

# DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA PARA AVALIAÇÃO DE AÇOS ESFEROIDIZADOS. PARTE I: DETERMINAÇÃO DO GRAU DE DESCARBONETAÇÃO

Pedro Carlos Hernandez Júnior<sup>1</sup>  
 José Eduardo Ferreira da Fonseca<sup>2</sup>  
 Luís Frederico Pinheiro Dick<sup>3</sup>

## Resumo

Desenvolveu-se neste trabalho metodologia simples para avaliar quantitativamente a microestrutura de aços esferoidizados. Nesta primeira parte, analisou-se a decarbonetação destes aços e, sequencialmente, é analisada a determinação do seu grau de esferoidização, tendo em vista que as normas existentes para avaliar o grau de decarbonetação se limitam à comparação com padrões micrográficos perlíticos e, para determinar o grau de esferoidização médio, ao uso de padrões qualitativos. Foi estudado o aço AISI 1095 na forma de fio-máquina laminado e esferoidizado. Com o uso de métodos estereológicos e microscopia eletrônica de varredura é possível quantificar, pela fração volumétrica de carbonetos, perfis de decarbonetação de esferoidizados, ponto a ponto, com resolução espacial melhor que 5  $\mu\text{m}$  na profundidade.

**Palavras-chave:** Decarbonetação; Análise de imagem; Esferoidização; Aço SAE 1095.

## DEVELOPMENT OF METHODOLOGY FOR EVALUATION OF SPHEROIDIZED STEELS. PART I: DETERMINATION OF THE DECARBURIZATION DEGREE

### Abstract

In this work, simple methodology was developed for the quantitative evaluation of the microstructure of spheroidized steels. In this first part, the decarburization of these steels was analyzed and, sequentially, the determination of the spheroidization degree will be analyzed, as the available industrial norms are restricted to the comparison with perlitic micrographic standards, in the case of the decarburization degree and with qualitative standards, in the case of the spheroidization degree. The AISI 1095 steel was studied in the hot-rolled and spheroidized-annealed condition. Using stereologic methods and scanning electron microscopy it is possible to quantify, from the volumetric fraction of carbides, decarburization profiles of spheroidized products with a spatial depth resolution of circa 5  $\mu\text{m}$ .

**Key words:** Decarburization; Image analysis; Spheroidization; SAE 1095 steel.

## I INTRODUÇÃO

Para melhorar a conformabilidade de alguns tipos de aços são realizados tratamentos térmicos específicos para a obtenção de estruturas com estas características. O tratamento térmico de esferoidização é largamente utilizado em aços alto carbono com a finalidade de produzir uma estrutura de carbonetos globulares em uma matriz ferrítica. Esta estrutura proporciona a diminuição da dureza, o aumento da ductilidade e da usinabilidade. Os principais ciclos de tratamento térmico utilizados para a obtenção desta estrutura são:<sup>(1)</sup>

- manutenção prolongada em temperaturas logo abaixo da temperatura eutetóide (linha  $A_1$  do diagrama Fe-C);
- aquecimento e resfriamento alternado entre temperaturas acima e abaixo de  $A_1$ ;
- aquecimento a temperaturas acima de  $A_1$  seguido de resfriamento lento no forno; ou
- manutenção da temperatura logo abaixo de  $A_1$  e posterior resfriamento lento.

<sup>1</sup>Prof. MSc. do IFET Sul-Riograndense e Doutorando do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Av. Copacabana, 100, CEP 93216-120, Sapucaia do Sul, RS, Brasil. E-mail: pedro.hernandez@ufrgs.br

<sup>2</sup>Graduando Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Av. Bento Gonçalves, 9500, Bloco 4, Prédio 75, 2º Andar, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil. E-mail: gt\_jeff@hotmail.com

<sup>3</sup>Prof. Dr., Departamento de Metalurgia e Centro de Microscopia Eletrônica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Av. Bento Gonçalves, 9500, Bloco 4, Prédio 75, 2º Andar, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil. E-mail: lfdick@ufrgs.br

A formação destes glóbulos e seu posterior coalescimento se dá a partir da estrutura lamelar perlítica, a qual tem alta energia interfacial entre o ferro alfa e a cementita ou outros carbonetos complexos, presentes na estrutura eutetóide. Portanto, a força motriz do processo, tanto na formação dos glóbulos como no seu crescimento é a diminuição da energia interfacial superficial pela diminuição da área interfacial total.<sup>(2)</sup> Sendo a solubilidade do C maior na austenita, para aços carbono, quanto maior for a fração transformada em austenita acima de  $A_1$ , maior será a taxa de esferoidização e coalescimento.<sup>(2)</sup>

Carbonetos de ferro dispersos na matriz de aços carbono coalescem mais rapidamente, pois o processo depende apenas da alta difusividade do carbono intersticial. No entanto, aços contendo elementos de liga formadores de carbonetos complexos, tais como o Cr, W, Nb, Mo, Ti, tem, comparativamente um coalescimento lento de carbonetos, uma vez que o processo será controlado pela difusão substitucional do elemento de liga formador de carboneto.<sup>(2)</sup> Aços com adição destes elementos, portanto, necessitam de maior tempo de esferoidização.

Durante a austenitização, dependendo do grau de proteção da atmosfera do forno, pode ocorrer a oxidação do carbono intersticial com a conseqüente formação de óxidos sobre a superfície do aço e também a oxidação do carbono intersticial de CO e CO<sub>2</sub>.<sup>(3)</sup> O carbono difundirá intersticialmente para a superfície, movido pelo gradiente de sua concentração que se estabelece na chamada camada descarbonetada.<sup>(4)</sup> Os mesmos parâmetros que determinam a velocidade de esferoidização também regem a velocidade de descarbonetação, isto é, quanto maior a fração de austenita e menor a presença de elementos formadores de carboneto que não o Fe, mais veloz será o transporte de C para a superfície do aço e a sua descarbonetação.

Também é possível prever que estruturas perlíticas finas, produzidas por resfriamento mais rápido ou por conformação mecânica, necessitarão menor tempo de esferoidização e sofrerão menor descarbonetação do que estruturas grosseiras.

A presença de regiões descarbonetadas no aço é prejudicial para a performance do mesmo em serviço. Por isto, torna-se importante a identificação e quantificação desta camada. As normas que descrevem a descarbonetação de forma genérica de aços são as normas americanas SAE J419 DEC83<sup>(5)</sup> e ASTM E 1077-91.<sup>(6)</sup> As duas normas apresentam como formas de medir a descarbonetação a análise química de C de cavacos de usinagem retirados com desgaste crescente a partir da superfície e a medida de microdureza em seção polida, após austenitização e têmpera do aço, além do método micrográfico a partir de microscopia ótica. Destes métodos, o mais simples é o micrográfico, que exige apenas a preparação de seção polida e ataque. A análise química está limitada à precisão do desbaste da superfície, exige passos demorados e equipamentos precisos para determinação de C por queima, enquanto que o da microdureza, mesmo sendo preciso, exige um tratamento térmico adicional, o qual no caso de produtos esferoidizados seria dependente da completa austenitização de carbonetos e apenas aplicável a produtos que já estão temperados, pois o próprio tratamento térmico altera a distribuição de C.

O método micrográfico com a utilização de padrões é o mais simples. Esta microscopia comparativa descrita em normas é invariavelmente aplicável unicamente a amostras perlíticas, não sendo os padrões aplicáveis a estruturas esferoidizadas. Por outro lado, os padrões micrográficos de perfis de descarbonetação são apenas qualitativos ou semiquantitativos. A norma SAE J419 DEC83<sup>(5)</sup> de uso frequente na indústria siderúrgica, classifica a descarbonetação em três tipos básicos por comparação com padrões:

- Tipo 1: Ocorre uma região superficial com espessura mensurável com ferrita livre de carbonetos e, sob esta camada de ferrita pura, cresce a fração de perlita com o afastamento da superfície;
- Tipo 2: Ocorre na superfície uma perda superior a 50% do valor médio do teor de C do aço, porém sem a descarbonetação completa desta região; e
- Tipo 3: Ocorre na superfície uma perda inferior a 50% do valor médio do teor de C do aço.

É frequente ainda na indústria especificar se a ocorrência de descarbonetação do Tipo 1 se dá em regiões descontínuas da superfície ou formando uma região contínua em todo o perímetro da seção da peça ou produto, sendo esta última situação a mais grave.

Há portanto, falta de normatização e de procedimentos descritos na literatura para a quantificação da descarbonetação de produtos esferoidizados. Este trabalho objetivou desenvolver um método analítico quantitativo preciso e simples para determinar os exatos perfis de descarbonetação e camada descarbonetada aplicável a qualquer formato de carboneto, tanto perlítico como em diferentes estágios de esferoidização, com a utilização de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ótica (MO) e *software* analisador de imagens.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a caracterização da forma dos carbonetos e também, da descarbonetação normalmente é utilizada a microscopia ótica. Um efetivo contraste dos carbonetos para posterior análise de imagens foi obtido com a utilização de reagente picral 4% por cerca de 1,5 min para microscopia ótica, e respectivamente, curto ataque de 10 s com reagente nital 2% para as análises por MEV.

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizadas amostras de fio-máquina de aço SAE 1095 com diâmetros de 6,35 e 23 mm e com a composição química expressa na Tabela 1 em percentual mássico.

**Tabela 1.** Composição Química das Amostras de Aço SAE 1095.

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%Cu
0,98	0,21	0,39	0,02	0,01	0,06	0,06	0,02	0,09

As amostras de fio-máquina com comprimento inicial de cerca de 15 cm foram preparadas para a análise metalográfica pelo seguinte procedimento: limpeza com água destilada e álcool, seguida de deposição galvânica de cerca de 30  $\mu\text{m}$  de Ni com banho de Watts para preservação da superfície da amostra. Foram cortadas 3 seções circulares de cerca de 5 mm de comprimento com disco diamantado e embutidas a vácuo em resina epóxi de cura a quente (1 h, 70°C). As amostras foram lixadas até 2.000 # e polidas com pasta diamantada de 3  $\mu\text{m}$  e de 1  $\mu\text{m}$ , para posterior ataque químico com nital 2% ou picral 4%. O microscópio ótico utilizado foi o *Olympus BX51* e o microscópio eletrônico de varredura, *JEOL 6060* em modo de elétrons secundários.

Foram feitas imagens com magnificação de 2.000 $\times$ . Esta magnificação foi escolhida por ser representativa da área amostrada e por possibilitar boa definição dos contornos de carbonetos. Para a realização das análises de imagem quantitativas foi utilizado o software *ImageJ* versão 1.38x. A imagem de cada amostra esferoidizada foi tratada de forma a evidenciar os carbonetos presentes e eliminar artefatos que adicionariam erro às medidas, tais como: porosidades e/ou irregularidades na superfície e contornos de grão. A seguir, foi feita a medição da fração de área ocupada por carbonetos, tanto em áreas retangulares (fatias) de 5  $\mu\text{m}$  de espessura, definidas desde a superfície até 35  $\mu\text{m}$  em direção ao eixo central da barra (núcleo), assim como na própria região do núcleo. A região irregular, i.e., não plana da superfície foi desconsiderada para esta análise, eliminando-se a “fatia” superficial entre 1  $\mu\text{m}$  e 3  $\mu\text{m}$  da borda.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para o cálculo do gradiente de descarbonetação foram definidos alguns termos. A fração volumétrica de carbonetos,  $f$ , é definida pela área total de carbonetos dividida pela área da foto ( $f = A_{\text{Fe}_3\text{C}}/A_{\text{total}}$ ). Sendo  $d$  a profundidade da camada descarbonetada, o volume de  $\text{Fe}_3\text{C}$  por unidade de área superficial contido no aço até esta profundidade é dado pela Equação (1):

$$V_{\text{Fe}_3\text{C}} = \int_0^d f \cdot dx \quad (1)$$

O volume total de  $\text{Fe}_3\text{C}$  perdido no processo de descarbonetação por unidade de área superficial é dado pela diferença entre o volume de carbonetos na camada descarbonetada (profundidade =  $d$ ) antes da descarbonetação, tomando-se como referência a fração de  $\text{Fe}_3\text{C}$  no núcleo ( $f_{\text{núcleo}}$ ) e o volume de  $\text{Fe}_3\text{C}$  nesta camada por unidade de área após a descarbonetação, dado pela Equação (2):

$$V_{\text{desc}} = f_{\text{núcleo}} \cdot d - \int_0^d f \cdot dx \quad (2)$$

A norma SAE J419 DEC83<sup>(3)</sup> define o parâmetro  $f/f_{\text{núcleo}}$  (*actual carbon/base carbon %*) que representa a fração volumétrica de  $\text{Fe}_3\text{C}$  normalizada em relação ao valor encontrado em região seguramente sem descarbonetação, o núcleo. No método aqui apresentado, podemos definir o grau de descarbonetação em cada profundidade  $G_d$ , obtido por semelhante normalização por  $f_{\text{núcleo}}$  como:

$$G_d = 1 - \frac{f}{f_{\text{núcleo}}} \quad (3)$$

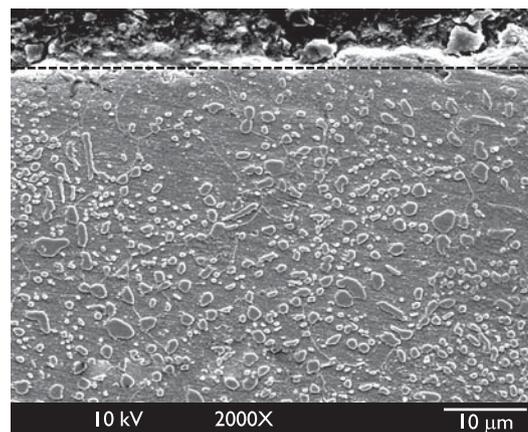
A profundidade da camada descarbonetada,  $d$ , é determinada graficamente pela extrapolação de  $G_d$  ao valor  $G_d = 0$ . A integração de perfis de  $G_d$  na profundidade da camada descarbonetada multiplicada por  $f_{\text{núcleo}}$  fornece o mesmo valor determinado pela Equação (2), portanto o volume total de carboneto perdido:

$$V_{\text{desc}} = f_{\text{núcleo}} \cdot \int_0^d G_d \cdot dx = f_{\text{núcleo}} \cdot d - \int_0^d f \cdot dx \quad (4)$$

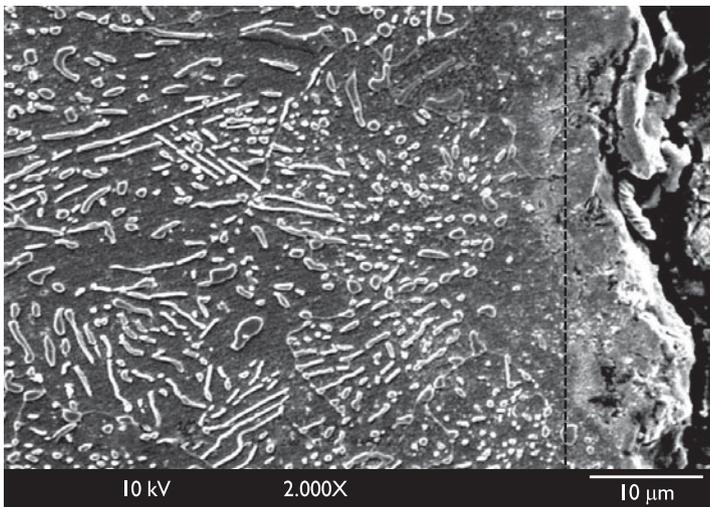
Os resultados apresentados a seguir mostram algumas das imagens que foram tratadas para a medição de fração volumétrica ocupada pelos carbonetos com a finalidade de estabelecer um perfil de descarbonetação com a utilização de software de análises de imagens.

Foi medida inicialmente a fração de área ocupada por carbonetos no núcleo de uma barra com diâmetro de 6,35 mm esferoidizada, obtendo-se o valor  $f_{\text{núcleo}} = 0,239$ .

A micrografia da Figura 1 mostra a região superficial do fio-máquina de diâmetro de 6,35 mm, onde também se pode ver pela linha tracejada onde foi feito o corte da superfície, definindo o início da primeira “fatia”, enquanto que a Figura 2 mostra região semelhante para o fio-máquina com 23 mm de diâmetro.

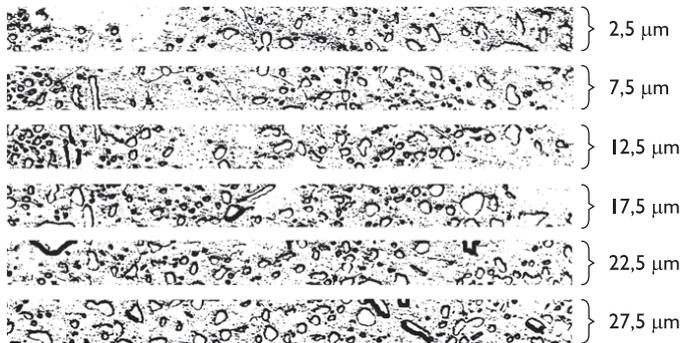


**Figura 1.** Região superficial do fio-máquina de  $\varnothing = 6,35$  mm. Vista MEV com elétrons secundários.



**Figura 2.** Região superficial do fio-máquina de  $\varnothing = 23$  mm. Vista MEV com elétrons secundários.

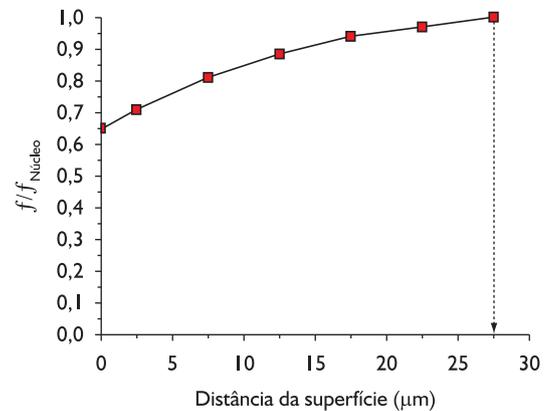
Na Figura 3 é apresentada a sequência de imagens de “fatias” a partir da superfície das micrografias de MEV da Figura 1, para estabelecer o perfil de fração de carbonetos. Foram feitas tiras binarizadas com  $5 \mu\text{m}$  de espessura, as quais permitiram a contagem de partículas com área  $A > 0,1 \mu\text{m}^2$ .



**Figura 3.** Tratamento de imagens de “fatias” do fio-máquina de  $\varnothing = 6,35$  mm a partir da superfície da micrografias da Figura 1.

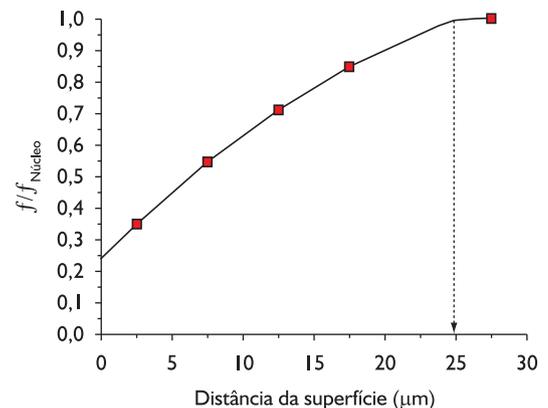
Várias espessuras de fatia foram testadas. Para fatias de espessura menor do que  $5 \mu\text{m}$ , a variação de  $f/f_{\text{núcleo}}$  deixa de ser contínua, podendo-se tomar esta espessura como a resolução em profundidade do método. A fração volumétrica obtida neste exemplo é apresentada na Figura 4, determinando-se uma profundidade de camada descarbonetada de  $27,5 \mu\text{m}$  e uma perda de 35% dos carbonetos na superfície. Portanto, utilizando-se o critério da norma SAE J419 DEC83<sup>(5)</sup> trata-se de descarbonetação do “Tipo 3”.

Para este exemplo, o valor calculado de volume específico de  $\text{Fe}_3\text{C}$  perdido,  $V_{\text{desc}}$  obtido pela Equação (4) é de  $1,4 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{cm}^2$ . A massa perdida de  $\text{Fe}_3\text{C}$  por área de amostra foi de  $1,07 \times 10^{-3} \text{ g/cm}^2$ , obtida pela multiplicação de  $V_{\text{desc}}$  pela densidade da cementita ( $7,6 \text{ g/cm}^3$ ). Multiplicando-se a massa perdida de  $\text{Fe}_3\text{C}$ /área de amostra pela área total da carga tratada termicamente, obteremos a massa de carboneto oxidada. Dividindo-se esta massa de  $\text{Fe}_3\text{C}$  pelo seu peso molar e pelo tempo de tratamento térmico, considerando que um mol de CO é produzido por mol de  $\text{Fe}_3\text{C}$  oxidado, pode-se calcular a taxa de produção de CO e, em princípio, a partir da taxa de purga e de renovação da atmosfera do forno, pode-se estimar a concentração de CO na exaustão da purga.



**Figura 4.** Perfil da fração volumétrica normalizada de carbonetos para o aço esferoidizado SAE 1095 com  $\varnothing = 6,35$  mm.

Na Figura 5 é apresentado o perfil de concentração para fio-máquina de 23 mm diâmetro, determinado a partir da micrografia da Figura 2. Verifica-se, para este diâmetro maior uma profundidade de descarbonetação de  $25 \mu\text{m}$ , semelhante à da bitola de 6,35 mm, porém ocorreu a perda de 75% do total de carbonetos na superfície, caracterizando neste caso uma descarbonetação mais intensa, do “Tipo 2”.<sup>(5)</sup> Não é objeto deste trabalho estudar a influência da espessura de barras na descarbonetação, mas apenas desenvolver metodologia de caracterização de esferoidizados. No entanto, é possível avaliar que um perfil mais espesso, por sua inércia térmica tem estrutura mais grosseira e necessita mais tempo para esferoidizar e, portanto, deverá em média estar mais susceptível à descarbonetação.



**Figura 5.** Perfil da fração volumétrica normalizada de carbonetos para o aço esferoidizado SAE 1095 com  $\varnothing = 23$  mm.

Assim, é possível calcular diferentes parâmetros a partir dos perfis obtidos com a análise de dados, com uma resolução superior à da microscopia ótica com comparação com padrões

micrográficos. Trata-se de uma poderosa ferramenta para quantificar a perda de carbono/carbonetos associada aos processos de tratamento térmico, independentemente da forma dos carbonetos ou do grau de esferoidização da estrutura. Por outro lado, a classificação da norma SAE J419 DEC83,<sup>(5)</sup> quanto aos tipos de descarbonetação pode ser mantida.

#### 4 CONCLUSÕES

O método desenvolvido mostra que é possível a quantificação da descarbonetação com resolução espacial na profundidade de pelo menos 5  $\mu\text{m}$ , minimizando as variações associadas aos métodos convencionais por microscopia ótica. Isto é importante por suprimir a análise por comparação visual de padrões e utilizar um método objetivo de análise quantitativa.

#### REFERÊNCIAS

- 1 BRAMFITT, B. L.; HINGWE, A. K. Annealing of steel. In: AMERICAN SOCIETY OF METALS. *Metals Handbook*. 9. ed. Metals Park, Ohio: ASM, 1991. v. 4: Heat treatment, p. 42-55.
- 2 PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. *Phase transformations in metals and alloys*. 2.ed. Boca Raton: CRC Press, 2004.
- 3 CHIAVERINI, V. *Aços e ferros fundidos*. São Paulo: ABM, 1988.
- 4 SAMUELS, L. *Optical microscopy of carbon steels*. Metals Park, Ohio: ASM, 1980.
- 5 SOCIETY OF AUTOMOTIVE ENGINEERS. *Norma SAE J1419 DEC83 – Methods of measuring decarburization*. Warrendale, 1997.
- 6 ASTM International. *Norma ASTM E 1077-91 - Standard test methods for estimating the depth of decarburization of steel specimens*. West Conshohocken, PA, 1998.

Recebido em: 14/08/2009

Aceito em: 20/03/2010

O método permite calcular a perda de massa de carbonetos total em uma carga de tratamento térmico, possibilitando a comparação com dados de concentração de CO medidos no forno.

A metodologia desenvolvida de caracterização da descarbonetação de aços é compatível com a classificação da norma SAE J419 DEC83.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFRGS pelo uso de equipamentos.