrônica, o microscópio óptico continua o mais importante dispositivo de análise em metalografia. Certas vezes o contraste em uma microestrutura é inadequado com o MEV abaixo de 500X, enquanto é altamente visível com um microscópio óptico básico e uma amostra devidamente preparada. O contraste entre constituintes de microestruturas em microscopia ótica é fortemente dependente da preparação da amostra. Microscópios ópticos têm também diversos tipos de iluminações especiais que podem ampliar a informação extraída das imagens. Por exemplo, luz polarizada pode aumentar o contraste (SAMUELS ET AL. 2004).

O objetivo destas ferramentas é revelar precisamente a estrutura do material na superfície da amostra e/ou numa seção transversal. A análise pode ser a nível macroscópico, mesoscópico e/ou microscópico. Cada uma das técnicas citadas apresenta suas particularidades, vantagens e desvantagens, sendo frequentemente necessário o uso de mais de uma delas para a obtenção de resultados confiáveis.

Dentre as principais diferenças observadas entre os procedimentos de análise macro e microscópica estão as técnicas de preparação da amostra, as dimensões da área analisada e o nível de detalhamento da estrutura. Quanto maior o detalhamento desejado mais elaborado deverá ser o processo de preparação da amostra, o que torna demorada a avaliação de áreas muito grandes. Cabe ao analista, conhecendo as técnicas disponíveis, selecionar a que melhor se aplica a suas pretensões.

Amostras para microscopia óptica devem ter a superfície a ser analisada finamente preparada, sendo necessário o uso de uma sequência de lixas e feltros de polimento. A preparação pode empregar até oito diferentes granulometrias de lixas, partindo-se da mais grossa à mais fina. Para o polimento é recomendado abrasivo de 1 μ m. Caso não se tenha obtido o acabamento desejado, usa-se uma granulometria de 0,3 ou 0,25 μ m.

Para o ensaio macrográfico a preparação da amostra é simples. Quando cortada por disco abrasivo a amostra pode ser atacada sem nenhuma outra preparação a não ser a limpeza. Quando é necessário maior detalhamento basta lixar a amostra. O maior nível de detalhe é obtido com técnicas metalográficas, mas o tamanho da amostra torna-se limitado pelo equipamento.

Análise microscópica de uma amostra revela informação detalhada sobre uma pequena área, mas não fornece informações sobre variações na amostra, a não ser que se examinem

diversos campos ou múltiplas amostras. Macroataque, no entanto, fornece informação sobre uma grande área, isto é, estruturas como zona colunar, linhas de deformação, dendritas, e outras características que poderiam não ser reconhecidas em ampliações microscópicas (SAMUELS et al. 2004).

A análise microscópica pode não ser representativa da condição total da amostra, se poucos campos forem examinados, especialmente se o componente for heterogêneo. Geralmente é melhor executar uma análise macroscópica antes de preparar a amostra para análise microscópica, determinando as áreas significativas de interesse. Isto é especialmente crítico quando se trata de uma análise de falha. Uma lupa de mão ou um estereoscópio de baixa potência são ferramentas muito úteis para análise macroscópica (VANDER VOORT, 1999).

Macrografia é usada na indústria do aço por ser um teste simples que fornece informações sobre a homogeneidade relativa da amostra. O método emprega a ação de um ácido ou outro agente corrosivo para revelar as características macroestruturais de uma amostra devidamente preparada (ASTM INTERNATIONAL, 2006).

O procedimento é usado em metalurgia tanto como ferramenta de controle de qualidade quanto como ferramenta de investigação. Por exemplo, segregação e inclusões em tarugos e lingotes, linhas de deformação em forjados, e profundidade de penetração do cordão de solda são evidenciados.

Macrografia não fornece informações quantitativas sobre variação de composição química, mas mostra a localização dos extremos de segregação, onde amostras para análise química podem ser retiradas. Macroataque revela também descontinuidades como dobras, escamas, porosidades, flocos e trincas. Geralmente estes defeitos podem ser vistos sem ataque químico, mas são definidos mais claramente pelo ataque. O final das trincas, por exemplo, é melhor revelado com ataque macrográfico. Devido ao fato da macrografia fornecer uma visão geral da heterogeneidade da estrutura examinada ela prove também a informação necessária sobre a localização das seções a serem usadas para uma subsequente investigação microestrutural quando necessário (SAMUELS et al. 2004).

Técnicas de análise macroscópica são frequentemente empregadas em rotinas de controle de qualidade, análise de falhas e estudos de pesquisa. Estas técnicas são geralmente

um prelúdio para análise microscópica; entretanto, no controle de qualidade, elas são certas vezes usadas sozinhas como critério de aceitação ou rejeição.

A devida implementação destes métodos é fundamental para fabricação de materiais. No controle de qualidade, a rotina de fabricação é geralmente estabelecida de acordo com práticas definidas, e métodos macrográficos são usados para detectar desvios da norma. Em análise de falhas, certas vezes não são conhecidos detalhes específicos sobre o processo de fabricação e o engenheiro usa estes testes para julgar a qualidade, para localizar áreas problemáticas para estudo adicional e, em alguns casos, para determinar como o componente foi produzido. Em estudos de pesquisa, frequentemente as etapas de processamento são variadas e a macroanálise é usada para mostrar diferenças devidas a mudanças nas práticas de fabricação. Portanto, para cada tipo de estudo os detalhes específicos da análise macroscópica irão variar um pouco, e o profissional deve ter um entendimento completo da metodologia do teste, sua aplicação e interpretação dos resultados.

A interpretação dos dados da análise requer o conhecimento do processo de fabricação, já que a macroestrutura é dependente da solidificação e processamentos a quente ou a frio empregados. Podem haver diferenças pronunciadas na macroestrutura devido a fatores como método de solidificação, tamanho e forma do lingote, e composição química, que irão alterar significativamente o padrão de solidificação. Há uma ampla variedade de processos que podem ser aplicados ao material, sendo que, cada um exerce um efeito diferente sobre a estrutura. Todos estes fatores influenciam na interpretação dos resultados dos testes.

Nenhum material pode ser dito estar completamente homogêneo tanto macro ou microscopicamente. O grau de heterogeneidade pode variar amplamente dependendo da natureza do material e o método de fabricação. Felizmente, o grau de heterogeneidade usual não é um problema sério nos materiais comerciais já que estas variações são mantidas com certos limites prescritos. O efeito de características como porosidades, segregações e inclusões pode ser bastante difícil de avaliar e devem ser consideradas a quantidade de trabalho mecânico subsequente e a natureza da aplicação do material (VANDER VOORT, 1999).

Seções cortadas de um componente ou amostra podem ser macroscopicamente analisadas a fim de revelar diversas características macroestruturais, tais como:

- Linhas de deformação em produtos forjados;
- Estruturas de solidificação em produtos fundidos;
- Características de soldas, incluindo profundidade de penetração, tamanho da zona de fusão e número de passes, tamanho da zona termicamente afetada e tipo e densidade de defeitos de solda;
- Tamanho médio e distribuição de grandes inclusões;
- Localização e extensão de segregação química;
- Localização e extensão de heterogeneidades induzidas mecanicamente;
- Defeitos de fabricação, como, dobras, escamas, porosidades, riscos e trincas;
- Profundidade e uniformidade de uma camada endurecida em peças cementadas.

A análise macroscópica da superfície de um componente é também essencial na avaliação da condição de um material ou a causa de falhas. Isto pode incluir:

- Caracterização da macroestrutura da superfície de fratura para identificar o ponto inicial da fratura e mudanças no processo de propagação da trinca;
- Estimativas da rugosidade superficial;
- Avaliação da integridade e uniformidade de revestimento;
- Determinação da extensão e localização de desgaste;
- Estimativa da deformação plástica associadas com diversos processos mecânicos;
- Determinação da extensão e forma de corrosão;
- Associação de falhas com soldas e outros processos.

Esta listagem de características macroestruturais, ainda incompleta, representa a ampla variedade de características que podem ser avaliadas por metalografia à baixas magnificações. Fica assim demonstrada, a grande importância desta técnica tanto para caracterização quanto para análise de falhas de produtos siderúrgicos.

2.2 Macroestruturas de aços ao carbono

Uma macroestrutura é uma vista da estrutura de um material à baixa magnificação, geralmente a olho nu ou com uso de lupa. O objetivo é analisar a toda a estrutura e não os componentes individuais. Macroestrutura compreende diversas características como linhas de deformação em forjados e estrutura dendrítica em produtos fundidos entre outras (SAMUELS ET AL. 2004).

Serão apresentados nesta seção alguns exemplos das principais estruturas evidenciadas pela macrografia de aços para construção mecânica ao carbono.

2.2.1 Linhas de deformação

As linhas de deformação, também conhecidas como linhas de distensão, linhas de escoamento, fibragem ou, em inglês, *flow lines*, têm origem no processamento mecânico do material e são de grande interesse principalmente em forjarias e empresas compradoras de produtos forjados.

Linhas de deformação mostram como o aço foi deformado. As linhas de deformação são, na verdade, regiões de segregação (alta concentração de manganês, fósforo, carbono, etc.) no aço que seguiram o perfil da deformação no processamento do produto. Por este motivo, estas são mais facilmente atacadas e apresentam maior contraste em aços com maior percentual de segregação e grande quantidade de inclusões alongadas.

O estudo das linhas de deformação é bastante empregado em análise de falhas, controle de qualidade em forjarias e processos de engenharia reversa. Estas linhas são como uma impressão digital interna de como a peça foi fabricada (SAMUELS et al. 2004). Um exemplo de linhas de deformação é mostrado na figura 2.1. A figura 2.1 exhibe claramente as linhas de deformação de um braço de direção forjado, a maior concentração das linhas no centro da peça sugere haver maior incidência de inclusões alongadas naquela região.



Figura 2.1 Linhas de deformação, em braço de direção de aço AISI 4140 forjado em matriz fechada, reveladas por ataque a quente em solução aquosa 50% HCl (1/2X). (VANDER VOORT, 1999)

2.2.2 Macrosegregação

Comum em produtos provenientes do lingotamento contínuo, geralmente não compromete as propriedades do material, sendo prejudicial apenas em casos extremamente severos ou para aplicações de alta criticidade. Ocorre devido à diferença de solubilidade dos elementos de liga e impurezas no metal em diferentes temperaturas. Durante a solidificação o metal resfria de fora para dentro, expulsando os elementos de liga para o núcleo onde a temperatura e a solubilidade permanecem maiores.

Como efeito prejudicial da macrosegregação pode ocorrer o endurecimento excessivo do núcleo devido a teores de carbono maiores que o esperado para a liga ou a fragilização desta região pelo acúmulo de impurezas.

Recursos como agitadores eletromagnéticos na máquina de lingotamento contínuo, extensivo trabalho a quente e/ou tratamentos térmicos, podem ser usados para reduzir ou eliminar a macrosegregação nos produtos de aço.

A macrosegregação é facilmente visualizada com ataque macrográfico, sendo mais evidente quanto maior for o gradiente de composição química entre a região segregada e o restante da amostra. Na amostra atacada a zona segregada aparece com coloração mais escurecida, como mostrado na figura 2.2.



Figura 2.2 Tarugo de aço AISI 1050 atacado em ácido à quente, revelando a segregação no núcleo (1/2X). (VANDER VOORT, 1999)

Percebe-se facilmente na figura 2.2 o aparecimento, com ataque, da coloração mais escura no núcleo, indicando a segregação de elementos de liga e impurezas naquela área.

2.2.3 Estrutura dendrítica

Esta estrutura, que forma-se durante o fenômeno de solidificação do aço, é, geralmente, indesejada nos produtos acabados. A estrutura dendrítica geralmente apresenta diferenças de composição química com os braços dendríticos primários secundários e terciários contendo menos elementos de liga ou impurezas que as regiões interdendríticas. Devido às mudanças de composição (segregação interdendrítica), a taxa de ataque nas regiões interdendríticas difere daquela nos braços dendríticos (SAMUELS et al. 2004).

A morfologia alongada e a segregação interdendrítica têm efeitos altamente prejudiciais sobre a resistência mecânica e ao impacto do material. Os efeitos nocivos às propriedades mecânicas da estrutura dendrítica costumam ser eliminados através do trabalho mecânico à quente da peça, porém, se a taxa de redução não for suficiente, resquícios da estrutura de solidificação podem permanecer na peça conformada.

Outro exemplo de macroestrutura de um componente de aço é apresentado na figura 2.3, onde um trilho ferroviário usado foi cortado, lixado e atacado à quente em uma solução de ácido clorídrico (50% HCl em água).

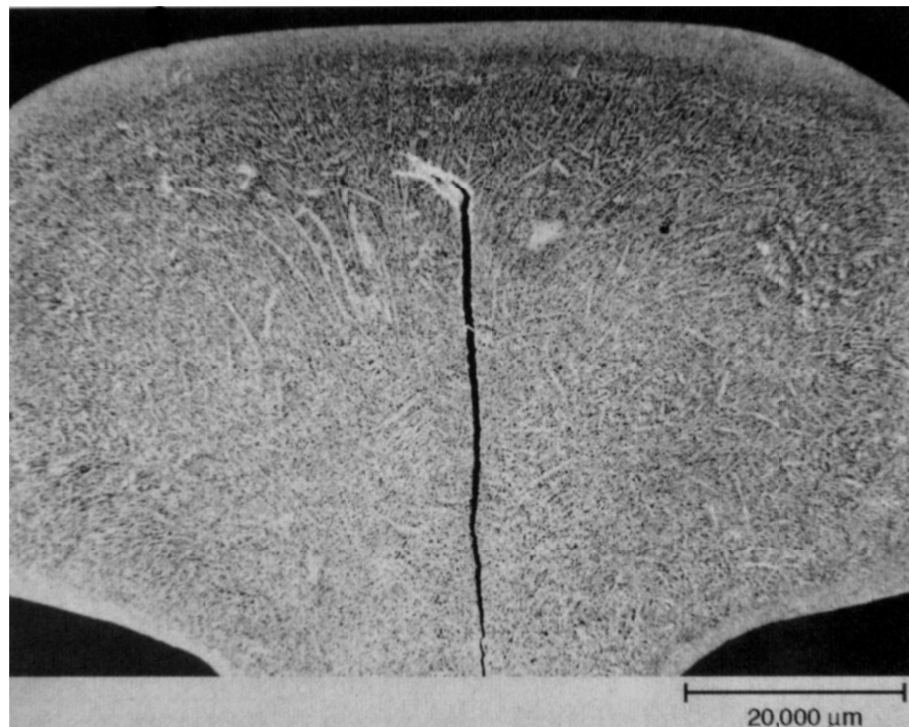


Figura 2.3 Macrografia de uma trinca na seção transversal de um trilho. O ataque revelou as dendritas no aço. Ataque a quente em solução aquosa 50% HCl. (SAMUELS et al. 2004)

A figura 2.3 mostrando a cabeça do trilho revela duas características principais: os resquícios da estrutura dendrítica e uma grande trinca na linha central do trilho. Os braços dendríticos primários e secundários aparecem como o constituinte claro no ataque. A trinca parece ter iniciado nos braços dendríticos primários devido às cargas compressivas exercidas pelas rodas do trem sobre a cabeça do trilho. Este caso demonstra o perigo de não eliminar a estrutura dendrítica pelo trabalho a quente. Geralmente um grau de redução de 4:1 (i.e., 4cm do fundido para formar 1cm do produto laminado ou forjado) é necessário para quebrar a estrutura dendrítica. Neste trilho foi empregado um grau de apenas 2:1 (SAMUELS et al. 2004).

2.2.4 Defeitos de fabricação

Embora os equipamentos e técnicas de fabricação venham evoluindo constantemente, permanece a possibilidade da ocorrência de defeitos em peças oriundas dos diversos processos industriais. Pequenas variações momentâneas de parâmetros ou falhas operacionais podem vir a causar deformações na peça em questão. Cabe ao engenheiro avaliar a severidade do problema, bem como, determinar sua origem e propor soluções que evitem a recorrência.

A detecção de defeitos se dá, na maioria das vezes, por técnicas de ensaios não destrutivos como ultrassom, partículas magnéticas e líquidos penetrantes, porém o estudo aprofundado da anomalia exige que procedimentos destrutivos sejam adotados. Para tanto a amostra deve ser seccionada de forma a criar uma superfície plana contendo a região do defeito que se tem interesse em analisar. O tipo de preparação a ser realizado depende do detalhamento desejado no estudo. Defeitos grosseiros podem ser visualizados a olho nu na superfície como cortada, já trincas finas, por exemplo, demandam uma preparação mais elaborada. De qualquer maneira, mesmo para estudos em microscópio óptico ou MEV, é aconselhável a avaliação prévia de uma macrografia da peça.

Há um grande esforço na indústria siderúrgica no sentido de garantir a confiabilidade do processo a fim de eliminar ou reduzir as custosas etapas de inspeção. Tal objetivo só pode ser alcançado com o completo entendimento da origem e mecanismos de formação dos defeitos no produto final, o que exige o estudo detalhado da peça defeituosa.

A figura 2.4 mostra a seção transversal de uma barra forjada encaminhada ao laboratório para medição da profundidade de defeito superficial, detectado por partículas magnéticas.

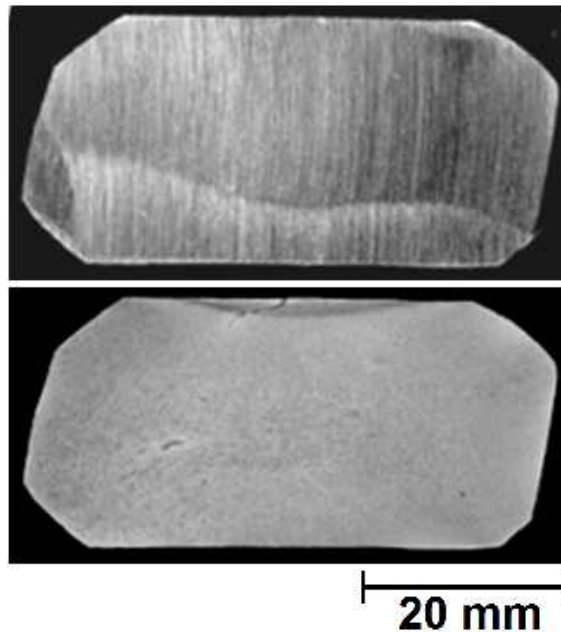


Figura 2.4 Barra forjada com trinca na parte superior. Acima amostra como cortada. A Imagem abaixo mostra a amostra atacada, em persulfato de amônio 20% em água, evidenciando a trinca.

Note que, na figura 2.4, a imagem feita da amostra como cortada mostra o defeito como um risco suave na parte superior, quase imperceptível. Já a imagem abaixo, obtida com a amostra atacada, exhibe claramente o defeito e revela ainda outras características que não haviam sido detectadas, como a forte segregação no núcleo e a ocorrência de óxidos na parte superior, exemplificando a importância do ataque metalográfico.

2.3 Teoria do Ataque Metalográfico

O ataque é basicamente um processo controlado por difusão resultado da ação eletrolítica entre áreas superficiais de diferentes potenciais. As inúmeras soluções químicas usadas para ataque foram primeiramente desenvolvidas por tentativa e erro, provavelmente com o auxílio do conhecimento do comportamento em corrosão do material em questão. O ataque ocorre por ação eletrolítica em variações estruturais na superfície da amostra. A

atividade eletrolítica resulta de heterogeneidades químicas ou físicas que tornam algumas características estruturais anódicas e outras catódicas sob as condições específicas de ataque.

Reagentes químicos produzem contraste metalográfico tanto por facetagem (isto é, grãos atacam a diferentes taxas devido à sua variação de orientação cristalográfica), que cria degraus e diferenças de reflexibilidade nos contornos, quanto por ataque aos contornos de grãos e de fases, que geram ranhuras. A dissolução seletiva de uma fase é mais difícil de obter-se, uma vez que isto requer uma reação química preferencial. O ataque seletivo pode ser obtido por enrugamento ou coloração preferencial de alguma fase (VANDER VOORT, 1999).

Como o ataque envolve dissolução dirigida, a oxidação deve ser controlada. O agente oxidante proporciona este controle pela absorção de elétrons. Pequenas mudanças no poder oxidante do reagente podem alterar significativamente a taxa de dissolução. Uma vez que o oxigênio dissolvido na água da torneira pode aumentar a taxa de corrosão, é sempre melhor usar água destilada na preparação dos reagentes.

Em metais puros e ligas monofásicas, um potencial é criado entre grãos de diferentes orientações, entre grãos e contornos, entre impurezas e a matriz, ou em gradientes de concentração. Com ligas multifásicas, diferenças de potencial também estão presentes entre fases de diferentes composições. Estas diferenças de potencial são usadas para produzir a dissolução controlada (VANDER VOORT, 1999).

A microestrutura é revelada pela dissolução seletiva da estrutura, começando na superfície e procedendo para dentro. Diferenças na taxa de ataque revelam a estrutura. Além da dissolução seletiva, a coloração preferencial das fases ou constituintes ocorre com certos reagentes. Em uma liga bifásica o potencial de uma fase é maior que o da outra, ou seja, ela é anódica com relação à outra fase (catódica). Durante o ataque, a fase anódica mais eletropositiva é atacada, enquanto a catódica eletronegativa não é apreciavelmente atacada. À medida que a diferença de potencial entre as duas fases aumenta, o tempo de ataque precisa ser mais cuidadosamente controlado para evitar sobre ataque.

A fase catódica não atacada irá permanecer em relevo e parecer brilhante, principalmente se seu tamanho for razoavelmente grande. A fase anódica é rebaixada com relação ao plano original de polimento e pode ter uma superfície rugosa dependendo do reagente e da composição da liga. A rugosidade superficial faz com que o constituinte anódico apareça escuro em análise via campo claro (VANDER VOORT, 1999).

Se o ataque prosseguir além do tempo necessário para delinear claramente a estrutura, a fase que era inicialmente anódica pode sofrer uma mudança de potencial, provavelmente por deposição de produtos de reação ou formação de outras camadas anódicas protetoras. Se isso ocorrer, a fase que era originalmente catódica pode sofrer dissolução, resultando em uma estrutura sobre atacada, insuficientemente resolvida. Portanto, o tempo de ataque deve ser cuidadosamente controlado, especialmente para análise em altas magnificações, onde a profundidade de foco é extremamente pequena. Como regra geral, quanto maior a magnificação, o grau de ataque deve ser reduzido. Para baixas magnificações é desejável um ataque mais profundo e com maior contraste (VANDER VOORT, 1999).

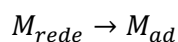
A resposta ao ataque da perlita no aço é um exemplo clássico de resposta ao ataque de uma mistura de duas fases. A lamela de cementita é catódica em relação à lamela de ferrita, com uma diferença de potencial considerável. O ataque com 4% de ácido pícrico em álcool (picral) produz uma lenta, uniforme e suave dissolução da lamela de ferrita, com a lamela catódica de cementita em relevo. Se o espaçamento interlamelar for pequeno, a dispersão da luz pela estrutura atacada irá fazer com que a perlita apareça escura e pareça como uma fase única. O ataque com picral produz um ataque uniforme e escurecimento das colônias de perlita. O ataque com de 2 a 3% de ácido nítrico em álcool (nital), entretanto, produz uma ampla variedade de contrastes de tons de cinza devido à sensibilidade do nital a orientação. O ataque químico na perlita clara é superficial comparado com nas áreas escuras. Há o risco de algumas das áreas de ataque claro poderem ser confundidas com ferrita. A análise da perlita grossa à altas magnificações revela que a lamela de cementita não é atacada, mas aparece delineada devido à dissolução da lamela de ferrita (VANDER VOORT, 1999).

O ataque de metais puros e ligas monofásicas acontece sem o auxílio da grande diferença de potencial presente em ligas multifásicas. A diferença de potencial entre contornos de grão e seus interiores são menores e exercem menos influência na resposta ao ataque. Impurezas que segregam no contorno de grão podem alterar significativamente a resposta ao ataque. Em metais e ligas monofásicas um reagente específico pode atacar os contornos de grão ou dissolver preferencialmente grãos diferentemente orientados (facetagem), o que produz um ataque com contraste de grãos. Um reagente que ataca o contorno de grão também pode produzir contraste de grão com longos tempos de ataque. Reagentes que produzem contraste de grão são sensíveis a diferente taxa de dissolução dos grãos diferentemente orientados na superfície da amostra. A luz vertical incidente nas facetas

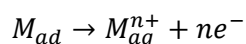
do grão é refletida em diferentes ângulos, produzindo contraste de tons de cinza em grãos diferentemente orientados (VANDER VOORT, 1999).

Portanto, quando metais monofásicos são atacados para obter facetagem, alguns grãos aparecem brilhantes e acetinados enquanto os restantes são escurecidos em graus variáveis. Este fenômeno não é devido às diferenças de composição que levam a coloração seletiva, mas ao ângulo do grão atacado com relação à iluminação incidente. Aqueles grãos perpendiculares à luz incidente aparecem brilhantes e acetinados, enquanto aqueles angulares à luz incidente aparecem escuros. O escurecimento do grão depende do ângulo da faceta do grão.

Muitos reagentes químicos são misturas de ácidos com um solvente como a água. Durante o ataque, os átomos na superfície anódica são transferidos para a solução reagente como cátions. Contudo, antes destes átomos serem transferidos para solução eles são adsorvidos na superfície do metal.



Estes átomos são móveis e são transferidos para solução reagente como segue: moléculas de água tornam-se ligadas ao cátion metálico por forças de dipolo iônico, e o cátion do metal é hidratado.



Finalmente, o cátion é removido da superfície para solução após a hidratação ser concluída. O metal sendo atacado nem sempre reage com o reagente para produzir hidratação. Ao invés disto, íons complexamente ligados ou compostos metálicos relativamente insolúveis podem ser formados e precipitados na superfície do metal (VANDER VOORT, 1999).

Se cátions são formados, um receptor para os elétrons deve existir para o processo continuar. No ataque de metais não preciosos em uma solução não oxidante, a dissolução do metal produz hidrogênio, que atua como receptor de elétrons. Mudanças na concentração de ácido aceleram ou retardam o ataque.

O hidrogênio não é liberado quando metais mais nobres são atacados. O reagente precisa ser formulado para que os elétrons liberados sejam consumidos pela redução do oxigênio. Por este motivo, reagentes para metais mais nobres devem conter oxidantes, que liberem oxigênio, como ácido nítrico, ácido crômico, ácido pícrico, cloreto de ferro,

persulfatos ou peróxidos. Uma vez que a maioria dos reagentes contém oxidantes, eles podem ser usados para atacar metais nobres e não nobres (VANDER VOORT, 1999).

2.3.1 Técnicas de ataque

Devido ao ataque ser essencialmente uma reação superficial, a superfície deve ser limpa após a preparação para remover todos os vestígios de óleos e gorduras. Qualquer método que remova óleo e gordura e não contamine ou oxide a amostra é satisfatório. Solventes ou água quente com detergente são suficientes. Após a limpeza o enxágue final é feito com líquido que seque e evapore sem deixar resíduos. Álcool e acetona são geralmente usados. Uma vez limpa a superfície, deve se ter cuidado para não contaminá-la. Tocar a superfície com o dedo pode ser o suficiente para interferir no ataque (SAMUELS et al. 2004).

Reagentes químicos são usados tanto imergindo a amostra e agitando suavemente quanto esfregando a amostra, geralmente em temperatura ambiente. A amostra é segurada com pinças, nunca com os dedos, e posta na solução. A amostra pode ser levemente agitada, assim os produtos de reação não se acomodam na superfície causando ataque lamacento e desigual. Embora alguns recomendem atacar de cabeça para baixo para minimizar a deposição de produtos de reação, o progresso do ataque não pode ser acompanhado, o que resulta num controle ruim. Se a deposição na superfície for um problema sério, uma barra magnética pode ser usada para agitar a solução durante no ataque. Como regra, a amostra não deve ser esfregada a não ser que seja especificado na literatura para o ataque. Ao esfregar há o risco de riscar a superfície, principalmente para metais macios. Alguns usam hastes com pontas de algodão ou papel para esfregar, enquanto outros preferem um grande chumaço de algodão saturado com o reagente. O algodão deve ser recarregado regularmente com solução fresca até o contraste desejado ser obtido. Esfregar é preferido para aqueles reagentes em que a deposição de produtos de reação ou manchas são problemas, como em ligas de titânio (VANDER VOORT, 1999).

O tempo de ataque é geralmente determinado empiricamente, entretanto em situações bem definidas, como ataque eletrolítico, os tempos especificados geralmente produzem resultados aceitáveis. Se a superfície de interesse estiver com a face para cima no reagente ela pode ser observada, permitindo o ataque ser interrompido no tempo apropriado.

O controle do tempo de ataque é importante na obtenção de uma imagem nítida que permita a resolução de detalhes finos. Se um reagente é forte e produz um ataque rápido, ou seja, um tempo de ataque menor que poucos segundos, bons resultados podem ser difíceis de serem obtidos constantemente e um reagente mais suave deve ser escolhido para um melhor controle. Reagentes que demandam 20 segundos ou mais para revelar a estrutura geralmente fornecem o controle necessário para o ataque. O sob ataque falha em revelar todos os detalhes, enquanto o sobre ataque oculta os detalhes (BRAMFITT, 2002).

2.3.2 Reagentes

A estrutura do ferro e aço foi documentada mais minuciosamente que a de qualquer outro metal devido à importância comercial destas ligas. Devido à ampla variedade de ligas de aço desenvolvida e a possibilidade de alterar suas propriedades extensivamente através de tratamento térmico, não é surpreendente que diversos reagentes diferentes tenham sido formulados para ligas e condições específicas.

Com o constante crescimento da indústria do aço, bem como ao aumento das exigências quanto à qualidade dos produtos siderúrgicos, diversas soluções para ataque metalográfico de aços foram desenvolvidas e aprimoradas ao longo do tempo. Atualmente está disponível na literatura uma enorme gama de reagentes, desde os de uso geral, que se aplicam a praticamente todos os materiais ferrosos, até soluções específicas para determinado tipo de aço ou ainda para evidenciar apenas certa característica na amostra. Uma listagem breve dos principais reagentes metalográficos utilizados atualmente na indústria metal mecânica é exibida na tabela 2.1, adaptada da norma internacional ASTM E340-00.

O reagente mais comum para o ataque de ferro e aços é a mistura de água e ácido clorídrico concentrado (HCl) 1:1 em volume. O reagente deve ser utilizado em uma capela, ou algum outro meio de remover os vapores corrosivos de ser empregado. A solução pode ser aquecida sem variações consideráveis na concentração. O reagente pode ser reutilizado se não ficar excessivamente contaminado ou enfraquecido (ASTM INTERNATIONAL, 2004).

Tabela 2.1 Principais reagentes macrográficos para ferro e aço. (ASTM INTERNATIONAL, 2004).

Ligas	Composição	Comentários
Aços planos e ligados, aços rápidos, ferramenta e inoxidáveis	HCl (concentrado) 50 ml H ₂ O 50 ml	Uso geral
Aços alta liga	HCl (concentrado) 50 ml HNO ₃ (concentrado) 25 ml H ₂ O 25 ml	Relação HCl:HNO ₃ varia de 2:1 a 3:1
Aços planos e ligados, aços de cutelaria (12-14 % Cr)	HCl (concentrado) 38 ml H ₂ SO ₄ (concentrado) 12 ml H ₂ O 50 ml	Funciona bem em aços com 12% CR
Aços alta liga	HNO ₃ (concentrado) 10 ml HF (48 %) 4 ml H ₂ O 87 ml a HNO ₃ (concentrado) 40 ml HF (48 %) 10 ml H ₂ O 50 ml	Relação HNO ₃ :HF varia
Aços inoxidáveis e alta liga	HCl (concentrado) 50 ml H ₂ O 50 ml H ₂ O ₂ (30 %) 20 ml	Produz acabamento brilhante
Aços inoxidáveis austeníticos	HCl (concentrado) 50 ml Sol. Sat. CuSO ₄ em 25 ml H ₂ O	Reagente de Marble. Ataque leve, bom para estrutura
Aços planos e baixa liga	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 10 g H ₂ O 100 ml	Tamanho de grão, soldas
Aços planos e ligados	CuCl ₂ 2,5 g MgCl ₂ 10 g HCl (concentrado) 5 ml Álcool - até 250 ml	Reagente de Stead. Revela áreas ricas em P
Aço doce, Aço Bessemer e com alto N ₂	CuCl ₂ 90 g HCl (concentrado) 120 ml H ₂ O 120 ml	Reagente de Fry. Mostra linhas de tensão devido ao trabalho a frio
Aços planos e baixa liga	CuCl ₂ 45 g HCl (concentrado) 180 ml H ₂ O 100 ml	Reagente de Fry modificado por Wazau, evita deposição de Cu
Aços inoxidáveis e com alto Cr	HCl 10 ml Álcool 100 ml Ácido pícrico 1 g	Reagente Vilella
Aços planos e baixa liga	HCl (concentrado) 6-12 ml H ₂ O 100 ml	Ataque eletrolítico. Amostras pequenas, menores que 20in ²
Aços planos e baixa liga	HCl (concentrado) 6 ml H ₂ O 100 ml HBO ₃ 1 g	Ataque eletrolítico. Para amostras maiores que 20in ²

Segundo Vander Voort; os seguintes critérios devem ser considerados no desenvolvimento de um reagente metalográfico:

- O reagente deve produzir resultados versáteis, ser aplicável à maioria dos materiais e revelar uma grande variedade de características estruturais e irregularidades.
- A composição do reagente deve ser simples, barata e de fácil preparação.
- O reagente deve ser estável durante o uso e armazenagem.
- O uso do reagente deve ser seguro e não deve gerar gases nocivos.

O reagente à base de ácido clorídrico cumpre consideravelmente bem a maioria dos requisitos acima quando comparado com os demais reagentes normalmente encontrados em laboratórios metalúrgicos. Porém a grande geração de vapores ácidos, além de expor a grandes riscos os laboratoristas, causa diversos transtornos como a deterioração da capela e a necessidade de cuidados especiais para armazenagem, transporte e descarte da solução. Desta forma, se possível, deve-se reduzir, ou até mesmo eliminar, o uso deste reagente substituindo-o por soluções menos nocivas ao público e ao ambiente.

Com este objetivo o experiente metalurgista Jair Leopoldo Janoski vem testando, ao longo de sua carreira, diferentes soluções na realização de ataques macrográficos em produtos laminados, forjados e brutos de fusão. Janoski obteve sucesso ao substituir o reagente tradicional a base de HCl, sem perdas na qualidade do ataque, por uma solução aquosa contendo persulfato de amônio na obtenção de amostras para avaliação de diversas características, como: macrosegregações, linhas de deformação, estrutura dendrítica, trincas, dobras e escamas, contemplando praticamente todo campo de utilização do ácido clorídrico como reagente metalográfico. Seu estudo nunca foi publicado, mas os resultados empíricos observados são totalmente satisfatórios e deram origem a este trabalho, que tem como finalidade comprovar a efetividade e otimizar os parâmetros do ataque proposto por Janoski.

2.3.3 Comparativo entre persulfato de amônio e ácido clorídrico do ponto de vista de saúde, segurança e meio ambiente

São conhecidos, dos que utilizam ácido clorídrico, os inconvenientes da manipulação do mesmo. Nesta seção serão confrontadas diversas características representativas para a avaliação do grau de periculosidade do HCl e do substituto proposto, persulfato de amônio.

As tabelas 2.2, 2.3 e 2.4 mostram comparativos entre as principais características físico-químicas, efeitos adversos em casos de acidente envolvendo o ácido clorídrico e o persulfato de amônio na forma como comercializados e índices de toxicidade dos mesmos. A avaliação quanto à qualidade do ataque obtido com cada reagente é documentada na seção 4, a ponderação da totalidade dos fatores pode ser conferida na conclusão do trabalho, na seção 5.

Tabela 2.2 Comparativo de características físico-químicas entre ácido clorídrico e persulfato de amônio. (United Nations Environment Programme, 2013)

Característica	Ácido clorídrico	Persulfato de amônio
Natureza química	Acido Inorgânico	Sal inorgânico
Fórmula molecular	HCl	$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
Densidade	1,49 g/cm ³	1,98 g/cm ³
Estado físico (como comercializado)	Líquido	Cristais ou pó granulado
Cor	Incolor	Branco
Odor	Pungente	Inodoro
pH	< 1	3,2 (10% em água)
Pressão de vapor	42,2atm.	Desprezível

Tabela 2.3 Comparativo de reações adversas em caso de acidentes com ácido clorídrico e persulfato de amônio (United Nations Environment Programme, 2013).

Tipo de contato	Ácido clorídrico	Persulfato de amônio
Inalação de vapores	Irritação das mucosas, tosse, dificuldade em respirar.	Irritação das vias respiratórias, mucosas, pulmões.
Contato com a pele	Queimaduras.	Irritação. Perigo de sensibilização da pele.
Contato com olhos	Queimaduras. Perigo de cegueira.	Irritação
Ingestão	Lesões corrosivas na boca, faringe, esôfago e trato gastrointestinal. Perigo de perfuração do esôfago e do estômago. Após o período de latência: falência cardiovascular.	Irritação da via gastrointestinal, cefaleias, náuseas, vômitos e diarreia.

Tabela 2.4 Comparativo de índices de toxicidade do ácido clorídrico e do persulfato de amônio.(United Nations Environment Programme, 2013)

Índice	Ácido clorídrico	Persulfato de amônio
LD ₅₀ (oral, rato)	277mg/kg	495mg/kg
LC ₅₀ (inalação, rato)	60,9mg/L/5min	> 2.950.000mg/L/4h
EC ₅₀ (<i>Daphnia magna</i>)	0,492mg/L/48h	120mg/L/48h
LC ₅₀ (<i>Oncorhynchus mykiss</i>)	10,3mg/L/96h	76,3mg/L/96h
LC ₅₀ (<i>Leponis macrochirus</i>)	30,9mg/L/96h	103mg/L/96h
EC ₅₀ (<i>Selenastrum capricornutum</i>)	0,78mg/L/72h	83,7mg/L/72h
NOEC (<i>Selenastrum capricornutum</i>)	0,097mg/L/72h	39,2mg/L/72h

Pela análise dos dados expostos nas tabelas 2.2, 2.3 e 2.4, percebe-se claramente o quão menos perigoso ao usuário e ao meio ambiente é o persulfato de amônio comparado ao ácido clorídrico. Destacam-se os valores de pH, extremamente baixos, e a pressão de vapor, que é alta, para o HCl, demonstrando a grande emissão de vapores ácidos, em quanto é desprezível para o persulfato de amônio.

Nos resultados dos experimentos realizados com animais por diferentes pesquisadores, disponibilizados pelo *United Nations Environment Programme*, pode ser visualizado o quão danosos são os gases de HCl. A concentração letal, de HCL no ar, para 50% da população (LC₅₀) do ensaio com ratos não passou de 60,6 mg/L em tempos nunca superiores à uma hora. O mesmo índice medido para o persulfato de amônio, disponibilizado também pelo *United Nations Environment Programme*, foi maior que 2.950.000 mg/L para tempos de 4 horas, extrapolando a concentração detectável na ocasião do ensaio.

Analisando os efeitos adversos do contato acidental com a pele de ambos reagentes estudados é notável a maior agressividade do HCl, que causa queimaduras no acidentado, enquanto o (NH₄)₂S₂O₈ gera apenas irritação e perigo de sensibilização da pele.

Em caso de derramamento acidental no solo ou cursos de água, ambos reagentes tendem a se dissociarem. O persulfato de amônio tende formar sulfatos e óxidos estáveis com os elementos disponíveis, já o HCl tende a reduzir fortemente o pH do meio até que seja suficientemente diluído.

Outra vantagem do persulfato de amônio é a comercialização no estado sólido, tornando o transporte e armazenamento mais simples, baratos e seguros.

3.0 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo serão apresentadas as amostras de aço analisadas e a metodologia utilizada para a avaliação do reagente proposto em comparativo com o ácido clorídrico.

3.1 Material

Este trabalho foi realizado utilizando como material de análise amostras de aço baixa liga e soluções de ácido clorídrico e de persulfato de amônio em água. Para o primeiro reagente foi seguida a norma internacional ASTM E340-00, que sugere que o reagente tenha a razão 1:1 em volume de ácido e água. O persulfato de amônio foi diluído em água deionizada a concentrações desde 10% até 40% em peso.

Para a escolha das amostras procurou-se cobrir a maior parte do campo de emprego de reagentes macrográficos. Para tanto, se optou por amostras de aços baixa liga com médio carbono, comumente usados na indústria metal mecânica. Fica como sugestão para trabalhos futuros a avaliação do uso do reagente proposto para ensaios em aços alta liga e de diferentes composições químicas.

Os testes com intuito de comparar a efetividade do persulfato de amônio em revelar macrosegregações e estrutura dendrítica remanescente em produtos laminados foram realizados em amostras de barras de aço SAE 1045 laminadas. A amostra como recebida pode ser vista na figura 3.1. Um resumo da composição química das amostras pode ser visto na tabela 3.1.



Figura 3.1 Amostras de aço SAE 1045 laminado como recebida no laboratório metalúrgico.

A amostra apresentada na figura 3.1 foi cortada, com disco abrasivo, da ponta de uma barra aleatória da mesma campanha de laminação das demais amostras.

Tabela3.1 Composição química do aço SAE 1045 usado nos testes de revelação da estrutura dendrítica por persulfato de amônio.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Sn	Al	N
% em massa	0,46	0,64	0,022	0,020	0,26	0,11	0,07	0,014	0,014	0,008

Para a avaliação da eficácia do ataque em revelar linhas de deformação foram usadas amostras de bielas forjadas, com composição química descrita na tabela 3.2. A figura 3.2 mostra um esboço da região de onde foram extraídas as amostras de forjados.

Tabela3.2 Composição química das amostras de bielas forjadas usadas nos testes de revelação de linhas de deformação por $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Sn	Al	N
% em massa	0,29	0,85	0,015	0,042	0,26	0,20	0,04	0,01	0,01	0,013



Figura 3.2 Biela forjada usada para comparação da capacidade dos reagentes, ácido clorídrico e persulfato de amônio, em revelar as linhas de deformação. No detalhe amostra já cortada e atacada (1/2X).

A região de interesse, delimitada pelo tracejado na figura 3.2, foi escolhida pela súbita mudança de espessura da peça na mesma, tornando mais significantes as linhas de deformação.

3.2 Metodologia

Nesta seção serão apresentados os métodos de preparação das amostras, desde o corte até o ataque, bem como as técnicas de captura tratamento de imagens empregadas no estudo.

3.2.1 Preparação das amostras

As amostras foram cortadas com serra fita e lixadas em esmeril horizontal refrigerado à água utilizando rebolo de alumina AA120KV3M-RV-656 com grano 120 do fabricante Oxicro, os equipamentos são mostrados na figura 3.3. Após preparada a superfície, as amostras foram limpas em água corrente, enxugadas em álcool e secas com jato de ar para evitar interferências no ataque químico.



Figura 3.3 Equipamentos utilizados para preparação de amostras. À esquerda serra fita; à direita esmeril horizontal.

Fica evidente na figura 3.3 a simplicidade dos equipamentos necessários à preparação de amostras para análise macrográfica, bem como o relativamente baixo custo do procedimento.

3.2.2 Ataque químico

O ataque macrográfico foi realizado em capela específica para o mesmo. Foram usadas duas técnicas distintas para a revelação da macroestrutura. A primeira, e mais comumente utilizada, consiste na imersão da amostra em recipiente inerte contendo o reagente; já a segunda usa de um chumaço de algodão embebido com a solução que é esfregado na superfície de interesse, sendo a última aplicável apenas ao reagente persulfato de amônio devido à agressividade do ácido clorídrico.

Para os ataques com ácido clorídrico foi empregada uma resistência elétrica sob o recipiente para realizar o aquecimento do reagente e um termômetro digital Minipa MV-363 para acompanhamento da temperatura. A solução foi primeiramente aquecida e a temperatura homogeneizada para então adicionarem-se as amostras. O termômetro foi posicionado em um copo de Becker, contendo água, colocado dentro do recipiente, a fim de evitar o ataque do mesmo pelo reagente. A figura 3.4 mostra a montagem do aparato para ataque com HCl.



Figura 3.4 Aparato utilizado para ataque com ácido clorídrico (chapa de aquecimento e termômetro digital).

Note também na figura 3.4 o exaustor posicionado logo acima do recipiente, o objetivo deste é evitar a dissipação dos vapores de HCl pela capela, já que estes gases são capazes de corroer até mesmo as torneiras e outros dispositivos próximos.

A concentração, temperatura e tempo de ataque com ácido clorídrico seguiram estritamente as recomendações da norma internacional ASTM E340-00; HCl em água na razão 1:1 em volume, por tempo de 15 a 30min na temperatura de 70°C.

Os ataques com persulfato de amônio foram realizados à temperatura ambiente, dispensando o aparato de aquecimento e o termômetro. As amostras postas neste reagente foram atacadas individualmente para proporcionar melhor controle do tempo de ataque, variável de grande interesse para o estudo. Devido à grande formação de produtos de reação que ficam depositados sobre a superfície da amostra foi necessária uma etapa de limpeza após o ataque, a mesma foi executada com algodão sob água corrente. A figura 3.5 apresenta os dispositivos usados para os ataques com persulfato de amônio e a etapa de remoção do produto de reação da superfície da amostra.



Figura 3.5 Dispositivos empregados nos ataques com persulfato de amônio. À direita etapa de remoção do lodo formado pelos produtos de reação.

A figura 3.5 mostra a grande quantidade de produtos de reação insolúveis acumulados sobre a amostra, percebe-se também a facilidade de remoção dos mesmos.

3.2.3 Captura e tratamento de imagens

Para obtenção das imagens foi utilizado um scanner de mesa modelo X264dn fabricado pela Lexmark utilizando resolução de 300dpi. As imagens obtidas foram cortadas e redimensionadas, a fim de se ajustarem a este trabalho, com uso do software Microsoft Picture Manager.

4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos e discutidas as observações feitas em cada experimento. Os testes feitos foram divididos conforme a característica macroestrutural de interesse e subdivididos de acordo com a técnica empregada para o ataque químico, conforme especificado na seção 3.

Adotou-se como padrão para comparação amostras de mesma procedência atacadas com ácido clorídrico em água na razão 1:1 em volume, aquecido a 70°C, estritamente conforme o procedimento recomendado pela norma internacional ASTM E340-00; tendo em vista que este é o método mais difundido atualmente.

4.1 Macrosegregação e estrutura dendrítica remanescente em laminados

Macrosegregações e resquílios da estrutura dendrítica em produtos acabados são, geralmente, indesejáveis. Embora seja necessária grande severidade destas características para que comprometam as propriedades mecânicas do material, é prudente avalia-las em peças que possuam aplicações de alta criticidade.

A figura 4.1 mostra as amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas a quente em reagente à base de ácido clorídrico para revelação da macrosegregação e estrutura dendrítica remanescente.

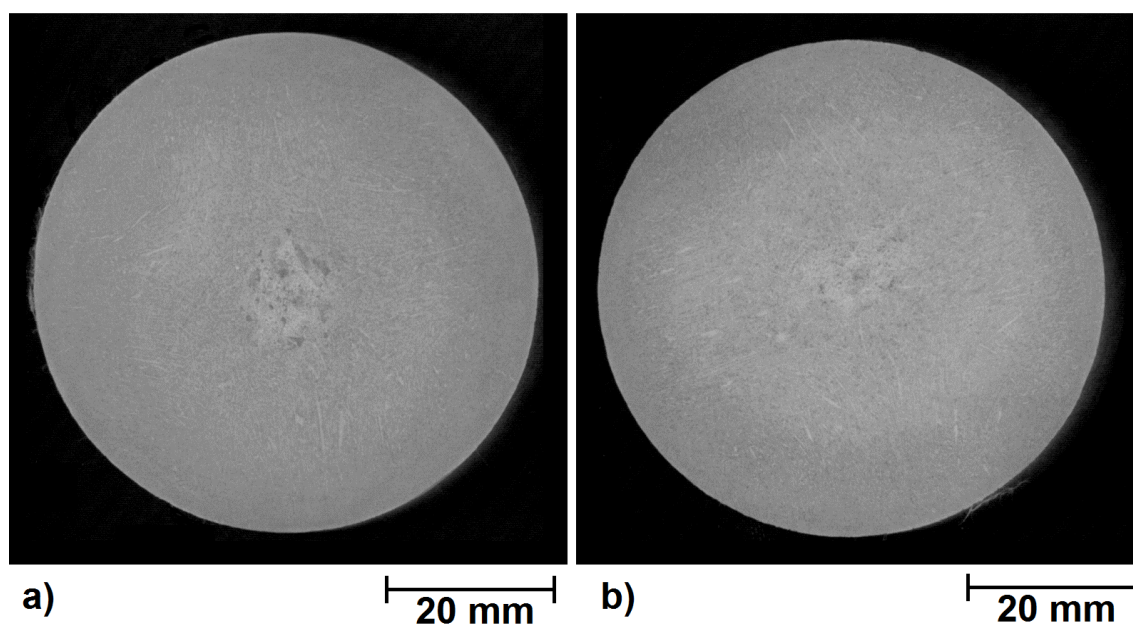


Figura 4.1 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução de ácido clorídrico em água 1:1 em volume a 70° C. Tempo de ataque: a) 30 minutos; b) 15 minutos.

Pode se notar claramente a macrosegregação presente no núcleo da barra, que aparece como os pontos escuros, e os resquícios da estrutura dendrítica, na forma de linhas mais claras. Tal contraste é devido à taxa de corrosão pelo HCl ser superior em regiões com maior concentração de elementos de liga e impurezas, como a macrosegregação e segregações interdendríticas.

Os resultados obtidos com a solução contendo HCl foram considerados satisfatórios e servirão como padrão para avaliação das macrografias obtidas a partir das diferentes técnicas abordadas neste estudo.

4.1.1 Ataque por fricção com algodão

Embora recomendada pela ASTM, esta técnica é pouco difundida para o ataque metalográfico. O método consiste em esfregar constantemente a superfície de interesse da amostra com um chumaço de algodão embebido na solução reagente.

A grande vantagem do procedimento é a possibilidade de acompanhar em tempo real o andamento do ataque químico, podendo, o laboratorista, encerrar a reação no momento em que julgar ótimo o contraste da macrografia. Outra vantagem é a remoção de qualquer resíduo

ou oxidação que possa ter restado das etapas de preparação, diminuindo a necessidade de maiores cuidados nestas.

Influência da concentração de persulfato de amônio

Nesta etapa do estudo será avaliado o efeito da concentração do reagente sobre a qualidade do ataque químico.

Todos os ataques com persulfato de amônio foram realizados à temperatura ambiente ($20 \pm 5^\circ\text{C}$) e interrompidos no momento em que se julgou ter o melhor detalhamento possível da macroestrutura naquela condição de ataque. Mediram-se os tempos necessários ao ataque nas diferentes situações e as imagens foram comparadas com a padrão (figura 4.1).

Para o primeiro teste foi arbitrada a concentração de 20%, os resultados podem ser observados na figura 4.2 e serão discutidos a seguir.

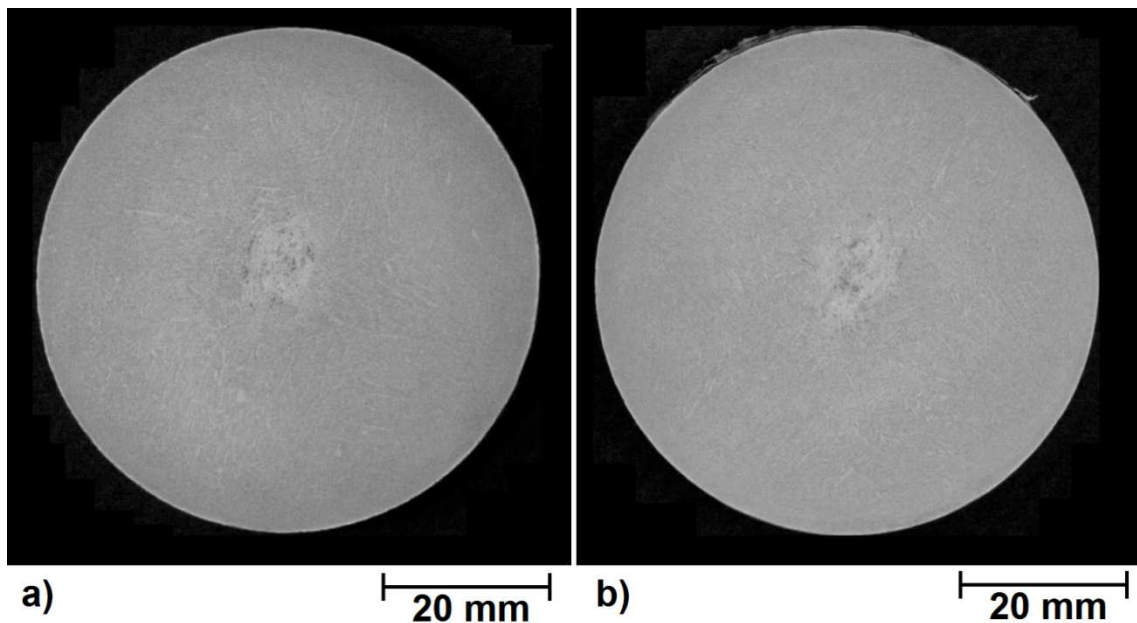


Figura 4.2 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

As amostras atacadas em solução com 20% de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ em massa apresentaram contraste semelhante às amostras padrões apresentadas na figura 4.1.

Como os resultados obtidos foram satisfatórios, procurou-se reduzir a concentração da solução de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ a fim de reduzir o custo e a acidez do reagente. Foram conduzidos

testes com solução aquosa contendo 10% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$. Os resultados são exibidos na figura 4.3.

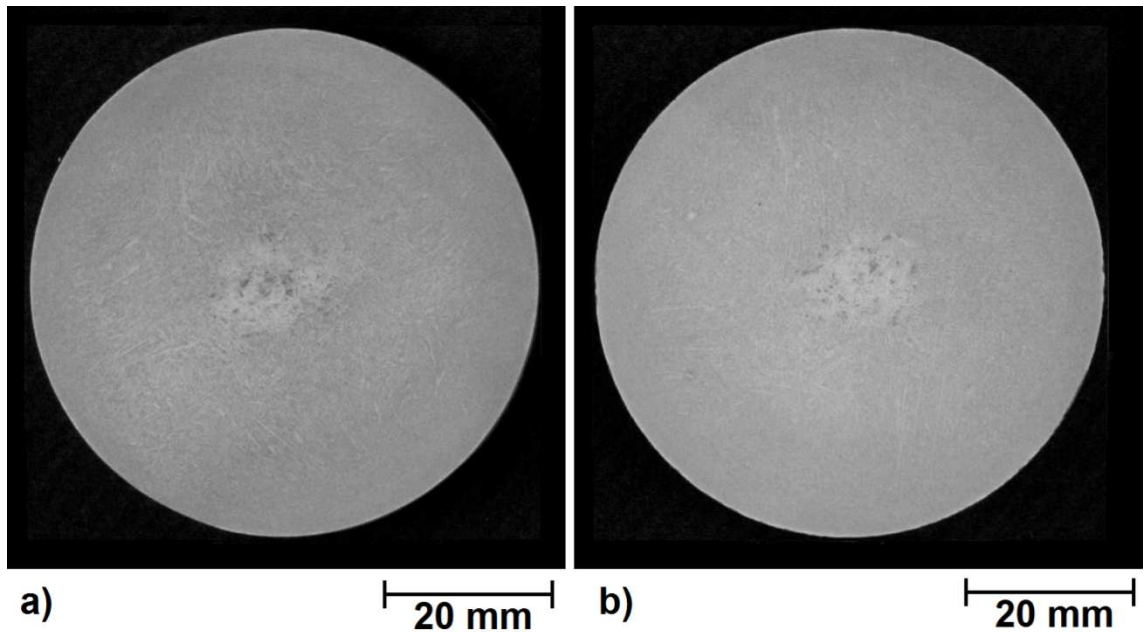


Figura 4.3 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 8 minutos.

A definição da imagem obtida após ataque pela solução com 10% de persulfato de amônio foi praticamente a mesma alcançada no primeiro teste, com concentração de 20%, porém o tempo necessário para o ataque dobrou, passando de 4 para 8 minutos.

A redução da concentração gerou grande aumento no tempo de ataque sem ganho considerável na qualidade da amostra. Tendo em vista que a técnica aplicada exige a permanência do laboratorista esfregando a amostra com algodão, este aumento no tempo torna em grande desvantagem a redução da concentração. Sendo assim, foi adotada para o próximo teste a solução em concentração de 30% de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ buscando reduzir o tempo de ataque. As imagens geradas são apresentadas na figura 4.4.

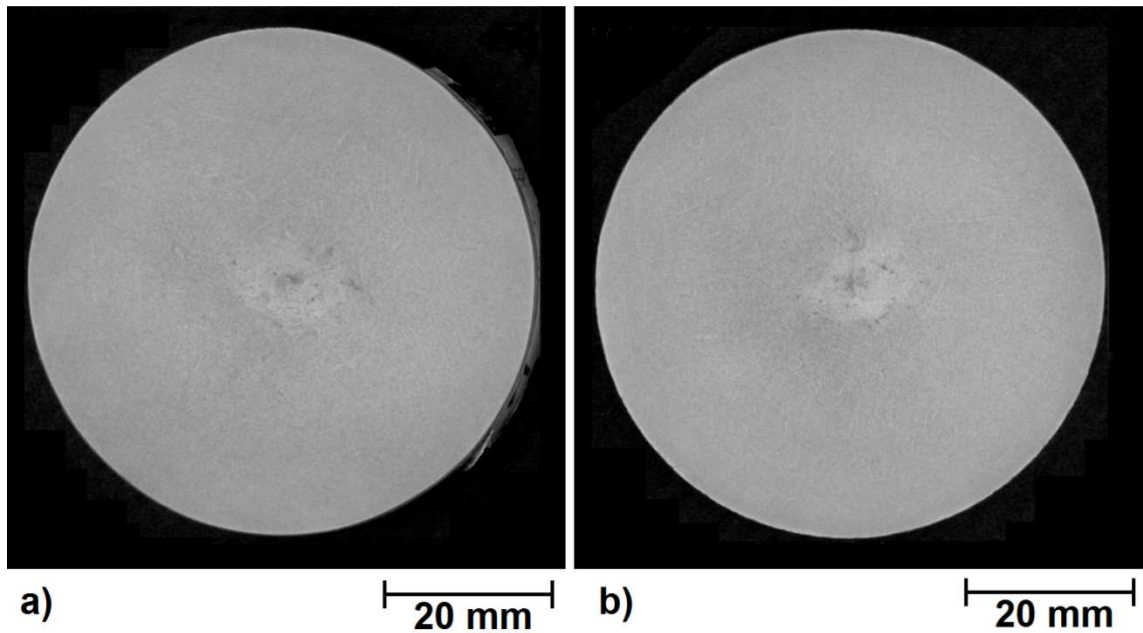


Figura 4.4 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 3,5 minutos.

As macrografias feitas com uso de solução aquosa contendo 30% em massa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ apresentaram contraste e definição semelhante às obtidas no primeiro teste, com 20% persulfato de amônio em massa. O tempo de ataque demonstrou pequena diminuição.

Com base nestes resultados prosseguiu-se o estudo com o aumento da concentração de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, a fim de verificar se a persiste a relação desta variável com o tempo de ataque.

A figura 4.5 apresenta os resultados alcançados com reagente 40% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ em massa em água.

Não foi possível a aquisição de imagens com mesma qualidade das padrões com as amostras atacadas com o reagente persulfato de amônio 40%. O contraste entre os constituintes foi considerado insuficiente, indicando que a solução mais concentrada atacou regiões que não reagiram com soluções mais diluídas. Apesar do controle em tempo real da reação química as amostras apresentaram aspecto típico de “queima” ou sobre ataque.

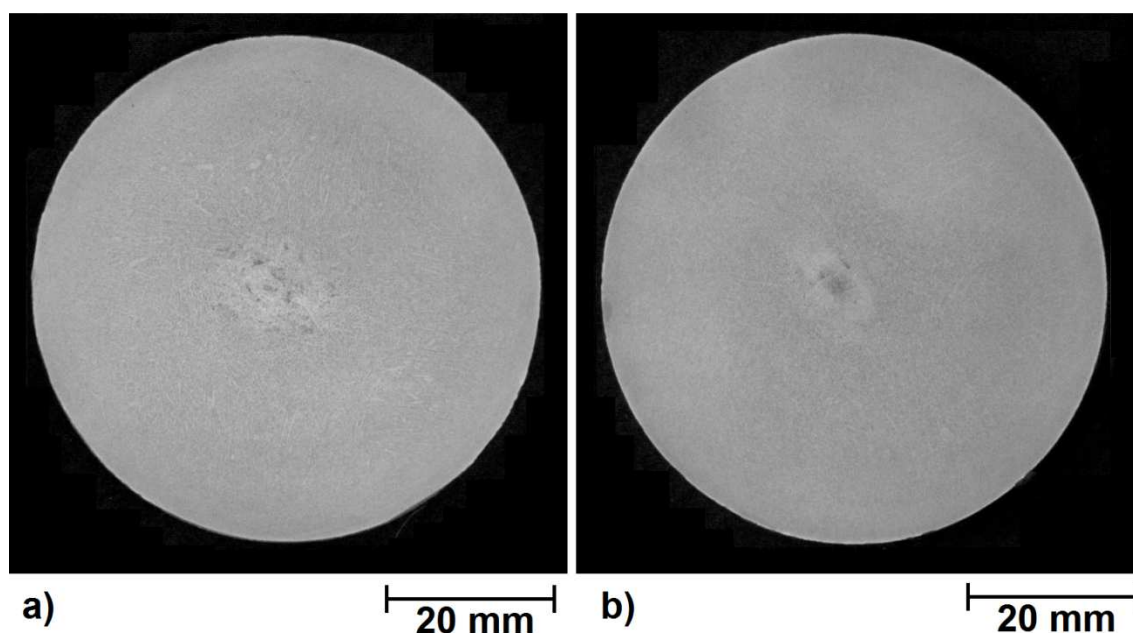


Figura 4.5 Amostras de aço SAE 1045 laminado atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.

4.1.2 Ataque por imersão

A técnica consiste na simples imersão, por determinado tempo, da amostra em recipiente contendo o reagente metalográfico. Este método é o mais comumente utilizado para ataque macrográfico em geral, e é o indicado pela norma internacional ASTM E340-00 para preparação de macrografias com ácido clorídrico.

O procedimento permite ao laboratorista realizar outras atividades enquanto a amostra é atacada, sendo este um grande benefício para aplicação na indústria siderúrgica, onde a demanda por este tipo de ensaio costuma ser grande. Outro ponto forte da técnica por imersão é a menor exposição do laboratorista à solução ácida.

Influência da concentração do reagente

Novamente será avaliado o efeito da concentração de persulfato de amônio na solução. Como nos testes realizados anteriormente, para o ataque usando fricção com algodão embebido em reagente, estes foram executados à temperatura ambiente ($20 \pm 5^\circ\text{C}$) e começou-se a partir da solução contendo 20% em massa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$.

Devido à precipitação de sólidos sobre a superfície da amostra que ocorre durante a reação química, não é possível acompanhar o andamento do ataque em tempo real. Sendo assim, foram estipulados tempos de ataque de 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20 e 30 minutos para que se pudesse analisar a implicação da mudança de concentração do reagente na cinética da reação.

As figuras 4.6 a 4.13 mostram os resultados obtidos para a concentração de 20%, de persulfato de amônio em água, nos diversos tempos de ataque.

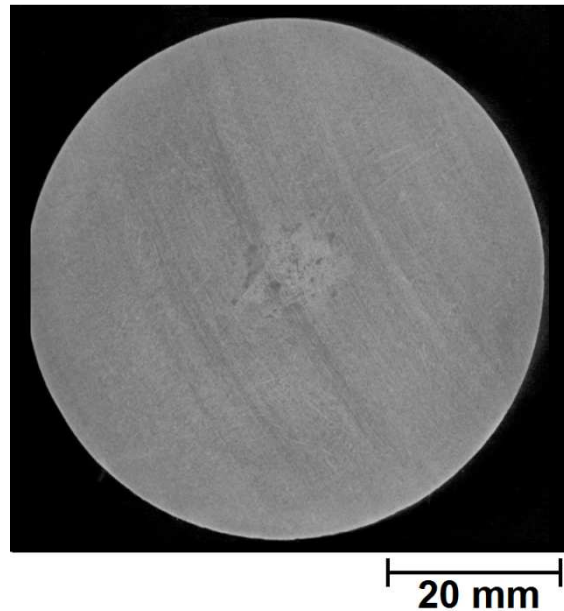


Figura 4.6 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.

Percebem-se pela figura 4.6 que na amostra atacada por 1 minuto são visíveis as marcas da preparação e a superfície ainda apresenta aspecto espelhado. O contraste entre os constituintes é relativamente baixo, indicando que o tempo de ataque foi insuficiente. Na amostra atacada por 2 minutos já não são visíveis as marcas da preparação, porém a superfície continua apresentando reflexos. A estrutura foi revelada apenas no núcleo, onde há segregações mais fortes, como visto na figura 4.7.

A amostra atacada por 3 minutos, vista na figura 4.8, apresenta melhor contraste que a anterior (figura 4.7), atacada por 2 minutos, e o ataque revelou as estruturas próximas à superfície, porém não completamente.

A amostra retirada aos 4 minutos apresenta bom contraste na região do núcleo e a estrutura na superfície foi revelada, mas, com contraste fraco, como mostrado na figura 4.9.

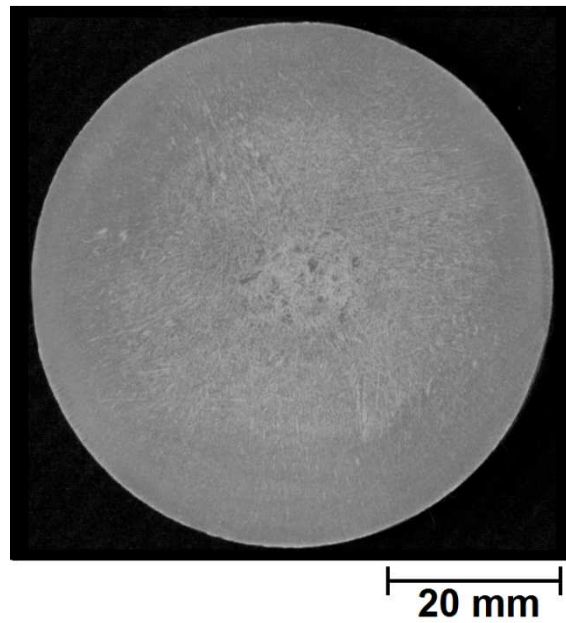


Figura 4.7 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.

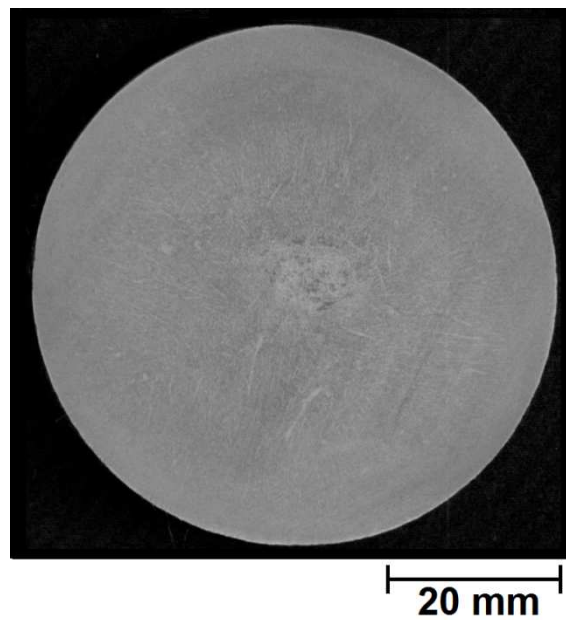


Figura 4.8 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.

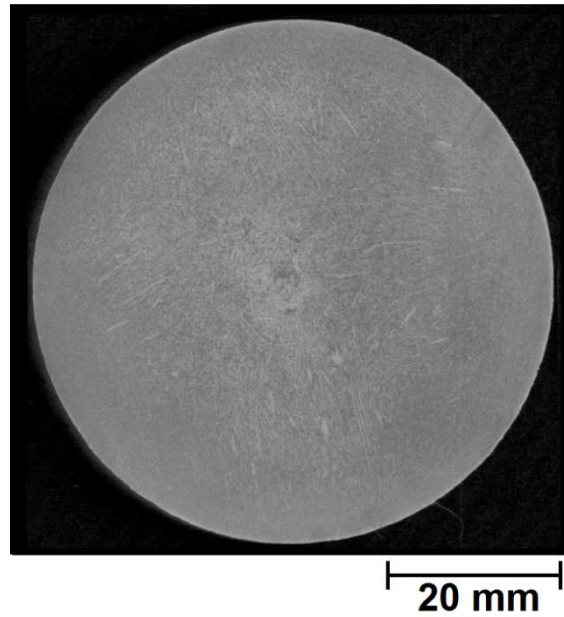


Figura 4.9 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

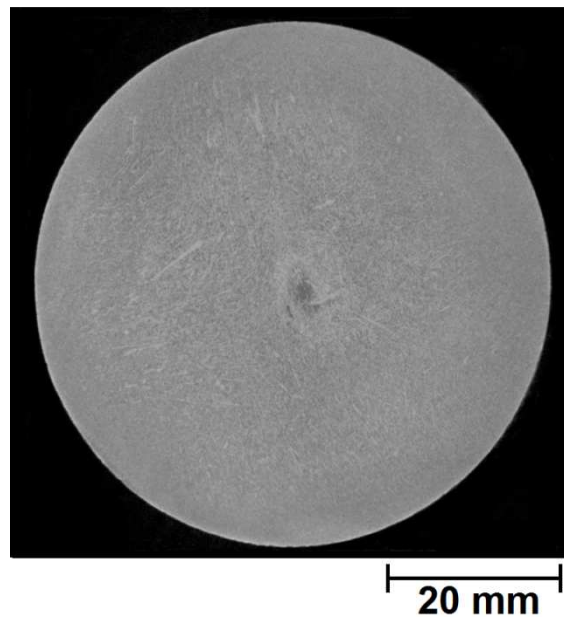


Figura 4.10 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.

Na figura 4.10 nota-se que para a amostra imersa por 5 minutos o resultado foi semelhante ao obtido pelo ataque em HCl 50% a 70°C por 30 minutos, definido com um dos padrões para comparação.

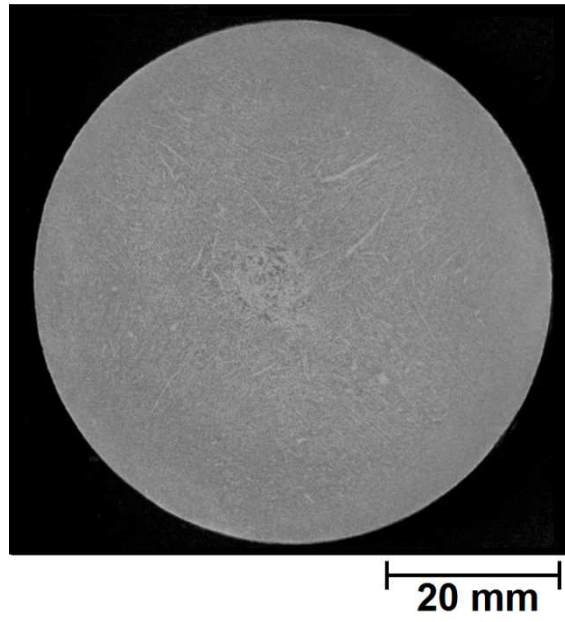


Figura 4.11 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.

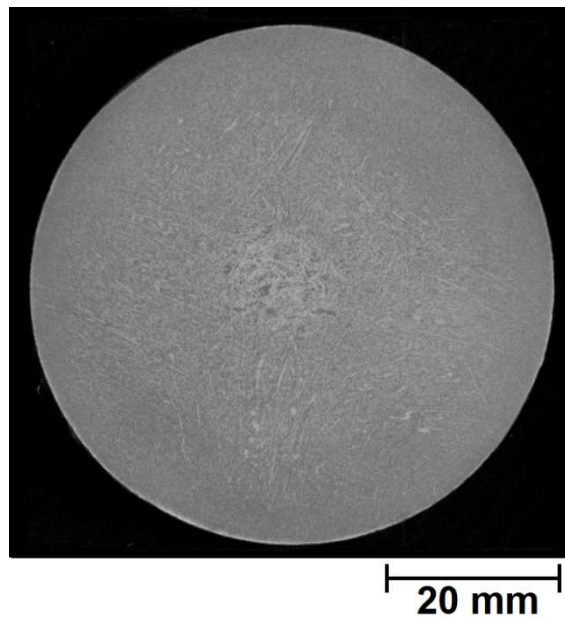


Figura 4.12 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.

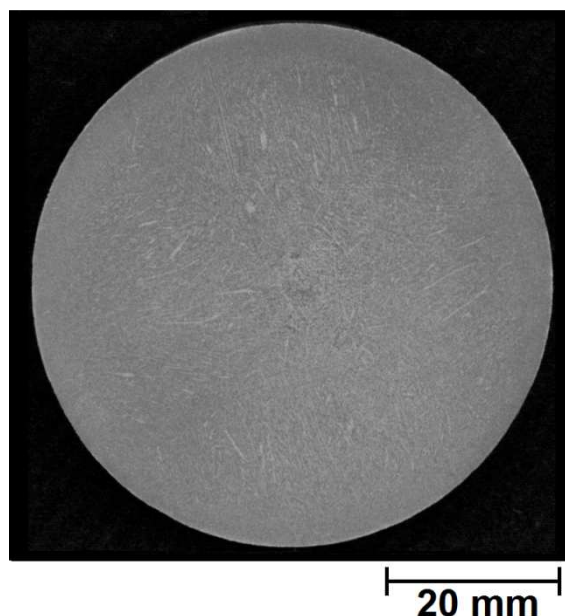


Figura 4.13 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.

Para tempos de ataque maiores que 5 minutos não são observadas grandes mudanças; provavelmente, devido à grande formação de sólidos insolúveis sobre a superfície da amostra, que tendem a dificultar a cinética da reação. Apenas na amostra atacada por 30 minutos houve pequena melhora no detalhamento da estrutura próxima à superfície da amostra, porém piora no contraste da região do núcleo, conforme visto na figura 4.13.

Os resultados obtidos com o reagente persulfato de amônio na concentração de 20% em massa, em temperatura ambiente, foram considerados satisfatórios quando comparados com o ataque padrão em HCl 50% aquecido à 70° C. Tendo a concentração de 20% sido aprovada, foi testada a solução na concentração de 10%, a fim de avaliar a possibilidade de reduzir o custo e a agressividade do reagente. Os resultados são exibidos nas figuras 4.14 a 4.21. Pode-se notar pelas figuras 4.14 a 4.18 que nas amostras atacadas por tempos de 1 a 5 minutos são visíveis as marcas da preparação e a superfície ainda apresenta aspecto espelhado. Tais condições perdem intensidade conforme o tempo de ataque aumenta, porém continuam acima do aceitável em tempos até 5 minutos.

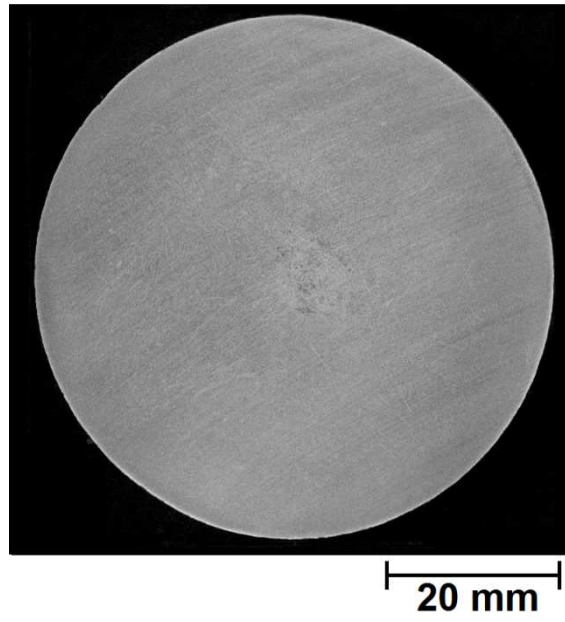


Figura 4.14 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.

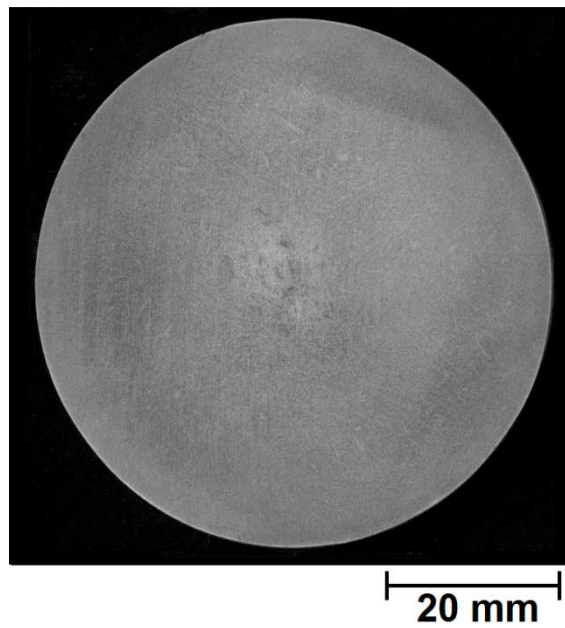


Figura 4.15 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.

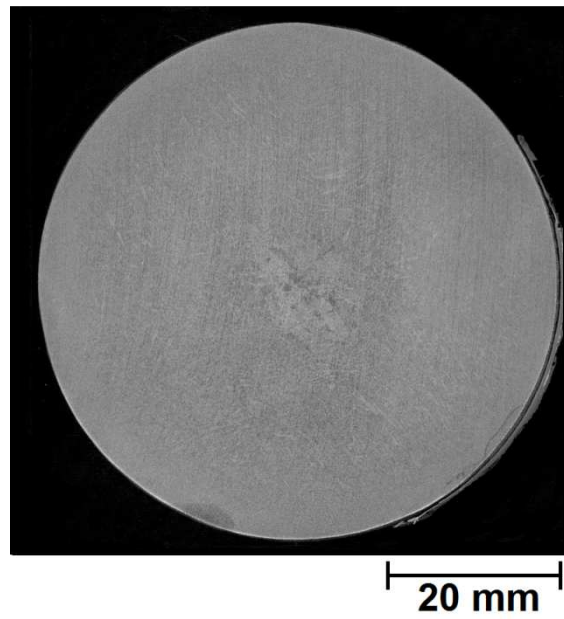


Figura 4.16 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.

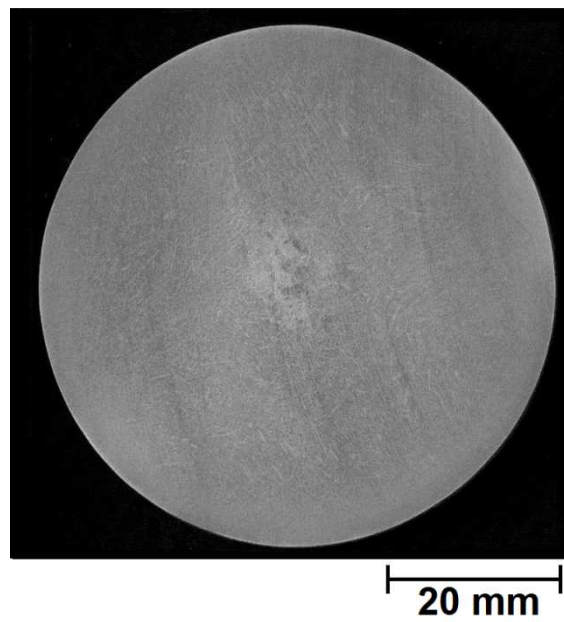


Figura 4.17 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

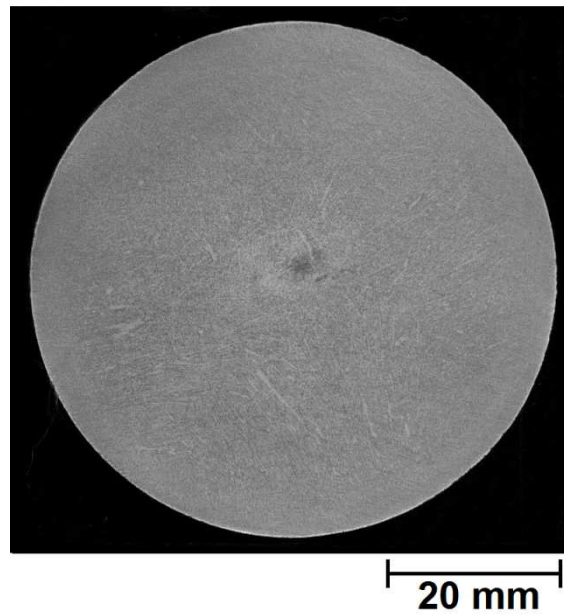


Figura 4.18 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.

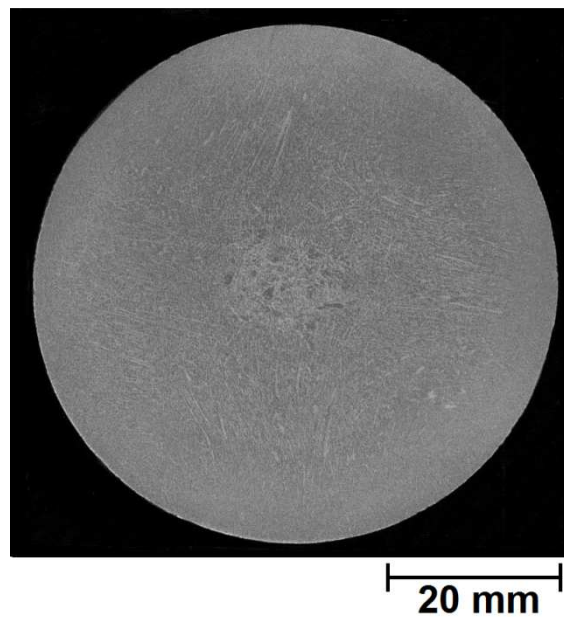


Figura 4.19 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.

A amostra retirada aos 10 minutos, mostrada na figura 4.19, não apresenta mais marcas da preparação. A estrutura dendrítica residual, próxima à superfície, foi revelada, mas com contraste fraco comparado às macrografias produzidas com ácido clorídrico.

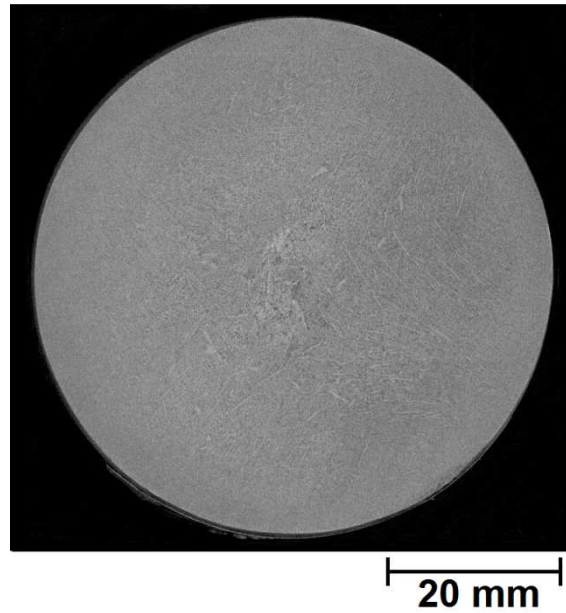


Figura 4.20 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.

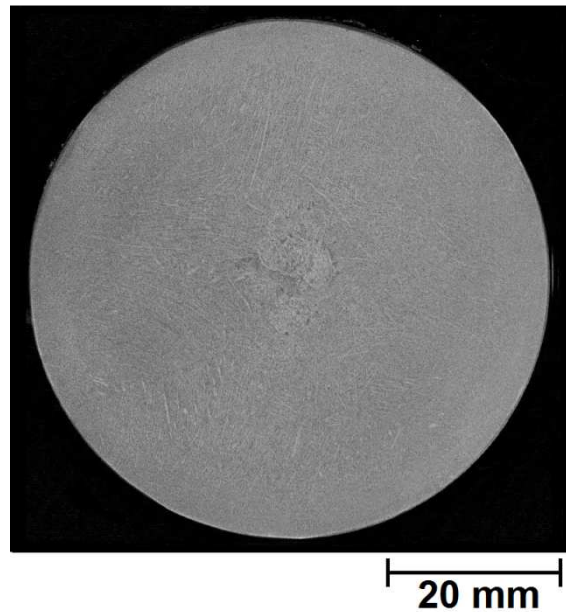


Figura 4.21 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.

Para tempos entre 10 e 30 minutos não são observadas grandes mudanças, nota-se apenas pequena melhora no nível de detalhamento dos constituintes macroestruturais próximos à superfície da amostra para o maior tempo. Na amostra imersa por 30 minutos

(figura 4.21) o resultado foi semelhante ao obtido pelo ataque em HCl 50% à 70°C por 30 minutos.

Foi observado grande aumento no tempo de ataque necessário para obtenção de bons resultados ao substituir a solução com 20% de persulfato de amônio pelo reagente contendo apenas 10%. Enquanto o primeiro teste alcançou macrografias de qualidade satisfatória em 5 minutos, o segundo demandou de 30 minutos para o mesmo resultado. Como a diminuição da concentração não trouxe benefícios quanto à qualidade do ataque e causou prejuízo na cinética do mesmo, partiu-se para concentrações maiores nos testes seguintes. As figuras 4.22 a 4.29 mostram macrografias geradas a partir de reagente persulfato de amônio 30%, em massa em água.

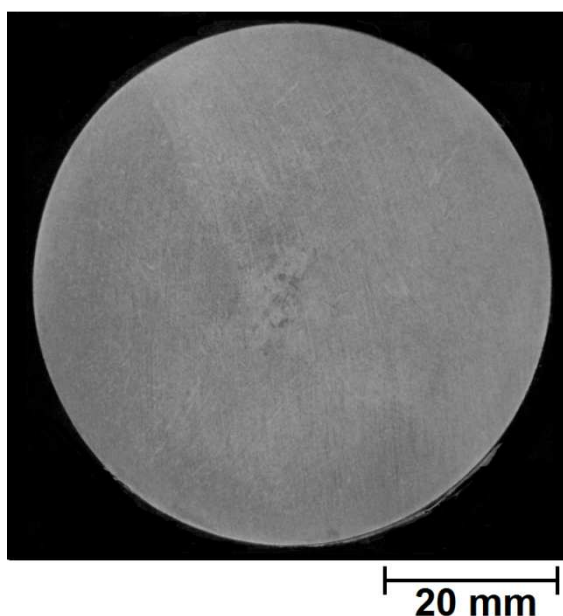


Figura 4.22 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.

A figura 4.22 demonstra que na amostra atacada por 1 minuto são visíveis as marcas da preparação e a superfície ainda apresenta aspecto espelhado; indicando que o tempo de ataque foi insuficiente. Na amostra atacada por 2 minutos (figura 4.23) as marcas da preparação são pouco visíveis, porém a superfície continua apresentando reflexos. A estrutura foi revelada, mas com contraste fraco comparado com as macrografias padrões.

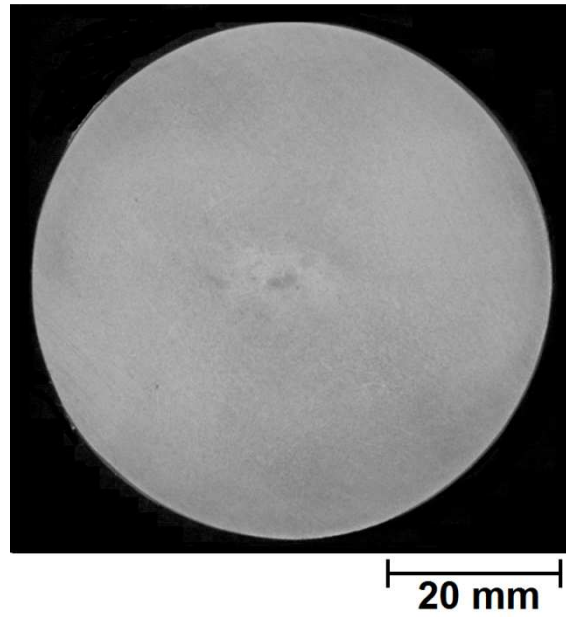


Figura 4.23 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.

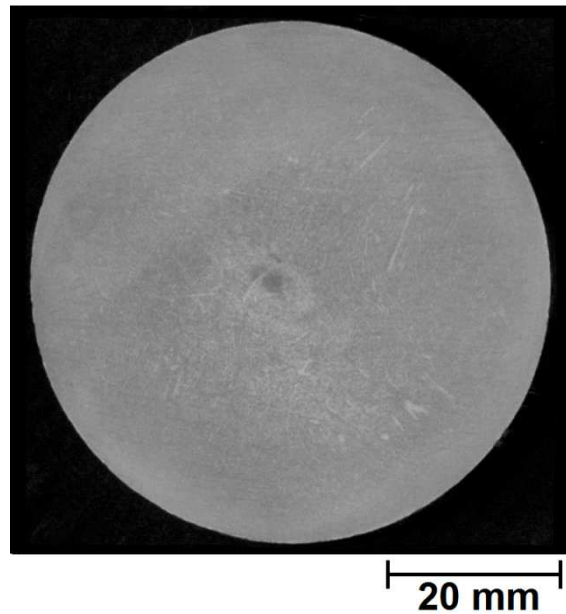


Figura 4.24 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.

A amostra atacada por 3 minutos não apresenta marcas de preparação, como visto na figura 4.24. A estrutura foi revelada, mas ainda com contraste fraco e pouca definição.

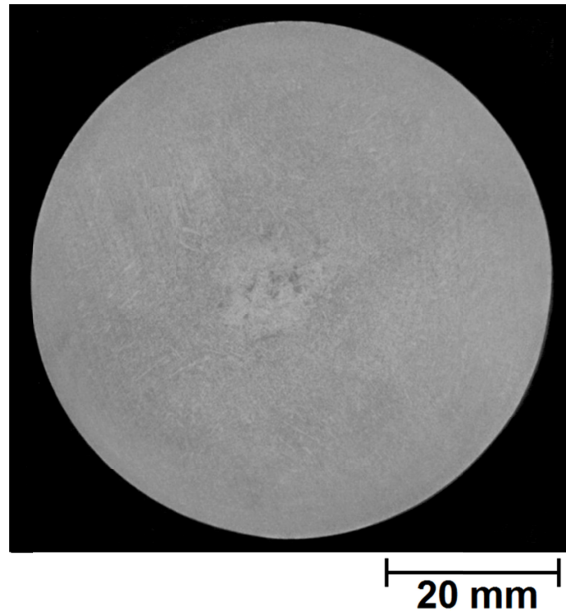


Figura 4.25 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

A amostra retirada aos 4 minutos, exibida na figura 4.25, apresenta resultado semelhante ao obtido pelo ataque padrão em HCl 50% à 70°C por 30 minutos.

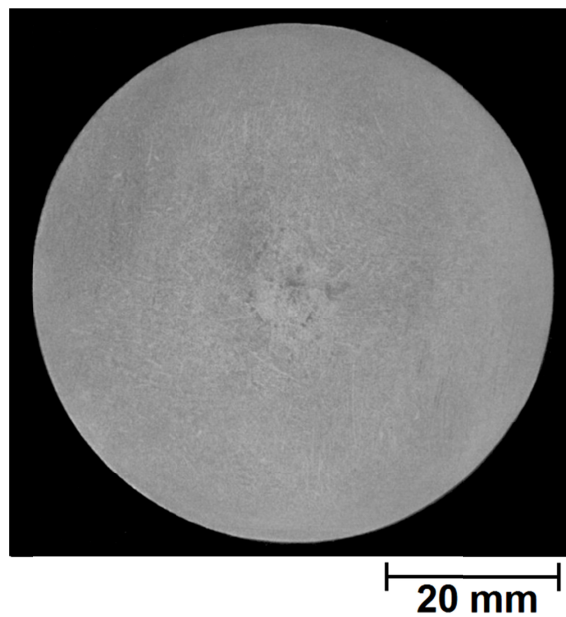


Figura 4.26 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.

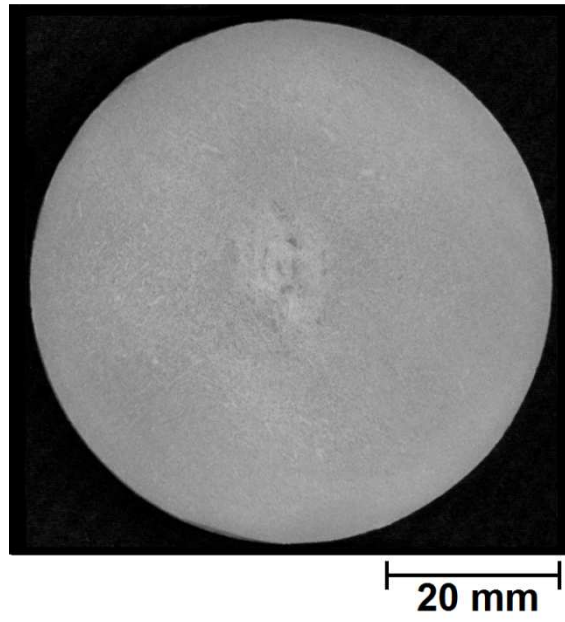


Figura 4.27 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.

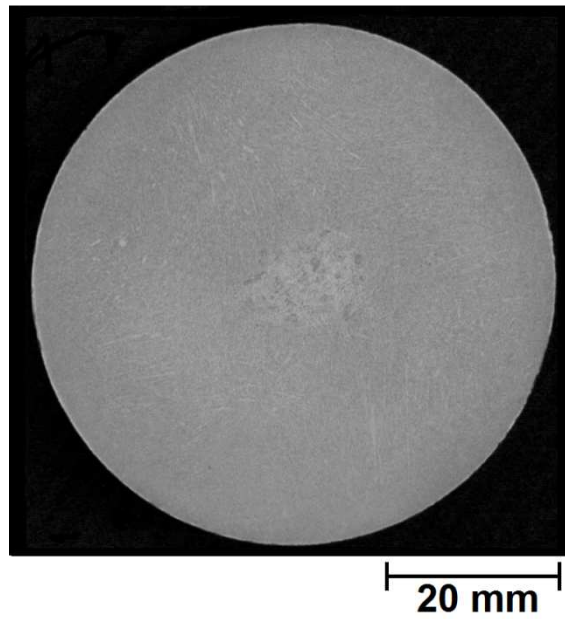


Figura 4.28 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.

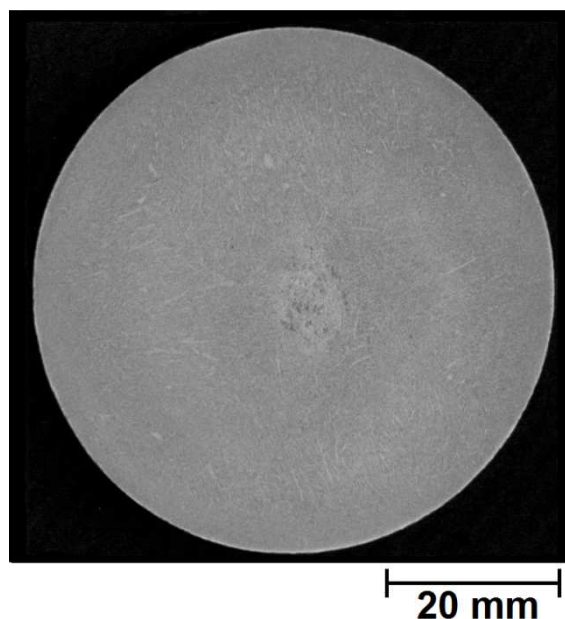


Figura 4.29 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 30% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.

Para tempos maiores que 5 minutos observa-se perda no detalhamento da estrutura revelada, indicando ataque excessivo pelo persulfato de amônio, ficando às amostras com aspecto de queimadas; como visualizado nas figuras 4.27 a 4.29.

O aumento da concentração de persulfato de amônio no reagente de 20% para 30% propiciou pequena redução no tempo de ataque necessário à obtenção de resultados satisfatórios. O contraste entre os constituintes da estrutura das amostras foi semelhante ao gerado com a solução aquosa contendo 20% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$. Apesar da redução de tempo atingida ter sido de apenas um minuto, optou-se pela continuidade dos testes com concentrações maiores já que o tempo é fator decisivo para competitividade no setor industrial. O próximo teste foi realizado utilizando-se de solução aquosa de persulfato de amônio na concentração de 40% em massa, os resultados são expostos nas figuras 4.30 a 4.37.

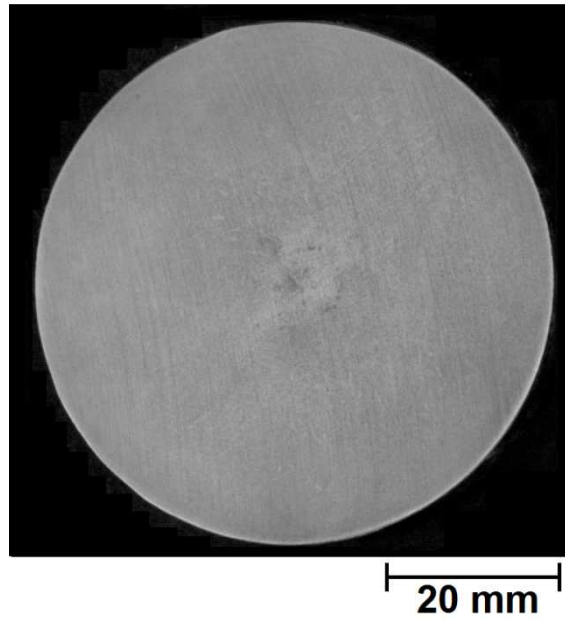


Figura 4.30 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 1 minuto.

Na amostra atacada por 1 minuto são visíveis as marcas da preparação e a superfície ainda apresenta aspecto espelhado, como observado na figura 4.30, sugerindo que o tempo é insuficiente.

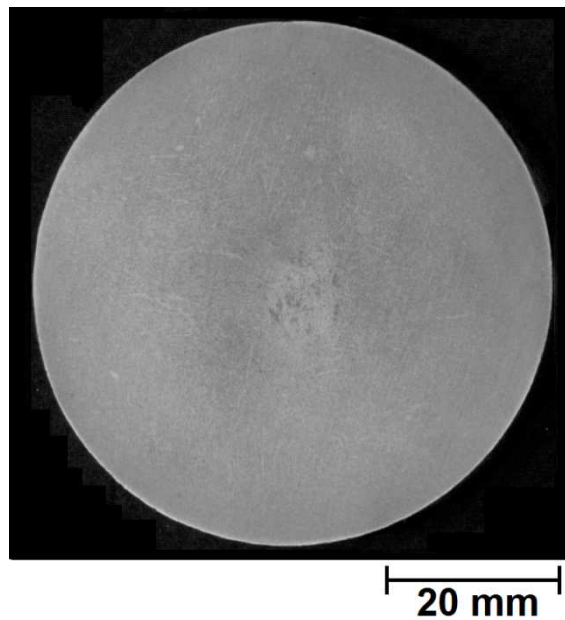


Figura 4.31 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.

A figura 4.31 mostra uma amostra atacada por 2 minutos; ela já não apresenta as marcas da preparação, porém a superfície continua apresentando reflexos. A estrutura foi revelada, mas com contraste fraco comparado às macrografias padrões.

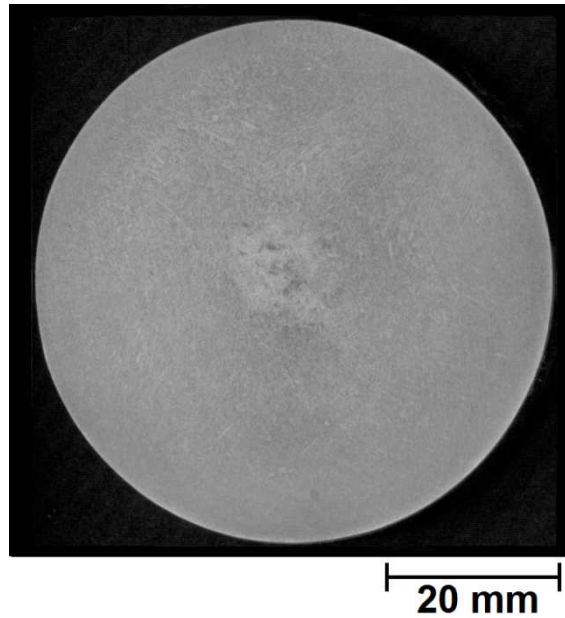


Figura 4.32 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 3 minutos.

A amostra atacada por 3 minutos (figura 4.32) não apresenta reflexos. No entanto a estrutura revelada ainda tem contraste fraco comparado às macrografias padrões.

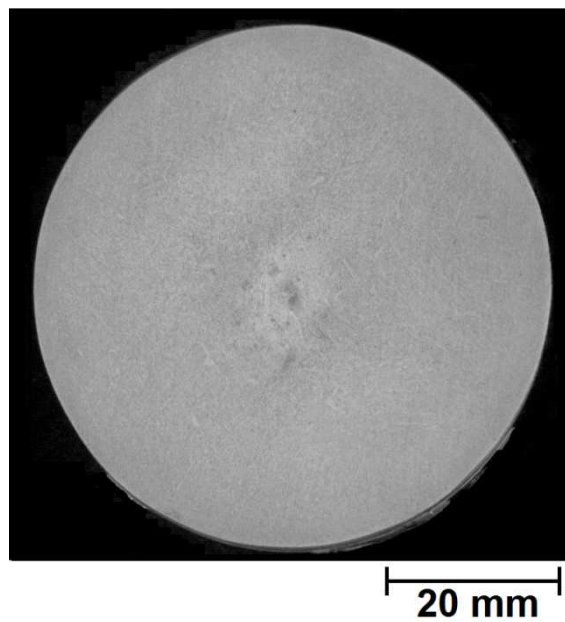


Figura 4.33 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

A amostra retirada aos 4 minutos, mostrada na figura 4.33, apresenta resultado semelhante ao obtido pelo ataque em HCl 50% à 70°C por 30 minutos, definido como padrão para comparação.

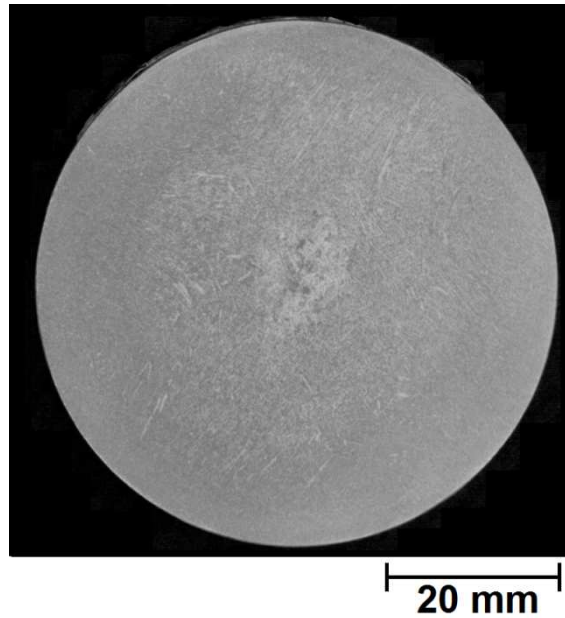


Figura 4.34 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 5 minutos.

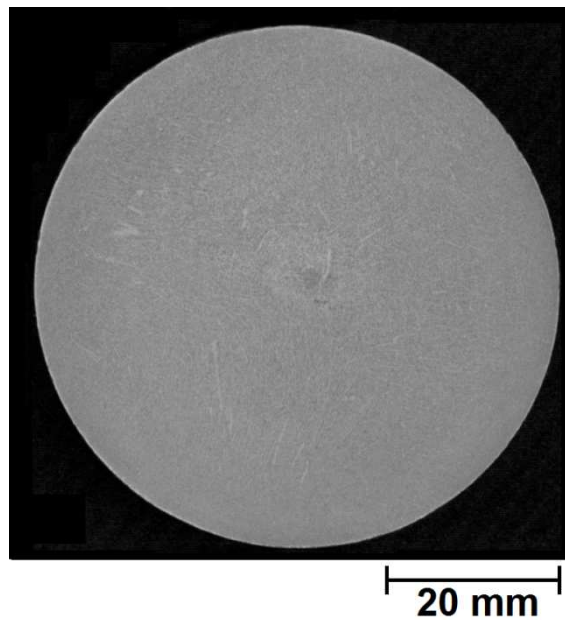


Figura 4.35 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 10 minutos.

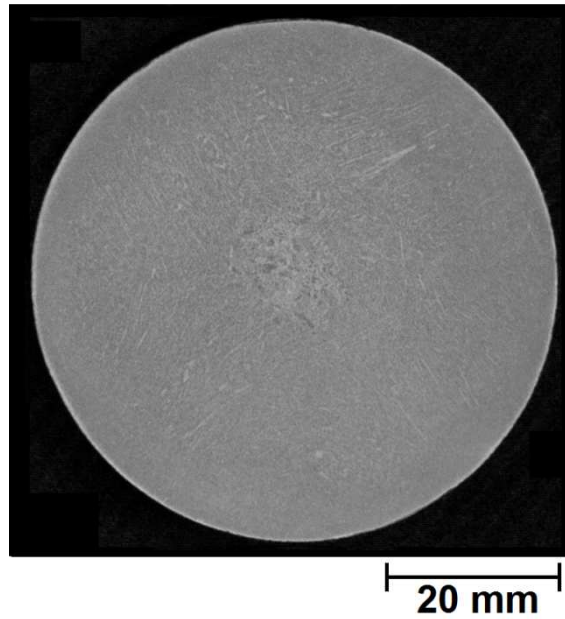


Figura 4.36 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 20 minutos.

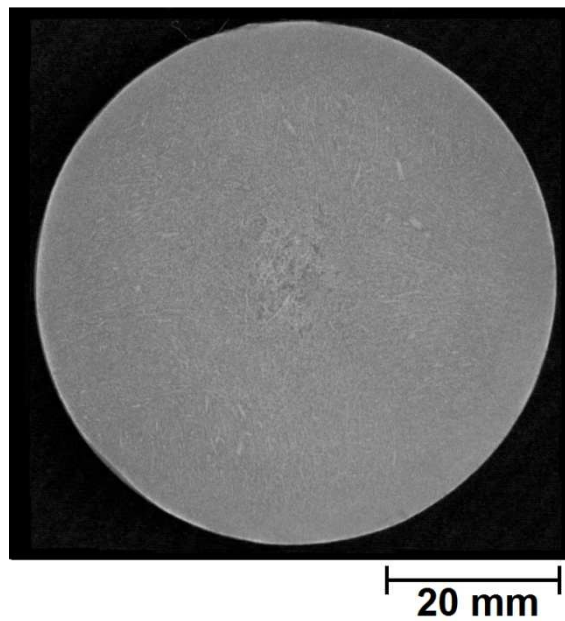


Figura 4.37 Amostra de aço SAE 1045 laminado atacada em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 40% em massa. Tempo de ataque 30 minutos.

As macrografias apresentadas nas figuras 4.34 a 4.37 revelam que para tempos maiores que 4 minutos o ataque por persulfato de amônio 40%, em massa em água, causa sobre ataque das amostras, conhecido como “queima”. Nestas condições apenas os constituintes mais grosseiros são revelados, podendo levar o analista à interpretação equivocada dos resultados.

4.2 Linhas de deformação em produtos forjados

A boa visualização das linhas de deformação em produtos forjados é de grande interesse na indústria. No setor automotivo, onde a demanda por peças de alta confiabilidade é grande, algumas empresas impõe a morfologia das linhas de deformação como requisito obrigatório aos seus fornecedores de componentes forjados.

A figura 4.38 mostra as amostras de bielas forjadas atacadas à 70° C em reagente contendo 50% em volume de ácido clorídrico em água.

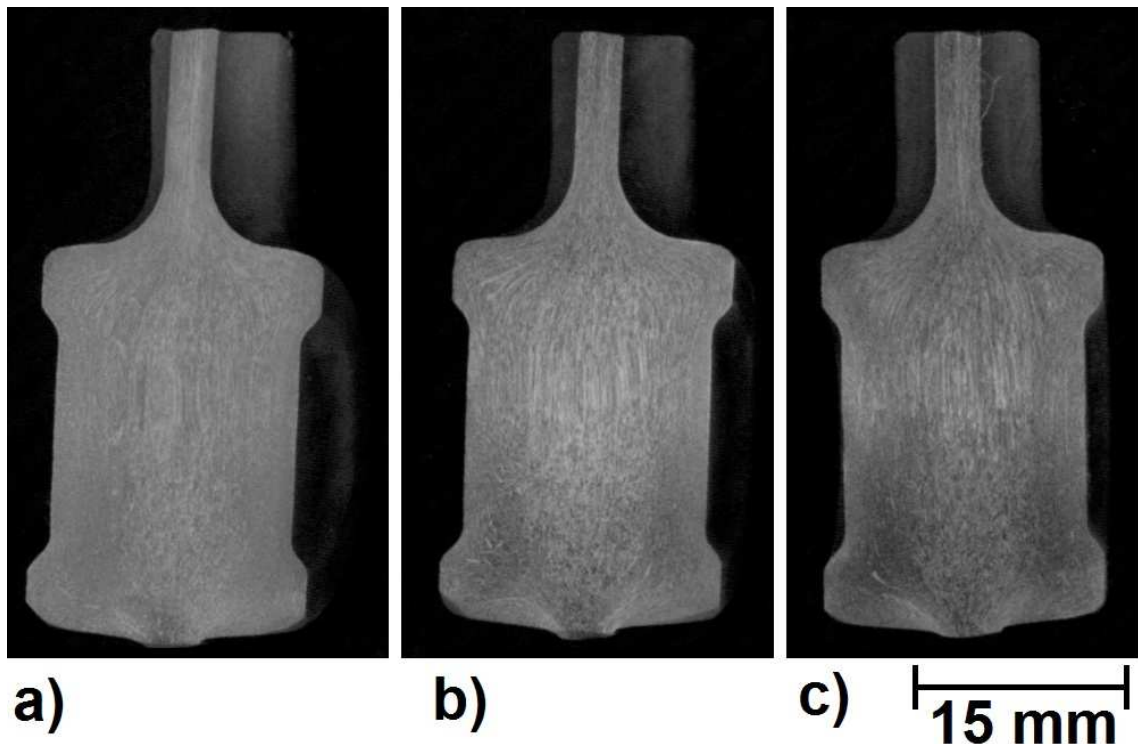


Figura 4.38 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução de ácido clorídrico em água 1:1 em volume à 70° C. Tempo de ataque: a) 15 minutos; b) 20 minutos; c) 30 minutos.

O ácido clorídrico atacou preferencialmente as regiões do material onde há segregações de elementos de liga e impurezas. Tais regiões acompanham a deformação do restante da peça, tornando possível a visualização das linhas de deformação.

Na amostra a, atacada por 15 minutos, o contraste obtido não foi suficiente para a análise das linhas de deformação; enquanto a amostra c, atacada por 30 minutos, apresenta aspecto típico de “queima” ou sobre ataque, o que pode levar à interpretação errada dos resultados durante a análise. O melhor resultado foi alcançado com a amostra b, atacada por

20 minutos. A imagem da amostra b foi considerada satisfatória e servirá como padrão de comparação para avaliação das macrografias obtidas a partir do reagente persulfato de amônio.

4.2.1 Ataque por fricção com algodão

Como visto na seção 4.1.1, o método consiste em esfregar constantemente a superfície de interesse da amostra com um chumaço de algodão embebido na solução reagente. A grande vantagem do procedimento é a possibilidade de acompanhar em tempo real o andamento do ataque químico, podendo o laboratorista encerrar a reação no momento em que julgar ótimo o contraste da superfície de interesse.

Influência da concentração de persulfato de amônio

Nesta etapa do estudo será avaliado o efeito da concentração do reagente sobre a qualidade do ataque químico ao revelar as linhas de deformação de produtos forjados.

Todos os ataques com persulfato de amônio foram realizados à temperatura ambiente ($20 \pm 5^\circ\text{C}$). O tempo de ataque empregado em cada concentração avaliada foi aquele em que se julgou ter o melhor detalhamento possível da macroestrutura.

Para o primeiro teste foi arbitrada a concentração de 20%, os resultados podem ser observados na figura 4.39 e são discutidos a seguir.

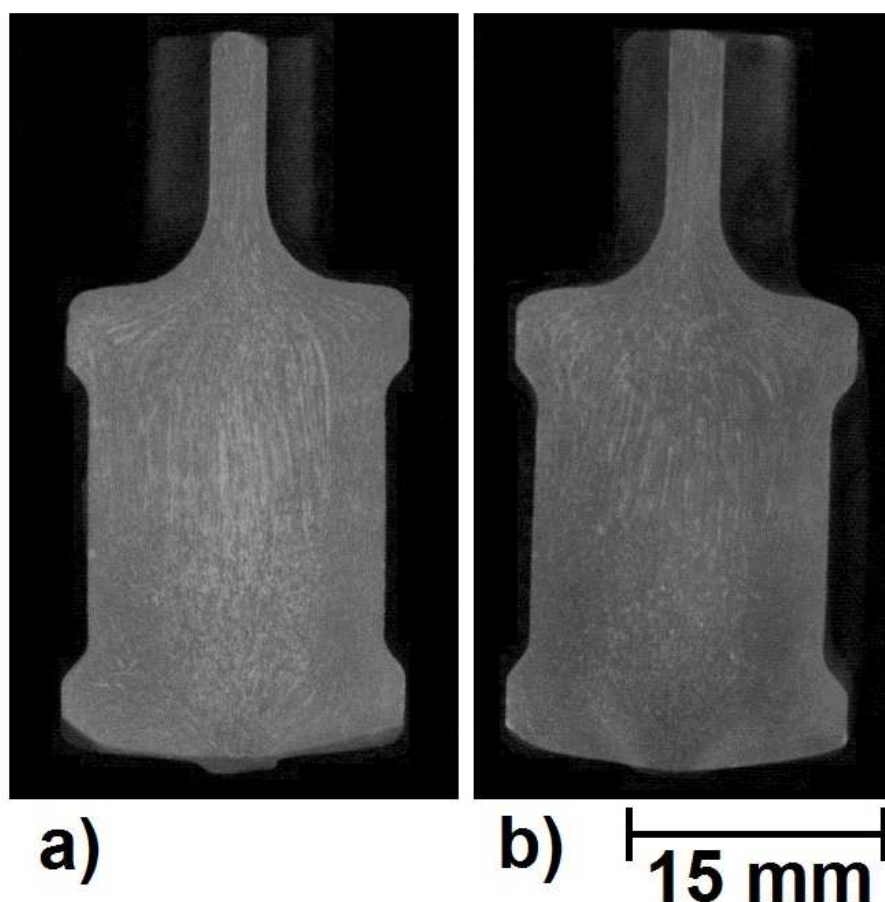


Figura 4.39 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 20% em massa. Tempo de ataque 2 minutos.

A macrografia obtida pela fricção de um chumaço de algodão embebido no reagente em concentração de 20% (figura 4.39) revelou apenas linhas de deformação de espessura relativamente grande, se comparadas às visualizadas na amostra padrão (figura 4.38b). O não aparecimento das linhas mais finas foi, provavelmente, causado pelo ataque excessivo da superfície da amostra (queima).

A fim de avaliar a hipótese de queima no ataque anterior os testes prosseguiram com reagentes mais diluídos. A figura 4.40 mostra os resultados obtidos usando-se solução aquosa contendo 15% em massa de persulfato de amônio.

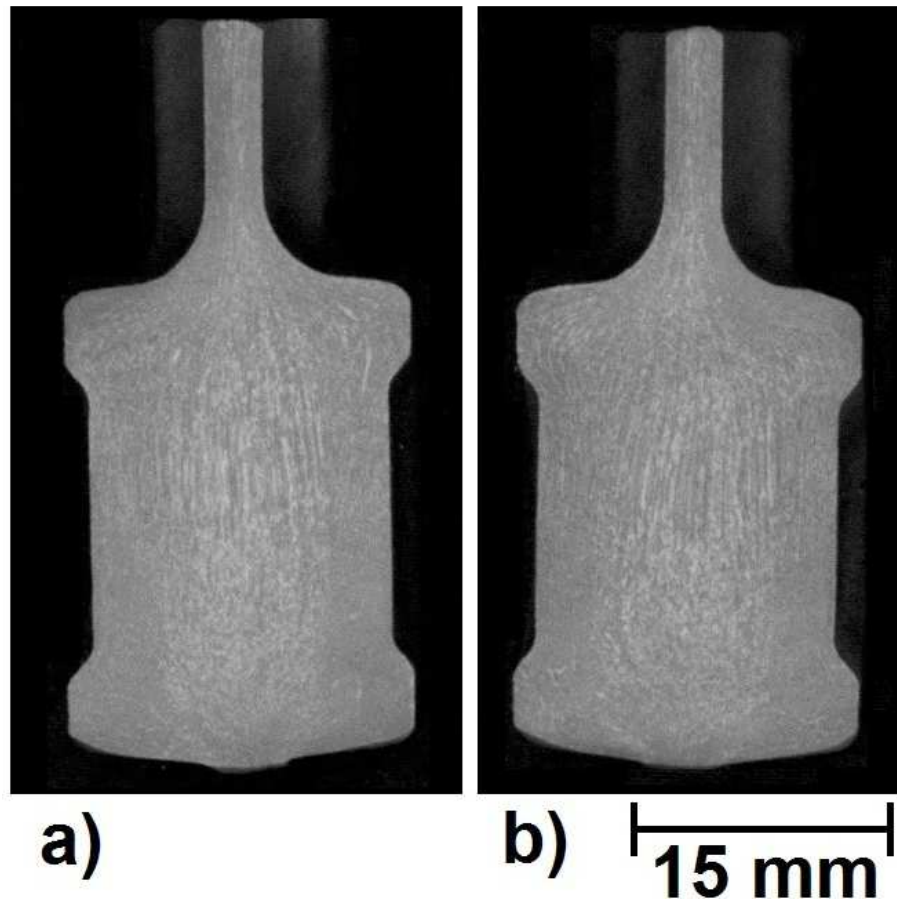


Figura 4.40 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 15% em massa. Tempo de ataque 4 minutos.

A macroestrutura revelada no ataque com concentração de 15%, visto na figura 4.40, apresentou melhor detalhamento comparado àquela obtida com concentração de 20% (figura 4.39), no entanto, o tempo de ataque dobrou, passando de 2 para 4 minutos.

Como a qualidade da imagem capturada não foi compatível com a macrografia adotada como padrão e o tempo, apesar de ter aumentado, ainda é pequeno comparado ao necessário para o uso do ácido clorídrico, o teste prosseguiu com a diminuição do teor do reagente para 10% em massa. Os resultados alcançados são exibidos na figura 4.41.

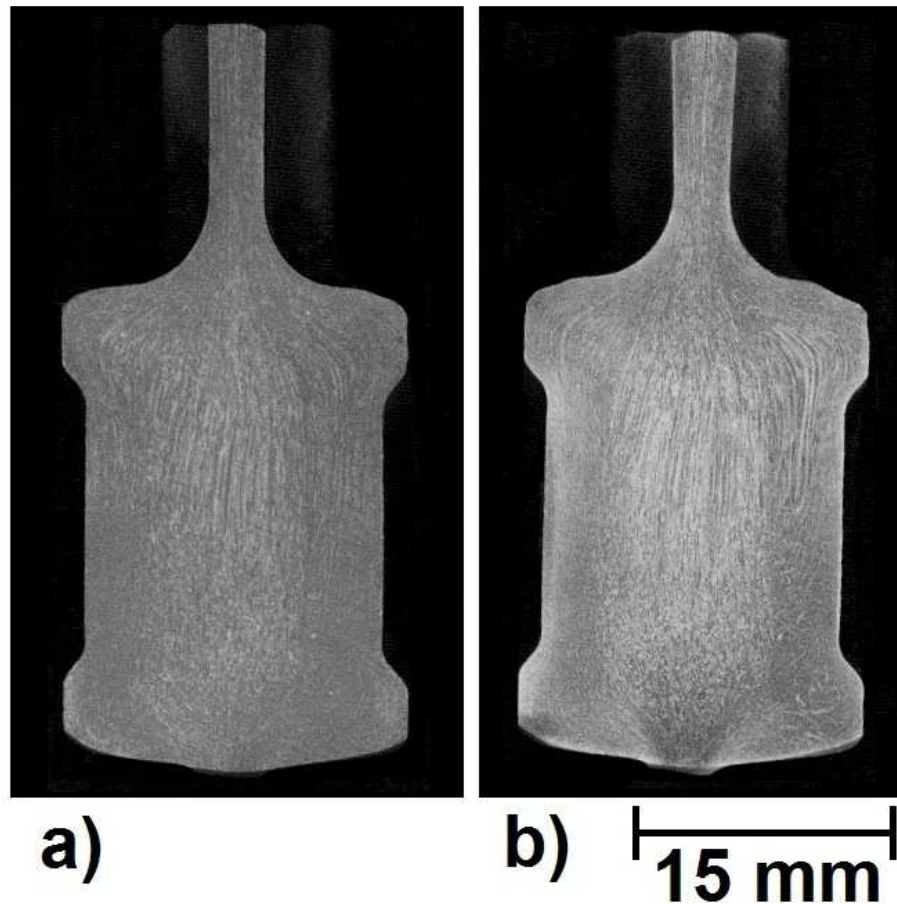


Figura 4.41 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10% em massa. Tempo de ataque 17 minutos.

As macrografias obtidas a partir do ataque por fricção de chumaço de algodão embebido em reagente contendo 10% de persulfato de amônio apresentaram definição melhor que a macrografia padrão realizada com ataque em HCl conforme recomendação da norma internacional ASTM E340-00. Como o resultado do ataque em concentração de 10% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ superou as expectativas quanto ao detalhamento da macroestrutura e o tempo foi elevado, considerando que a técnica empregada exige que o laboratorista permaneça esfregando a amostra, os testes desta seção foram encerrados.

4.2.2 Ataque por imersão

Conforme visto na seção 4.1.2, a técnica consiste na simples imersão, por determinado tempo, da amostra em recipiente contendo o reagente metalográfico. A principal vantagem é procedimento permitir ao laboratorista realizar outras atividades enquanto a amostra é

atacada, em contrapartida o andamento do ataque não pode ser acompanhado em tempo real, aumentando o risco de o ataque ser excessivo ou insuficiente.

Influência da concentração de persulfato de amônio

Nesta seção será avaliada a influência da concentração do reagente na qualidade e no tempo ótimo de ataque. Os testes foram executados à temperatura ambiente ($20 \pm 5^\circ\text{C}$) e começou-se a partir da solução contendo 20% em massa de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$.

Como ocorre formação de sólidos insolúveis sobre a superfície da amostra durante a reação química, não é possível acompanhar o andamento do ataque em tempo real. Sendo assim, foram estipulados tempos de ataque de 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20 e 30 minutos para que se pudesse analisar a implicação da mudança de concentração do reagente na cinética da reação.

A figura 4.42 mostra os resultados obtidos para o reagente na concentração de 20% de persulfato de amônio em água nos diversos tempos de ataque. Conforme visto na figura 4.42, os resultados obtidos com ataques em reagente persulfato de amônio na concentração de 20% não foram satisfatórios para nenhum dos períodos de tempo pré-estabelecidos. O não aparecimento das linhas mais finas, vistas na amostra adotada como padrão (figura 4.38b), foi considerado como indício de que o reagente utilizado possuía concentração acima do valor ideal para a análise desejada. A fim de testar esta hipótese, os testes prosseguiram com amostras atacadas em reagente contendo 15% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ pelos mesmos períodos de tempo. Os resultados podem ser avaliados na figura 4.43. Para tempos de ataque inferiores a 4 minutos os macro constituintes das amostras não apresentaram contraste satisfatório, indicando que o tempo de ataque foi insuficiente. Em tempos superiores a 5 minutos observa-se a progressiva diminuição da resolução de detalhes da macroestrutura com o aumento do período, sendo visíveis apenas as linhas mais grosseiras na amostra atacada por 30 minutos.

As melhores imagens capturadas foram as de amostras atacadas por 4 e 5 minutos, porém, mesmo nestas, a nitidez das linhas mais finas, não foi considerada boa, sugerindo que a concentração usada, de 15%, esteja causando sobre ataque. Os testes prosseguiram com a redução do conteúdo de persulfato no reagente para 10%.

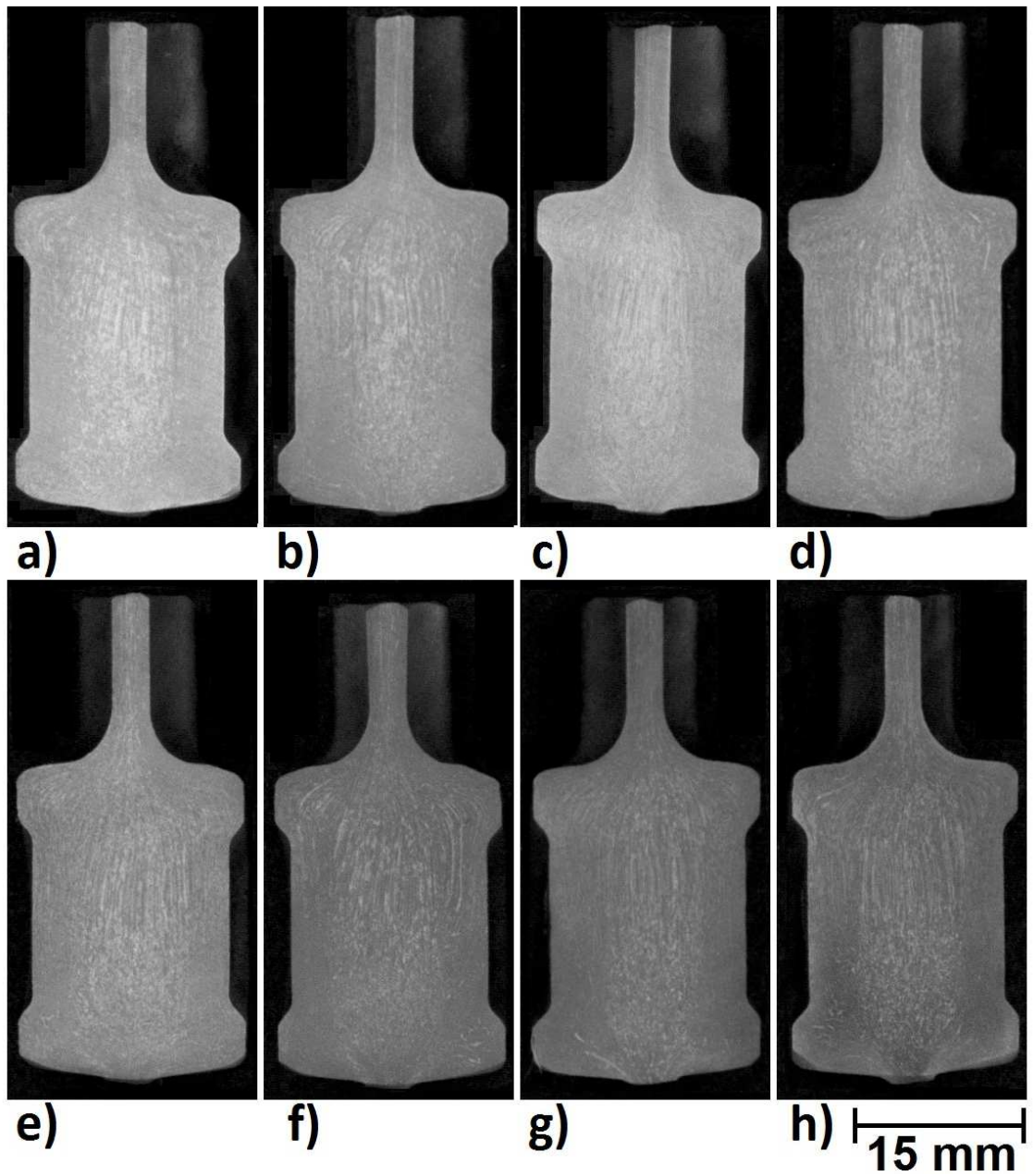


Figura 4.42 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de persulfato de amônio 20% em massa. Tempo de ataque: a) 1 minuto; b) 2 minutos; c) 3 minutos; d) 4 minutos; e) 5 minutos; f) 10 minutos; g) 20 minutos; h) 30 minutos.

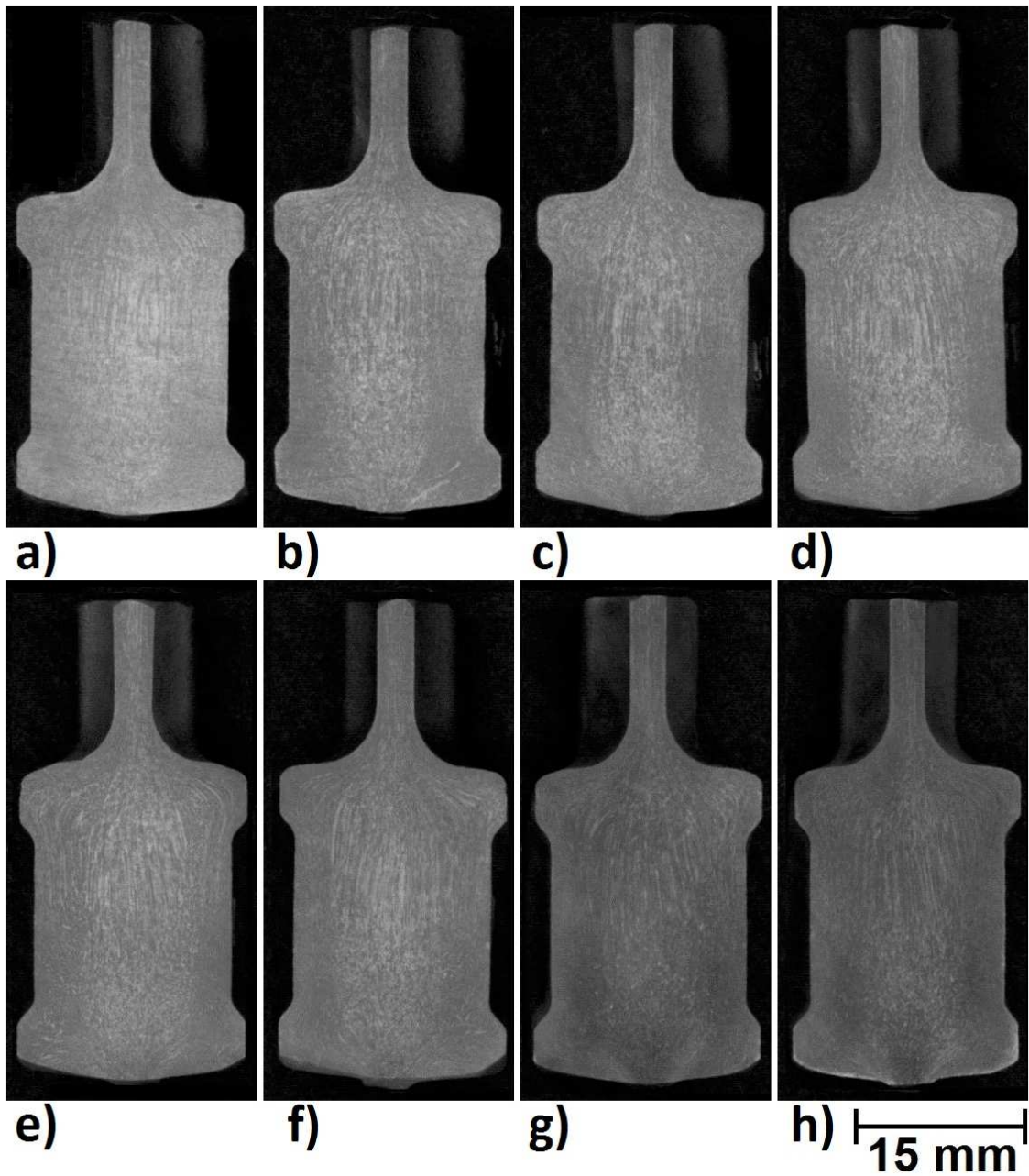


Figura 4.43 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de persulfato de amônio 15% em massa. Tempo de ataque: a) 1 minuto; b) 2 minutos; c) 3 minutos; d) 4 minutos; e) 5 minutos; f) 10 minutos; g) 20 minutos; h) 30 minutos.

A figura 4.44 exibe as amostras atacadas em solução aquosa de persulfato de amônio 10% em intervalos de tempo de 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20 e 30 minutos.

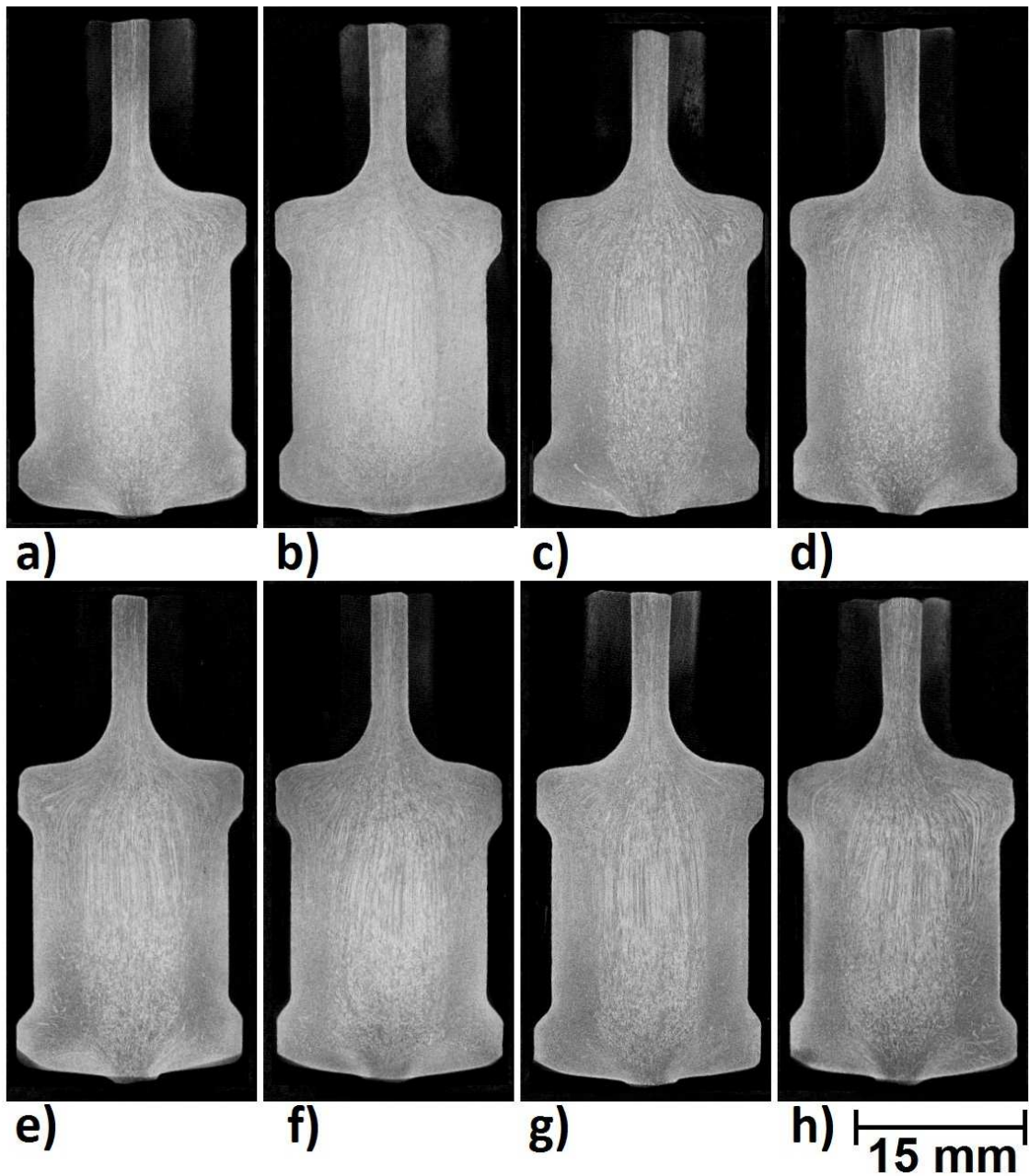


Figura 4.44 Amostras de bielas forjadas atacadas em solução aquosa de persulfato de amônio 10% em massa. Tempo de ataque: a) 1 minuto; b) 2 minutos; c) 3 minutos; d) 4 minutos; e) 5 minutos; f) 10 minutos; g) 20 minutos; h) 30 minutos.

As macrografias apresentadas na figura 4.44 mostram que, para tempos menores que 5 minutos, o reagente persulfato de amônio, na concentração de 10%, não foi capaz de desenvolver o contraste desejado entre os macroconstituintes das amostras. Nos ataques

realizados em tempos iguais ou maiores que 5 minutos a macroestrutura foi revelada satisfatoriamente, sendo melhor visualizada na amostra atacada por maior tempo (30 minutos).

O ataque realizado por 30 minutos no reagente 10% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ (figura 4.44h) foi considerado equivalente ao tomado como padrão, mostrado na figura 4.38, quanto ao contraste e detalhamento da macroestrutura da amostra. Sendo assim, os testes foram encerrados. As conclusões obtidas no estudo são apresentadas na seção 5.

5.0 CONCLUSÕES

Com base nos testes realizados, pode-se concluir que, é completamente viável a substituição do ácido clorídrico pelo persulfato de amônio em ataques macrográficos de aços baixa liga para revelação de características tais como: macrosegregações, estrutura dendrítica remanescente e linhas de deformação. Diversas foram as vantagens observadas na substituição proposta, principalmente, do ponto de vista de saúde, segurança e meio ambiente, além da menor complexidade do aparato necessário ao ataque, tendo em vista que não é necessário aquecimento do reagente nem sistemas robustos de exaustão de gases.

Quando avaliados quanto à qualidade do ataque macrográfico o persulfato de amônio se mostrou equivalente ao ácido clorídrico aquecido, para revelação de macroestruturas como: macrosegregações, estrutura dendrítica remanescente e linhas de deformação.

Na preparação de amostras para análise da estrutura dendrítica remanescente os melhores resultados com o persulfato de amônio foram obtidos com a concentração de 20%. A cinética do ataque nesta condição é rápida comparada com o ataque em HCl, recomendado pela norma internacional ASTM E340-00, alcançando resultados satisfatórios em 5 minutos ao invés do tempo entre 15 e 30 minutos demandado pelo ácido clorídrico. Apesar da reação rápida, não foi observado aspecto de sobre ataque nas amostras que excederam o tempo necessário. Isto se deve à formação de produtos de reação sobre a superfície da amostra ao longo do ataque, que diminuem a cinética da mesma, e pela característica de interesse se tratar de uma estrutura relativamente grosseira.

Para concentração de 40% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ foi notada a ocorrência de sobre ataque e o tempo de ataque tornou-se curto, sendo difícil de ser controlado adequadamente.

Em concentração de 10%, de persulfato de amônio, o detalhamento observado nas amostras teve pequena melhora, mas o tempo requerido para a obtenção do contraste apropriado sofreu grande aumento, indo de 5, em concentração de 20%, para 30 minutos.

Concluiu-se que para ataque visando revelar macroconstituintes relativamente grosseiros como resquícios da estrutura dendrítica em barras laminadas deve-se empregar $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ na concentração de 20% em água. O ataque pode ser realizado por imersão da amostra na solução, por tempos de 5 a 10 minutos, ou por fricção da superfície de interesse em algodão embebido no reagente até o contraste ser satisfatório. Recomenda-se, no entanto, para amostras de procedência desconhecida, o ataque em solução contendo 10% $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ por fricção com algodão, garantindo assim que, caso haja estruturas refinadas, estas também serão reveladas.

Em ataques que objetivem revelar macroestruturas finas, como linhas de deformação em peças extensivamente conformadas, a concentração de persulfato de amônio deve ser de 10% e a técnica usada deve, preferencialmente, ser a fricção da superfície da amostra com chumaço de algodão embebido na solução. Desta maneira o ataque ocorrerá em tempo razoável, possibilitando ao laboratorista considerável controle sobre o andamento da reação. Para amostras de rotina é viável o ataque por imersão, liberando o laboratorista para outras atividades durante o procedimento. Para tanto, o tempo ótimo de ataque deve ser cuidadosamente avaliado para a peça em questão tendo em vista o contraste e o nível de detalhamento desejados.

Maiores tempos de ataque geram maior contraste, mas podem causar perda no detalhamento da macroestrutura devido ao sobre ataque, felizmente, na concentração de 10%, o $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ dificilmente provoca ataque excessivo em tempos menores que 30 minutos, suficientes para obtenção de contraste satisfatório.

Sendo assim, os resultados provaram ser completamente viável a substituição do ácido clorídrico pelo persulfato de amônio sem perdas na qualidade das amostras e com ganhos representativos do ponto de vista de saúde, segurança e meio ambiente. Verificou-se também o aumento do detalhamento das características reveladas pelo ataque com a redução da concentração do reagente, bem como, o aumento na velocidade de ataque com o aumento da concentração; evidenciando a versatilidade da solução proposta.

6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar da viabilidade do reaproveitamento dos subprodutos gerados no ataque químico de aços em persulfato de amônio.

Avaliar a qualidade do ataque em persulfato de amônio em aços alta liga e ferros fundidos.

Testar a aplicabilidade do reagente persulfato de amônio em ataques para análise microestrutural em aços.

7.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E340-00**: Standard Test Method for Macroetching Metals and Alloys. Pennsylvania, 2000.

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E381-01**: Standard Method of Macroetch Testing Steel Bars, Billets, Blooms, and Forgings. Pennsylvania, 2001.

BRAMFITT, B. L.; BENSCOTER, A.O. **Metallographer's Guide**: Practices and Procedures for Irons and Steels. ASM International, 2002.

Chemicals Branch. United Nations Environment Programme. <<http://www.chem.unep.ch/irptc/sids/OECDSEDS/Persulfates.pdf>> Acesso em 30 Mai. 2013

Chemicals Branch. United Nations Environment Programme. <<http://www.chem.unep.ch/irptc/sids/OECDSEDS/7647010.pdf>> Acesso em 30 Mai. 2013

RAWDON, H. S. **Use of Ammonium Persulphate for Revealing the Macrostructure of Iron and Steel.** Scientific Papers of the Bureau of Standards No. 402, p. 715-722, 1920.

SAMUELS, L. E. et al. **Metallography and Microstructures.** ASM HANDBOOK. Vol. 9. ASM International, 2004.

VANDER VOORT, G. F. **Metallography: Principles and Practice.** ASM International, 1999.