UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Dissertação de Mestrado

"INFLUÊNCIA DO CROMO NO ENVELHECIMENTO APÓS DEFORMAÇÃO EM FIOS DE AÇO PERLÍTICO TREFILADOS"

Autor: Wagner Custódio de Oliveira Orientadora: Prof. Berenice Mendonça Gonzalez Fevereiro/2003

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Wagner Custódio de Oliveira

"INFLUÊNCIA DO CROMO NO ENVELHECIMENTO APÓS DEFORMAÇÃO EM FIOS DE AÇO PERLÍTICO TREFILADOS"

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Metalurgia Física Orientadora: Prof. Berenice Mendonça Gonzalez

> Belo Horizonte Escola de Engenharia da UFMG 2003

Aos meus pais, Sr. Vicente e D. Marieta.

AGRADECIMENTOS

O autor agradece a todas as pessoas que, direta ou indiretamente, colaboraram na realização deste trabalho e, em particular:

À professora Berenice Mendonça Gonzalez, minha orientadora, pela dedicação, seriedade e responsabilidade na condução deste trabalho.

Aos professores do CPGEM, Vicente T. L. Buono, Dagoberto S. Brandão e Paulo J. Modenesi pelas suas valiosas sugestões técnicas.

Aos professores José Felipe Dias, da U. Itaúna, e Paulo César M. Rodrigues, da UFSJ, pelas recomendações no procedimento experimental.

Aos amigos, Renato Reis Machado e José M. C. Vilela, pelas imagens de MFA e medições dos espaçamentos interlamelares, realizadas no CETEC – Centro Tecnológico de Minas Gerais.

Às funcionárias Patrícia M. T. Azevedo e Sandra C. E. M. Teixeira pela realização da microscopia eletrônica de varredura nas amostras.

Às funcionárias Núbia S. Pinheiro e Viviane M. Souza do Laboratório de Metalografia e Tratamento Térmico.

Ao amigo, Leandro L. A. Marchi, pela grande contribuição em toda a parte experimental deste trabalho.

Aos amigos, Marta R. Santos, Luís C. Santos, Cynthia S. B. Castro, Giovane Azevedo, Odair J. Santos, Emerson Nunes Coelho, Leonardo D. Lacerda, Sanderson F. Borba, Denilson J. Carmo, Maria Celeste M. S. Costa, Ricardo C. Botelho, Moacir S. Júnior e André Ricardo S. Sá.

Aos Senhores Newton Urias Pinto, Evair C. José e Sebastião P. Santos, pelo suporte na oficina mecânica e na trefilação dos materiais.

À Cia Siderúrgica Belgo Mineira, Trefilaria, na pessoa do Sr. Issao Fujii, pela realização de análises químicas e pelo fornecimento de materiais e insumos que foram utilizados neste trabalho.

A CAPES pelo suporte financeiro.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 18	8
2. OBJETIVOS	0
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 21	1
3.1 Envelhecimento por Deformação em Aços	1
3.2 Envelhecimento após Deformação em Aços Perlíticos	2
3.2.1 Aspectos Fenomenológicos e Cinéticos	3
3.2.2 Influência do Espaçamento Interlamelar da Perlita 2	5
3.2.3 Influência do Teor de Nitrogênio em Solução Sólida 2	7
3.2.4 Influência do Modo de Deformação	7
3.3 A Decomposição da Cementita e o Segundo Estágio de Envelhe-	
cimento 2	8
3.3.1 Efeito da Deformação e do Espaçamento Interlamelar da	
Perlita na Decomposição da Cementita	9
3.3.2 Mecanismos de Decomposição da Cementita	9
3.3.3 Mecanismos do Segundo Estágio de Envelhecimento	2
3.3.4 Influência de Elementos de Liga na Decomposição da	
Cementita 33	3
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	8
4.1 Materiais	8
4.2 Caracterização Estrutural 38	8
4.3 Procedimento de Trefilação 39	9
4.4 Procedimento e Condições de Envelhecimento	0
4.5 Ensaios de Tração 41	1
4.6 Análise das Superfícies de Fratura4	2
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO 4	5
5.1 Microestrutura dos Aços Stelmorizados4	5
5.2 Variação das Propriedades Mecânicas 49	9
5.3 Cinética de Envelhecimento 58	8
5.4 Influência do Cromo60	0

5.5 Aspecto das Fraturas das Amostras Tracionadas	65
6. CONCLUSÕES	73
7. RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS	75
8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	76
9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77

Lista de Figuras

- Figura 3.1 Representação esquemática dos mecanismos de envelhecimento após deformação em aços alto carbono trefilados.
- Figura 3.2 Influência do teor de nitrogênio solúvel na variação percentual do limite de escoamento, P, e de estricção, Z, em aços perlíticos trefilados para 86% de redução de área e envelhecidos por 5 minutos entre 60 e 300°C.

Figura 3.3 - Variação na intensidade integrada do sexteto de cementita em função da

redução de área na trefilação.

- Figura 3.4 Variação da fração volumétrica de cementita em função da deformação verdadeira na trefilação.
- Figura 3.5 Diagramas de energia livre para átomos de carbono na cementita e em deslocações: (a) no início e (b) ao final da decomposição da cementita.
- Figura 3.6 Diagramas de energia livre para átomos de carbono em deslocações próximas e distantes das lamelas de cementita no início do segundo estágio de envelhecimento.
- Figura 3.7 Variação na intensidade integrada do sexteto de cementita em função da redução de área na trefilação.
- Figura 4.1 Castanha original da máquina (Elevação e Planta com corte parcial mostrando o pino de fixação Dimensões em mm).
- Figura 4.2 Castanha modificada, com a adaptação posicionada no encaixe (Elevação Dimensões em mm).

- Figura 5.1 Microestrutura do aço 1080 stelmorizado. Região central da amostra. Ataque Nital 2%. Aumento 5000x. Imagem de elétrons secundários.
- Figura 5.2 Microestrutura do aço 1080CR stelmorizado. Região central da amostra. Ataque Nital 2%. Aumento 5000x. Imagem de elétrons secundários.
- Figura 5.3 Colônias de perlita no aço 1080 stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 4200x. Imagem de MFA (2D).
- Figura 5.4 Colônias de perlita no aço 1080 stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 2750x. Imagem de MFA. (3D)
- Figura 5.5 Colônias de perlita no aço 1080CR stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 4200x. Imagem de MFA (2D).
- Figura 5.6 Colônias de perlita no aço 1080CR stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 2750x. Imagem de MFA (3D).
- Figura 5.7 Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, no aço 1080 trefilado para 86% de redução de área e envelhecido nas temperaturas indicadas.
- Figura 5.8 Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, no aço 1080CR trefilado para 86% de redução de área e envelhecido nas temperaturas indicadas.
- Figura 5.9 Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, com a temperatura de envelhecimento, para um tempo de envelhecimento de 7 minutos (420 s).
- Figura 5.10 Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, e de Z, redução de área na estricção, com a temperatura de envelhecimento, no aço 1080.
- Figura 5.11 Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, e de Z, redução de área na

estricção, com a temperatura de envelhecimento, no aço 1080CR.

- Figura 5.12 Linearização da fração envelhecida, determinada para o aço 1080 pela variação do limite de escoamento.
- Figura 5.13 Linearização da fração envelhecida, determinada para o aço 1080CR pela variação do limite de escoamento.
- Figura 5.14– Gráficos de lnk *versus* o inverso da temperatura absoluta (1/T) para o aço 1080.
- Figura 5.15 Gráficos de lnk *versus* o inverso da temperatura absoluta (1/T) para o aço 1080CR.
- Figura 5.16 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080 envelhecida à 100°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.
- Figura 5.17 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080 envelhecida à 180°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.
- Figura 5.18 Fratura dúctil de cisalhamento. Amostra do aço 1080 envelhecida à 200°C por 75 minutos.
 - a) Vista de perfil da superfície de fratura. Aumento 35x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.

- Figura 5.19 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080CR envelhecida à 100°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.
- Figura 5.20 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080CR envelhecida à 100°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.
- Figura 5.21 Fratura dúctil de cisalhamento. Amostra do aço 1080CR envelhecida à 180°C por 75 minutos.
 - a) Vista de perfil da superfície de fratura. Aumento 35x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.

Lista de Tabelas

- Tabela IV.1 Composição química (% em peso) do aços perlíticos estudados.
- Tabela IV.2 Seqüências empregadas na trefilação dos fios de aço.
- Tabela V.1 Valores das propriedades mecânicas dos fios máquina e dos fios trefilados.
- Tabela V.2 Expoentes do tempo, n, calculados a partir da variação do limite de escoamento com o envelhecimento, e coeficientes de correlação correspondentes, R.
- Tabela V.3 Energias de ativação, Q, calculadas pela variação do limite de escoamento, utilizando a equação 5.4, e seus respectivos coeficientes de correlação R.

Lista de Notações

А	=	Alongamento (%)
A_0	=	Área inicial da seção transversal do fio (m ²)
A_{f}	=	Área final da seção transversal do fio (m ²)
D	=	Coeficiente de difusão do C ou do N na ferrita (m ² /s)
D_0	=	Diâmetro inicial do fio (mm)
D_{f}	=	Diâmetro final do fio (mm)
k	=	Parâmetro de velocidade da reação (s ⁻¹)
k_0	=	Constante de proporcionalidade da equação 3.2 (s ⁻¹)
\mathbf{k}_1	=	Constante de proporcionalidade da equação 3.3 (kN/m ^{3/2})
MEV	/ =	Microscopia eletrônica de varredura
MFA	\ =	Microscopia de força atômica
n	=	Expoente do tempo na equação 3.1
Ns	=	Teor de nitrogênio em solução sólida (%)
Р	=	Variação percentual no limite de escoamento (%)
		5 1
P _(∞)	=	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do
P _(∞)	=	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento
P _(∞) Q	=	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol)
P _(∞) Q R	= =	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K)
P _(∞) Q R R.A.	= = =	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$	= = = =	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm)
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$ $S_{p(o)}$	=	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm) Espaçamento interlamelar inicial da perlita (nm)
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$ $S_{p(o)}$ t	=	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm) Espaçamento interlamelar inicial da perlita (nm) Tempo de envelhecimento (s)
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$ $S_{p(o)}$ t T	= = = = =	Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm) Espaçamento interlamelar inicial da perlita (nm) Tempo de envelhecimento (s) Temperatura absoluta (K)
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$ $S_{p(o)}$ t T y		Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm) Espaçamento interlamelar inicial da perlita (nm) Tempo de envelhecimento (s) Temperatura absoluta (K) Fração envelhecida
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$ $S_{p(o)}$ t T y Z		Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm) Espaçamento interlamelar inicial da perlita (nm) Tempo de envelhecimento (s) Temperatura absoluta (K) Fração envelhecida Estricção
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$ t T y Z ε		Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm) Espaçamento interlamelar inicial da perlita (nm) Tempo de envelhecimento (s) Temperatura absoluta (K) Fração envelhecida Estricção Deformação verdadeira
$P_{(\infty)}$ Q R $R.A.$ $S_{p(\varepsilon)}$ t T y Z ε σ_{a}		Aumento percentual máximo no limite de escoamento decorrente do envelhecimento Energia de ativação do processo (kJ/mol) Constante universal dos gases (kJ/mol.K) Redução de área convencional Espaçamento interlamelar da perlita deformada de ε (nm) Espaçamento interlamelar inicial da perlita (nm) Tempo de envelhecimento (s) Temperatura absoluta (K) Fração envelhecida Estricção Deformação verdadeira Tensão de atrito da ferrita (MPa)

 $\sigma_{n(0)}$ = Limite de escoamento a um percentual n de deformação do material trefilado

e não envelhecido

 $\sigma_{n(t)}$ = Limite de escoamento a um percentual n de deformação do material trefilado e envelhecido em um tempo t e em uma temperatura T

 σ_R = Limite de resistência à tração (MPa)

RESUMO

Foram realizados ensaios de envelhecimento em dois aços perlíticos stelmorizados e trefilados para uma redução de área de 86%. Um dos aços contém 0,25% de cromo em sua composição química. Foram observados dois estágios de envelhecimento no intervalo de temperatura de tratamento considerado para cada aço.

O mecanismo responsável pelo envelhecimento no primeiro estágio, que ocorreu entre 100 e 120°C, foi o ancoramento de deslocações por átomos de nitrogênio e carbono em solução sólida na ferrita. Os valores da energia de ativação encontrados foram próximos ao valor da energia de ativação para a difusão destes elementos na ferrita. Os valores de n próximos de 1/3 estão de acordo com o ancoramento de deslocações em paredes de células segundo um fluxo perpendicular às células de deslocações.

O segundo estágio foi associado ao ancoramento de deslocações em células nas interfaces ferrita-cementita e os valores da energia de ativação foram próximos ao valor da energia de ativação correspondente à decomposição da cementita. Os valores de n com tendência a 1/2 são compatíveis com a lei cinética para a dissolução de um precipitado planar.

Os aços perlíticos stelmorizados apresentaram variações semelhantes nas propriedades mecânicas com o tempo de envelhecimento, àquelas observadas nos aços perlíticos patenteados. Em relação aos parâmetros cinéticos, os valores encontrados permitiram associar os mesmos mecanismos de envelhecimento atribuídos por outros autores aos aços perlíticos patenteados.

O efeito do cromo foi a redução do espaçamento interlamelar da perlita, aumentando a intensidade dos efeitos do envelhecimento nas propriedades mecânicas e na redução de área na estricção.

Não foram observadas diferenças significativas nos valores da energia de ativação entre os aços no segundo estágio, significando que pelo menos para o teor investigado, 0,25%, o cromo não desestabiliza a cementita.

ABSTRACT

Strain aging tests were performed in two stelmorized pearlitic steels, after drawing to an area reduction of 86%. One of the steels contains 0,25% of chromium in its chemical composition. Two stages of strain aging were observed for both steels in the treatment temperature interval considered.

The mechanism responsible for the strain aging in the first stage, which occurred between 100 and 120°C, was the locking of dislocations by nitrogen and carbon atoms in solid solution in the ferrite. The values of the activation energy found for this stage were close to the activation energy for the diffusion of these elements in ferrite. The values of the time exponent n were close to 1/3, in agreement with the model of dislocation locking in the cell walls by atoms following a perpendicular flow to the cell walls.

The second stage of aging was associated with dislocation locking in the ferrite/cementite interfaces, and the activation energy values were close to the activation energy corresponding to cementite decomposition. The values of n approaching 1/2 are compatible with the kinetic law for a planar precipitate dissolution.

The stelmorized pearlitic steels showed changes in the mechanical properties with the aging time similar to those generally observed in patented pearlitic steels. With respect to the kinetic parameters, the values obtained permitted the association with the same aging mechanisms attributed by other authors to the patented pearlitic steels.

The effect of chromium was the reduction of the pearlite interlamellar spacing, increasing the intensity of the strain aging effects in the mechanical properties and in the area reduction by necking.

No significant differences were observed in the activation energy for the second stage of aging, meaning that at least for the investigated amount, 0.25%, chromium does not affect the stability of cementite.

1. INTRODUÇÃO

Fios de aço de alto carbono são empregados em várias aplicações que requerem alta resistência mecânica. Nos aços perlíticos (~0,8%C) utilizados para concreto protendido, pneus radiais, cabos, tirantes e molas, por exemplo, os níveis apropriados de resistência são obtidos pela estrutura perlítica fina e encruamento, decorrente da redução de área na trefilação. A microestrutura adequada a trefilação, perlita fina, é obtida através de patenteamento do fio máquina ou resfriamento acelerado após a laminação. A adição de Cr em aços perlíticos tem como efeito, entre outros, a diminuição do espaçamento interlamelar da perlita. Este refinamento da estrutura melhora a trefilabilidade do aço permitindo que no processamento do fio para algumas aplicações o patenteamento seja suprimido.

É bem estabelecido que o envelhecimento após deformação compromete a ductilidade dos aços ao mesmo tempo em que eleva sua resistência e dureza. Assim, a ocorrência de envelhecimento durante ou após a trefilação ou tratamentos termomecânicos subseqüentes, coloca uma série de questões aos produtores e usuários que envolvem a caracterização e o controle do fenômeno. O conhecimento da influência da composição química e da microestrutura no processo viabiliza a minimização dos seus efeitos indesejáveis na trefilação ou a utilização otimizada de seu potencial como mecanismo de aumento de resistência.

Diferentemente dos aços de baixo teor de carbono, para os quais o envelhecimento após deformação tem sido estudado desde 1800, os estudos relativos ao envelhecimento no caso dos aços perlíticos, datam do início dos anos 70 e consideram aços submetidos ao tratamento de patenteamento. Nesses trabalhos ficou evidenciado que os aços perlíticos apresentam, além do mecanismo clássico de envelhecimento associado à presença de carbono e nitrogênio em solução sólida na ferrita, como encontrado nos aços de baixo teor de carbono, outro processo de envelhecimento por deformação, caracterizado por variações mais drásticas na resistência e ductilidade e relacionado à decomposição da cementita. Por outro lado, vários estudos mostraram que a adição de elementos de liga, como Ni, Co, Mn, Cr e V tem um efeito importante na estabilidade da cementita em

relação à deformação plástica, na medida em que alteram a entalpia de ligação carbonodeslocação.

Neste trabalho pretende-se investigar, através da determinação dos parâmetros cinéticos, a influência da adição de Cr no envelhecimento após deformação em aços perlíticos stelmorizados, visando fornecer subsídios para o controle do processo durante a trefilação.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como meta o estudo da influência da adição de Cr no envelhecimento após deformação em aços perlíticos, em termos de suas manifestações no comportamento mecânico e mecanismos relacionados, visando a sua caracterização e o seu controle. Os objetivos específicos são:

- Avaliação das variações nas propriedades de resistência (limite de escoamento e limite de resistência) e de ductilidade (redução de área na estricção), devidas ao envelhecimento após deformação em aços perlíticos stelmorizados e trefilados.
- Estudo da cinética do processo de envelhecimento após deformação em dois aços perlíticos, stelmorizados e trefilados para uma redução de área de 86%, sendo que um deles contém 0,25% de Cr em sua composição.
- Comparação das variações nas propriedades e nos parâmetros cinéticos entre estes dois aços e com aços perlíticos patenteados estudados por outros autores.
- Caracterização da influência do Cr nas alterações das propriedades mecânicas e nos mecanismos associados ao envelhecimento após deformação em trefilação em aços perlíticos stelmorizados.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 - Envelhecimento por Deformação em Aços

O envelhecimento por deformação pode ser definido como um conjunto de variações nas propriedades de um metal que implicam no aumento de resistência e na queda de ductilidade sob determinadas condições. Estas variações ocorrem devido a interações entre átomos de soluto intersticiais e deslocações durante ou após a deformação plástica. Quando estas variações ocorrem após a deformação o fenômeno é chamado de envelhecimento estático ou envelhecimento após deformação e de envelhecimento dinâmico, quando ocorrem durante a deformação (Leslie, 1981).

O envelhecimento por deformação, em uma ampla categoria de aços, ocorre em condições normalmente encontradas no processamento e/ou utilização do produto, em que pequenas variações na composição química ou de parâmetros dos tratamentos termomecânicos implicam em variações drásticas na aptidão à deformação ou no desempenho em serviço.

Um dos exemplos mais ilustrativos da importância tecnológica do envelhecimento por deformação são os aços com envelhecimento controlado, utilizados na indústria automobilística, nos quais o envelhecimento após deformação é usado como mecanismo de aumento de resistência, através do ajuste da composição química e de parâmetros do tratamento de secagem da pintura a que as chapas estampadas são necessariamente submetidas (Dehghani e Jonas, 2000).

Outro exemplo clássico é o controle do envelhecimento nas operações de conformação de fio-máquina de aços baixo carbono que, inevitavelmente, ocorre devido ao aquecimento decorrente do atrito entre o metal e a matriz. O aumento de resistência e a queda de ductilidade, decorrentes do envelhecimento, acarretam a formação de trincas no material e o desgaste prematuro da ferramenta. O controle do envelhecimento é feito através da minimização de suas manifestações pela adição de pequenas quantidades de

elementos químicos formadores de carbonetos e nitretos ou pela diminuição da taxa de resfriamento após a laminação do fio-máquina, de forma a reter a menor quantidade possível de carbono em solução sólida supersaturada (Boratto *et al.*, 1993; Ochiai *et al.*, 1994; Karimi Taheri *et al.*, 1995a).

As variações nas propriedades mecânicas dos aços carbono, associadas ao envelhecimento por deformação, são atribuídas ao ancoramento das deslocações por átomos de carbono e nitrogênio, sendo este ancoramento o resultado da interação entre os campos de tensão das deslocações e os campos de tensão gerados pela presença de solutos intersticiais na ferrita. O potencial de interação é atrativo e provoca a difusão dos intersticiais para as deslocações, formando as chamadas "atmosferas de Cottrell" (Leslie, 1981).

3.2 - Envelhecimento após deformação em aços perlíticos

A ocorrência do envelhecimento após deformação na trefilação de aços perlíticos é também outro exemplo importante das implicações tecnológicas do fenômeno, podendo acarretar fraturas durante o processo ou induzir a ocorrência de delaminação (Van Raemdonck *et al.*,1994).

Assim, o envelhecimento após deformação em aços perlíticos trefilados tem sido objeto de vários estudos tanto devido a seus efeitos no processo de fabricação e nas propriedades do fio trefilado, quanto às diferenças apresentadas em termos de efeitos e mecanismos, em relação aos aços de baixo teor de carbono (Yamada, 1976, Kemp *et al.*, 1990, Watté *et al.*, 1995, Delrue *et al.*, 1997, Languillaume *et al.*, 1997A, Buono *et al.*, 1998, Gonzalez *et al.*, 1999, Su e Shemenski, 2000, Hinchliffe e Smith, 2001). A partir destes trabalhos ficou bem estabelecido que os aços perlíticos apresentam, além do mecanismo clássico de envelhecimento associado à presença de carbono e nitrogênio em solução sólida na ferrita, como observado nos aços de baixo teor de carbono, outro estágio de envelhecimento, caracterizado por variações mais drásticas na resistência e ductilidade. Este processo envolve o ancoramento de deslocações na ferrita por átomos de carbono provenientes da decomposição da cementita durante a deformação plástica.

3.2.1 – Aspectos Fenomenológicos e Cinéticos

Dos trabalhos realizados sobre envelhecimento após deformação em aços perlíticos, a grande maioria se refere à pré-deformação por trefilação, devido à importância do fenômeno na fabricação de fios, conforme mencionado anteriormente. Dentre estes, devem ser destacados os trabalhos de Yamada (1976), Yamada *et al.* (1983), Kemp (1987), Kemp *et al.* (1990), Gonzalez *et al.* (1989), Gonzalez *et al.* (1990) e Araújo *et al.* (1993), pelas contribuições para a descrição fenomenológica e interpretação do fenômeno. Buono (1995), utilizando medidas de propriedades mecânicas, resistividade elétrica e espectroscopia de relaxação mecânica, identificou, com maior grau de segurança, os mecanismos associados ao envelhecimento após deformação em aços perlíticos trefilação. De forma resumida, o processo de envelhecimento nestes aços, para pré-deformações por trefilação situadas entre 49% e 86% de redução de área, pode ser descrito como se segue (Buono, 1995):

 O processo ocorre em três estágios, associados a determinadas condições de tempo e temperatura de envelhecimento e caracterizados por diferentes variações nas propriedades físicas e mecânicas. A cinética do primeiro e segundo estágios pode ser descrita pela equação de Harper, normalmente empregada no estudo do envelhecimento de aços de baixo teor de carbono:

$$y = 1 - \exp[-(kt)^{n}]$$
 (3.1)

onde y é a fração envelhecida, k é um parâmetro de velocidade, t é o tempo de envelhecimento e n é o expoente do tempo.

O parâmetro de velocidade, k, é dado pela expressão:

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$
(3.2)

onde k_0 é uma constante, Q é a energia de ativação do processo, R é a constante universal dos gases e T é a temperatura absoluta. Os valores de Q e n são diferentes para cada um desses estágios.

- O primeiro estágio se estende desde a temperatura ambiente até 100-120°C e é caracterizado por um pequeno aumento no limite de escoamento com o tempo de envelhecimento, pela diminuição da resistividade elétrica e da amplitude dos picos de Snoek associados aos átomos de C e N nos espectros de relaxação mecânica. As variações das propriedades neste estágio são semelhantes àquelas observadas nos aços de baixo teor de carbono. O mecanismo que controla o processo é o ancoramento das deslocações, distribuídas nas paredes de células nas interfaces ferrita/cementita, por átomos de N e C em solução sólida na ferrita. A energia de ativação para este estágio é igual à energia de ativação para difusão do N e do C na ferrita, entre 76kJ/mol e 85kJ/mol. O expoente do tempo na equação de Harper é aproximadamente igual a 1/3, de acordo com o modelo de ancoramento de deslocações segundo um fluxo perpendicular às células de deslocações.
- O segundo estágio não é observado em aços com baixo teor de carbono, ocorre entre 120 e 180°C e é associado a um aumento acentuado no limite de escoamento com o tempo de envelhecimento. Observa-se um aumento da resistividade elétrica e uma diminuição acentuada do ruído de fundo nos espectros de relaxação mecânica com o tempo de envelhecimento. Este estágio é controlado pelo ancoramento das deslocações, distribuídas em células nas interfaces ferrita/cementita, por átomos de carbono provenientes da decomposição da cementita. O valor da energia de ativação para este estágio varia entre 113 e 125kJ/mol e corresponde à energia de ativação para a decomposição da cementita. O valor de n na equação de Harper, neste intervalo de temperaturas, é próximo de 1/2, compatível com a lei cinética para a dissolução de um precipitado planar.
- No terceiro estágio de envelhecimento, que ocorre para temperaturas superiores a 180°C, há uma diminuição no limite de escoamento e na resistividade elétrica, e não

são observadas variações significativas nos espectros de relaxação mecânica. Este estágio está associado à recuperação da ferrita.

A figura 3.1 ilustra, de forma esquemática, os mecanismos associados ao primeiro e segundo estágios de envelhecimento após deformação nos aços perlíticos trefilados.

3.2.2 – Influência do Espaçamento Interlamelar da Perlita

Considerando que o espaçamento interlamelar da perlita diminui com a deformação, Embury e Fischer (1966) desenvolveram uma equação que relaciona o limite de escoamento da perlita, σ_e , com a deformação verdadeira, ε , e o espaçamento interlamelar inicial, $S_{p(o)}$:

$$\sigma_e = \sigma_a + \frac{k_1}{\sqrt{2S_{p(0)}}} \exp \frac{\varepsilon}{4}$$
(3.3)

onde σ_a é a tensão de atrito da ferrita e k₁ é uma constante do material.

A deformação verdadeira na trefilação é dada por:

$$\varepsilon = 2 \ln \left(\frac{D_o}{D_f} \right) \tag{3.4}$$

onde D_0 é o diâmetro inicial do fio e D_f é o diâmetro final.

O espaçamento interlamelar da perlita, $S_{p(\epsilon)}$, varia com a deformação, ϵ , de acordo com a relação:

$$S_{p(\varepsilon)} = S_{p(0)} \exp\left(-\frac{\varepsilon}{2}\right)$$
 (3.5)



Figura 3.1 - Representação esquemática dos mecanismos de envelhecimento após deformação em aços perlíticos trefilados (Gonzalez *et al.*, 1999).

onde $S_{p(o)}$ é o espaçamento interlamelar inicial.

Estudando a influência do espaçamento interlamelar da perlita no envelhecimento após deformação em aços perlíticos trefilados, Kemp *et al.* (1990) concluíram que a saturação do primeiro estágio e o início do segundo ocorreriam para condições de tempo e temperatura, tais que:

$$\frac{S_{p(\varepsilon)}}{2} = \sqrt{Dt}$$
(3.6)

onde $S_{p(\epsilon)}$ é o espaçamento interlamelar da perlita deformada, t é o tempo de envelhecimento e D é o coeficiente de difusão do C ou do N na ferrita na temperatura considerada.

Assim, o espaçamento interlamelar inicial da perlita, $S_{p(0)}$, e a quantidade de prédeformação, através de sua influência em $S_{p(\varepsilon)}$, (Eq. 3.5) determinam a temperatura de transição entre o primeiro e segundo estágios.

3.2.3 – Influência do Teor de Nitrogênio em Solução Sólida

A influência do teor de nitrogênio em solução sólida no envelhecimento após deformação em aços perlíticos trefilados foi estudada por Yamada (1976), Dias *et al.* (1989), Gonzalez *et al.* (1989) e Buono (1995).

A figura 3.2 mostra como a variação percentual no limite de escoamento, P, e a estricção, Z, evoluem em função da temperatura de envelhecimento para dois aços perlíticos com diferentes teores de nitrogênio em solução sólida, trefilados para 86% de redução de área e envelhecidos por 5 minutos, de acordo com os resultados de Gonzalez *et al.* (1989).

Observa-se que N_s influencia a intensidade da variação de P em todas as temperaturas de envelhecimento consideradas. Além do mais, N_s causa uma diminuição acentuada em Z nas temperaturas em que o segundo estágio de envelhecimento controla o processo. Os autores sugeriram que o efeito de N_s no segundo estágio poderia estar relacionado a uma ligação do nitrogênio com o fósforo em um estado semi-combinado, que se tornaria instável em temperaturas maiores que 120^{0} C, liberando o nitrogênio a partir desta temperatura para ancorar as deslocações no segundo estágio de envelhecimento. Buono (1995) atribuiu a influência do nitrogênio solúvel no segundo estágio de envelhecimento à uma superposição dos efeitos do primeiro no segundo estágio, que são aditivos em relação às propriedades mecânicas.

3.2.4 – Influência do Modo de Deformação

O envelhecimento após deformação em aços perlíticos pré-deformados por tração foi estudado por Kemp (1987), Kemp *et al.*, (1990) e Buono *et al.*, (1998). Estes estudos indicaram que, da mesma forma que no caso de aços perlíticos trefilados, no caso da pré-deformação por tração, para temperaturas inferiores a 100°C, o processo é controlado pelo ancoramento das deslocações por átomos de C e N em solução sólida na ferrita e que entre 100 e 180°C a decomposição da cementita é o mecanismo predominante.



Figura 3.2 - Influência do teor de nitrogênio solúvel na variação percentual do limite de escoamento, P, e da estricção, Z, em aços perlíticos trefilados para 86% de redução de área e envelhecidos por 5 minutos entre 60 e 300⁰C (Gonzalez et al., 1989).

3.3 - A Decomposição da Cementita e o Segundo Estágio de Envelhecimento

A decomposição parcial da cementita durante a deformação em trefilação de aços perlíticos, foi observada pela primeira vez por Belous *et al.* em 1961 (Belous *et al.*, 1961 por Gavriljuk, 2002) e a quantidade de cementita decomposta foi estimada por espectroscopia Mössbauer em 1972 (Gridnev *et al.*, 1972). Desde então, evidência experimental direta da decomposição da cementita foi obtida através das seguintes técnicas: Espectroscopia Mössbauer (Gridnev *et al.*, 1975; Gavriljuk *et al.*, 1976; Gavriljuk , 1978; Gavriljuk *et al.*, 1979; Gavriljuk *et al.*, 1981; Araújo *et al.*, 1993; Nam *et al.*, 2000), Espectroscopia de Relaxação Mecânica (Yamada, 1976; Bobino *et al.*, 1998), Espectroscopia de Resistividade Elétrica (Yamada, 1976; Buono *et al.*, 1998), Microscopia Eletrônica de Transmissão, Microscopia Eletrônica de Alta Resolução, Espectrometria de Perda de Energia de Elétrons (Languillaume *et al.*, 1997), Microssondagem Atômica por Microscopia de Campo Iônico (Read *et al.*, 1997; Hong

et al., 1999, Maruyama *et al.*, 2002) e Tomografia por Microssondagem Atômica (Danoix *et al.*, 1998; Sauvage *et al.*, 2000; Hono *et al.*, 2001, Sauvage *et al.*, 2002).

Algumas variáveis que influenciam a decomposição da cementita, bem como sua relação com o segundo estágio de envelhecimento, serão discutidas a seguir.

3.3.1 - Efeito da Deformação e do Espaçamento Interlamelar da Perlita na Decomposição da Cementita

Com maior ou menor grau de precisão, os trabalhos anteriormente citados indicam que, para deformações verdadeiras em trefilação entre 2,0 e 5,0, a fração de cementita decomposta varia de 20 a 50% do seu valor inicial. As figuras 3.3 (Araújo *et al.*, 1993) e 3.4 (Nam *et al.*, 2000) mostram que a fração de cementita diminui com o aumento da deformação. Na figura 3.4 pode-se também observar que a fração de cementita decomposta aumenta com a diminuição do espaçamento interlamelar inicial da perlita.

A fração de cementita decomposta aumenta com a deformação porque o espaçamento interlamelar diminui (Eq. 3.5), o que leva a um aumento da área de interface ferrita/cementita onde as deslocações na parede das células estão em contato com a cementita.

Pela mesma razão, a fração de cementita decomposta, para uma dada deformação, aumenta com a diminuição do espaçamento interlamelar.

3.3.2 - Mecanismos de Decomposição da Cementita

Dois mecanismos foram propostos para explicar a decomposição da cementita. O primeiro deles (Gridnev *et al.*, 1976; Gavriljuk *et al.*, 1976; Gavriljuk *et al.*, 1978; Gavriljuk *et al.*, 1979; Gavriljuk *et al.*, 1981; Araújo *et al.*, 1993) baseia-se nos seguintes aspectos:



Figura 3.3 - Variação na intensidade integrada do sexteto de cementita em função da redução de área na trefilação (Araújo *et al.*,1993).



Figura 3.4 - Variação da fração volumétrica de cementita em função da deformação verdadeira na trefilação. Aço A, Sp_(o) = 125nm; aço B, Sp_(o) = 175nm; aço C, Sp_(o) = 138nm. (Nam *et al.*, 2000)

- A entalpia de ligação entre os átomos de carbono e as deslocações é igual a 0,75eV (Cochardt et al., 1955) e portanto maior, em módulo, do que a entalpia de ligação, 0,5eV (Swartz, 1967), entre os átomos de carbono e ferro na cementita.
- Durante a deformação plástica as deslocações se agrupam em paredes de células nas interfaces ferrita/cementita (Embury e Hirth, 1994), cortando as lamelas de cementita a medida que a deformação continua. Os átomos de carbono são então "capturados" pelas deslocações, provocando a decomposição da cementita.
- Como resultado, forma-se uma fina camada de alta concentração de carbono nas paredes das células de deslocações localizadas nas interfaces ferrita/cementita, adjacentes à lamela de cementita (figura 3.1).

O segundo modelo atribui a decomposição da cementita à sua desestabilização causada por um aumento na energia livre decorrente da diminuição das espessura das lamelas de cementita com a deformação plástica. (Languillaume *et al.*, 1997B; Sauvage *et al.*, 2000). Este modelo apóia-se nas seguintes observações:

- A densidade de deslocações na ferrita da perlita deformada é negligenciável.
- O acréscimo na energia de interface devido à diminuição da espessura das lamelas de cementita durante a deformação plástica leva à dissolução de átomos de carbono para o interior da ferrita, devido ao efeito Gibbs-Thomson.
- A cinética de dissolução é controlada pela difusão do carbono. Como durante a trefilação a temperatura do fio ultrapassa 100°C, a difusão do carbono é possível, mesmo para as taxas de deformação empregadas (~10²s⁻¹), porque ocorre durante o resfriamento para a temperatura ambiente após a trefilação.

Considerando que não se observa aumento do parâmetro de rede da ferrita nos aços perlíticos trefilados, Gavriljuk (2001) concluiu que não é possível a dissolução do carbono na ferrita como estabelece o segundo modelo. Seu argumento é reforçado pelo fato de que, para a quantidade de carbono dissolvido na ferrita prevista pelo segundo modelo, 0,2 a 3,0 at.%, a componente no espectro Mössbauer relativa aos átomos de ferro vizinhos mais próximos dos átomos de carbono deveria ser observada. Nos diversos trabalhos sobre aços perlíticos trefilados utilizando-se espectroscopia Mössbauer nunca se detectou tal componente.

3.3.3 - Mecanismos do Segundo Estágio de Envelhecimento

Conforme discutido na seção 3.3.2 o modelo baseado na diferença de entalpia de ligação entre C-deslocação e C-Fe₃C é mais adequado para descrever o mecanismo de decomposição da cementita e, em conseqüência, do segundo estágio de envelhecimento, como exposto a seguir (Araújo *et al.*, 1993).

Durante a trefilação de um aço perlítico, a deformação induz a formação de um grande número de deslocações, particularmente na interface ferrita/cementita. A figura 3.5(a) mostra a configuração da energia livre do carbono na cementita e nas deslocações, imediatamente após a deformação. Esta configuração é favorável à transferência de átomos de carbono da cementita para as deslocações, que ocorre durante a deformação, para as deslocações próximas das lamelas de cementita; há um fluxo resultante de átomos de carbono da cementita para as deslocações, com a conseqüente formação de atmosferas de Cottrell em torno das deslocações. No entanto, tão logo os átomos de carbono de maior energia na atmosfera de Cottrell alcançam um nível de energia livre correspondente àquele do carbono na cementita, o fluxo líquido de átomos de carbono cessa, como ilustrado na figura 3.5(b).

Ao final da deformação, as deslocações próximas das lamelas de cementita estão fortemente ancoradas por átomos de carbono, enquanto que as deslocações distantes destas lamelas estão livres. O primeiro estágio de envelhecimento envolve a empobrecimento de soluto intersticial da ferrita, causada pela migração de soluto para as deslocações, que ocorre em poucos segundos à temperatura de 180°C; o segundo estágio ocorreria então pela transferência de átomos de carbono das deslocações próximas as lamelas de cementita para as deslocações que estão distantes desta posição, como ilustrado na Fig.3.6. Deve ser lembrado, que o número de átomos de carbono necessário para o ancoramento das deslocações a uma certa distância das lamelas de cementita corresponde ao número de átomos necessário para a saturação menos o número de átomos de N e C já envolvidos no primeiro estágio de envelhecimento. Além disso, o aumento na temperatura pode envolver alguma recuperação estática, o que

conduziria à um decréscimo no número de átomos que seria necessário para o ancoramento das deslocações.

Considerando este modelo, a energia de ativação do segundo estágio deve entretanto ser próxima de 118kJ/mol, como mostrado na Fig.3.6, e o efeito de esgotamento de soluto envolvido na cinética de Harper corresponderia à diminuição do número de átomos de carbono que as deslocações próximas das lamelas de cementita poderiam suprir para outras deslocações vizinhas, à medida que a temperatura aumenta.

No modelo de envelhecimento discutido no parágrafo anterior, átomos de carbono vindos da decomposição da cementita, causada por deformação plástica, formariam um fina camada adjacente às lamelas, cuja concentração de C (nas deslocações e provavelmente em outros defeitos) deve ser alta; na verdade, a literatura menciona que esta região se transforma em grafita após um processo de recozimento a 600°C (Belous e Novozhilov, 1982). Portanto, a perda de carbono desta camada é uma função da diferença entre as concentrações de carbono na camada e em suas regiões adjacentes; isso corresponderia à decomposição de um plano frontal, neste caso o expoente do tempo na equação de Harper (Eq. 3.1) seria igual a 1/2, o que é confirmado pela literatura (Kemp *et al.* 1990, Buono *et al.* 1998, Yamada, 1976).

3.3.4 - Influência de Elementos de Liga na Decomposição da Cementita

Estudos realizados por espectroscopia Mössbauer e espectroscopia de relaxação mecânica sobre o efeito da adição de elementos de liga na decomposição da cementita mostraram que a presença de átomos substitucionais na ferrita como Ni, Co, Mn, Cr e V modificam a entalpia de ligação entre os átomos de carbono e deslocações, indicando que a decomposição da cementita é influenciada pela adição de elementos de liga (Gridnev e Gavriljuk, 1982). Resultados relativos a aços com 0,8%C, contendo 5,0%at. de Ni ou Co mostraram que a presença destes elementos diminui a energia de ligação C-deslocação de 0,75eV para 0,20 e 0,39eV, respectivamente. Ni e Co diminuem também a energia de ligação C-Fe3C, mas o efeito é negligenciável. Desta forma, a adição de Ni



Fig. 3.5 – Diagramas de energia livre para átomos de carbono na cementita e em deslocações: (a) no início e (b) ao final da decomposição da cementita. Adaptado por Buono (1995) de Araújo *et al.* (1993).



Fig. 3.6 – Diagramas de energia livre para átomos de carbono em deslocações próximas e distantes das lamelas de cementita no início do segundo estágio de envelhecimento. Adaptado por Buono (1995) de Araújo *et al.* (1993). ou Co estabiliza a cementita, diminuindo a quantidade de cementita decomposta durante a deformação plástica, como de fato observado pelos autores mencionados.

O efeito de 1,0% em peso de Cr ou Mn na energia de interação C-deslocação na ferrita foi também considerado por Gridnev *et al.* (1980). Ao contrário do Ni e Co, estes elementos aumentam a energia de interação C-deslocação na ferrita, elevando-a para 1,85eV. Estes elementos também modificam a energia de interação C-Fe₃C, no sentido de aumentá-la, mas neste caso também o efeito pode ser desconsiderado. Assim, o resultado da adição de Cr ou Mn deve ser a desestabilização da cementita, o que implicaria em um aumento da quantidade de cementita decomposta com a deformação.

No entanto, este efeito não foi observado de acordo com os resultados de Araújo *et. al.*, (1992) que estudaram por espectroscopia Mössbauer a influência do acréscimo no teor de Mn de 0,5% para 0,9% na decomposição da cementita durante a trefilação de um aço perlítico. A figura 3.7 mostra o valor da intensidade integrada do sexteto de cementita (que é uma medida da fração volumétrica de cementita) em função da redução de área na trefilação para os dois aços.

Observa-se que o aumento no teor de Mn não aumenta a quantidade de cementita decomposta, mas leva a uma menor quantidade de cementita no aço patenteado. Segundo o autor, o efeito do aumento no teor de Mn é diminuir a temperatura eutetóide do aço perlítico levando a um acréscimo de carbono em solução sólida na ferrita. Araújo *et al.*, (1992) não observaram variação na energia de ativação para o segundo estágio de envelhecimento do aço perlítico trefilado com o aumento do teor de Mn, o que confirma que, pelo menos para o acréscimo investigado, 0,4%, o Mn não desestabiliza a cementita.

Resultados semelhantes foram obtidos por Buono (1995) que também não observou mudança na energia de ativação para o segundo estágio de envelhecimento de um aço perlítico trefilado para 86% de redução de área, com o aumento no teor de Mn de 0,45% para 0,70%.



Figura 3.7 - Variação na intensidade integrada do sexteto de cementita em função da redução de área na trefilação. Mn50 = 0,5% Mn, Mn90 = 0,90%Mn (Araújo *et al.*, 1992)

A adição de Cr em aços aumenta a temperatura eutetóide uma vez que este elemento estabiliza a ferrita. Sendo um elemento com forte tendência a formar carbonetos, na transformação perlítica, em princípio, o Cr se concentraria na cementita da perlita. No entanto, para valores elevados do superesfriamento no patenteamento e altas velocidades de resfriamento na stelmorização, esta "partição" é suprimida porque depende da difusão do Cr (Reed Hill, 1992).

Assim, a adição de Cr no aço perlítico acarreta uma diminuição no espaçamento interlamelar devido ao aumento na temperatura eutetóide (Ridley, 1984). Nos aços "stelmorizados" pode-se prever que as concentrações de Cr na ferrita e na cementita sejam as mesmas em virtude das altas taxas de resfriamento após laminação a quente do fio máquina.

Não existem na literatura dados relativos ao efeito do Cr no envelhecimento de aços perlíticos trefilados. De acordo com os resultados de Gridnev *et al.* (1980), este
elemento desestabiliza a cementita, desta forma deve-se prever um aumento da velocidade da reação no segundo estágio assim como um aumento na intensidade dos efeitos.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 Materiais

Aço perlítico (1080) e aço perlítico ligado ao Cr (1080CR), ambos de procedência comercial e stelmorizados, foram recebidos na forma de fio máquina com diâmetro de 5,4mm. A composição química (% em peso) destes aços está especificada na tabela IV.1:

Tabela IV.1 - Composição química (% em peso) dos aços perlíticos estudados

Aço	C	Mn	Si	Р	S	Cr	Al	Mo	N _T	N_S
1080	0,85	0,49	0,20	0,009	0,009	-	0,002	<0,001	0,0036	0,0036
1080CR	0,86	0,45	0,21	0,010	0,006	0,25	0,002	<0,001	0,0026	0,0026

A quantidade nitrogênio total, N_T , foi determinada por métodos convencionais e a quantidade de nitrogênio solúvel, N_S , determinada como a diferença entre N_T e o nitrogênio combinado com o alumínio. Como a quantidade de alumínio presente nos aços é residual, a quantidade de nitrogênio solúvel foi considerada igual à quantidade de nitrogênio total.

4.2 Caracterização estrutural

Secções transversais dos fios máquina stelmorizados foram preparadas para análise em microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, MEV, e microscopia de força atômica, MFA. A preparação das amostras constituiu de seccionamento em cortadeira metalográfica com refrigeração, embutimento em baquelite, lixamento convencional e polimento com pasta de diamante de 9, 3 e 1µm.

As microestruturas dos aços foram observadas através de MEV, em amostras atacadas com nital a 2%, para caracterização da estrutura perlítica. O espaçamento interlamelar da perlita foi medido por MFA, conforme técnica descrita por Buono *et al.* (1997).

4.3 Procedimento de Trefilação

Os fios de aço stelmorizados foram cortados em partes com 300mm de comprimento. Estas partes foram apontadas em um laminador elétrico e trefiladas em uma banca hidráulica de laboratório em nove passes individuais e consecutivos a uma velocidade de 0,25m/min. Foram utilizados como lubrificante pasta de bissulfeto de molibdênio e sabão em pó industrial colocado em um recipiente contendo dois furos que permitiam a passagem do fio umedecido pela pasta durante todo o processo de trefilação. Nos três primeiros passes foi utilizado sabão industrial á base de cálcio e, nos demais passes, sabão industrial á base de sódio. Á saída da fieira os fios foram refrigerados por um jato de óleo solúvel. Estimativas anteriormente realizadas (Rodrigues, 1989) para o processamento do material nestas condições indicaram que a temperatura do fio não ultrapassou 50°C durante a trefilação.

Foram empregadas matrizes com semi-ângulo de fieira igual a 7º e com diâmetros escolhidos de forma a proporcionar cerca de 20% de redução de área convencional em cada passe. Este parâmetro é definido como:

$$R.A = \frac{A_0 - A_f}{A_0} x100 \tag{4.1}$$

onde A_0 é a área inicial da seção transversal do fio e A_f sua área final, após o passe considerado. A deformação verdadeira na trefilação, ε , é dada por:

$$\varepsilon = 2\ln \frac{D_0}{D_f} \tag{4.2}$$

onde D_0 e D_f são os diâmetros inicial e final, respectivamente. Os fios de aço foram trefilados de 5,4mm para 2,04mm de diâmetro, isto é, para uma redução de área total de 86,24%, correspondendo a uma deformação verdadeira de 1,984. As sequências de trefilação que foram empregadas são mostradas na Tabela IV.2.

Nº	Diâmetro (mm)		Redução de	e Área (%)	Deformação Verdadeira		
Passe	Inicial	Final	Passe	Total	Passe	Total	
01	5,40	5,00	14,27	14,27	0,154	0,154	
02	5,00	4,47	20,08	33,95	0,224	0,415	
03	4,47	4,00	19,92	47,11	0,222	0,637	
04	4,00	3,57	20,34	57,87	0,227	0,864	
05	3,57	3,19	20,15	66,36	0,225	1,089	
06	3,19	2,85	20,18	73,15	0,225	1,315	
07	2,85	2,55	19,94	78,50	0,222	1,537	
08	2,55	2,28	20,05	82,82	0,224	1,761	
09	2,28	2,04	19,94	86,24	0,222	1,984	

Tabela IV.2 – Seqüências empregadas na trefilação dos fios de aço.

Imediatamente após o último passe de trefilação, foram cortadas amostras com 150mm de comprimento para envelhecimento e ensaio de tração. Estas amostras foram rotuladas e acondicionadas em frascos contendo óleo de silicone e armazenadas em um freezer a cerca de -20°C. Resultados de trabalho anterior (Rodrigues, 1989) mostraram que em amostras trefiladas para 86% de redução de área e armazenadas a 0°C por até 98 dias, não ocorreu envelhecimento durante o armazenamento.

4.4 Procedimentos e Condições de Envelhecimento

Os tratamentos de envelhecimento foram realizados em temperaturas de 100, 110, 120, 140, 150, 160, 180 e 200°C e por tempos de 7, 15, 30, 75, 180 e 360min.

As amostras foram desempenadas e tratadas em um banho de óleo de silicone equipado com controlador de temperatura e bomba de agitação mecânica. A capacidade do banho, de oito litros de óleo, aliada à agitação mecânica, proporcionou variações de temperatura da ordem de 1°C e tempos de equalização inferiores a 50 segundos. Isto foi verificado através do registro da temperatura por meio de um termopar tipo K, soldado

em uma das amostras de um grupo de controle. Os tempos de envelhecimento foram contados a partir da equalização da temperatura.

Após os tratamentos em banho de óleo de silicone, as amostras foram resfriadas em água com gelo e armazenadas novamente a -20°C.

4.5 Ensaios de Tração

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina INSTRON modelo 5582 acoplada a um computador com pacotes de softwares para controle, aquisição e tratamento de dados (INSTRON SÉRIES IX). As amostras na forma de fio máquina, com diâmetro igual a 5,4mm, trefiladas e trefiladas e envelhecidas com diâmetro igual a 2,04mm, foram ensaiadas com um comprimento total de 150mm. A deformação foi medida com um extensômetro longitudinal de 50mm de base de medida até uma deformação igual a 1% sendo então retirado de forma a não ser danificado.

Como o sistema de garras da máquina disponível não possibilitou a correta fixação das amostras para a realização dos ensaios de tração, foi necessário confeccionar novas castanhas semelhantes às originais, porém com um encaixe em forma de "rabo de andorinha". Foi usado um aço ferramenta para trabalhos a frio (ABNT D3) fornecido na forma de barra retangular, no estado recozido, com uma dureza de aproximadamente 250 Brinell.

Este material foi usinado, conforme as seguintes etapas:

 O material foi cortado utilizando uma serra alternativa (Franho) até as dimensões próximas da peça acabada;

2 - Utilizando uma plaina, o material foi usinado até atingir sua dimensão e forma finais. Nesta etapa também foi confeccionado o pino de fixação das castanhas nas garras da máquina e feita a furação para o encaixe do mesmo.

3 - Finalmente, foi feito o fresamento tangencial do encaixe em forma de "rabo de andorinha".

No encaixe foi colocada uma adaptação confeccionada a partir de uma lima murça fina chata retangular, que proporcionou uma melhor fixação para as amostras. A confecção desta adaptação consistiu em:

- 1 Corte da lima com disco abrasivo;
- 2 Fresamento dos chanfros laterais;

A figura 4.1 mostra a forma e as dimensões da castanha original da máquina e a figura 4.2 mostra a castanha modificada com a adaptação posicionada no encaixe.

Foram determinadas, na temperatura ambiente, para uma taxa de deformação igual a $1,1x10^{-3}s^{-1}$, as seguintes propriedades: limite de escoamento a 0,05, 0,1 e 0,2% de deformação plástica, limite de resistência e redução de área na estricção. A medida do diâmetro na estricção para a determinação da redução de área foi feita com o auxílio de um projetor de perfis marca MITUTOYO, modelo PJ 311. Para manter as partes fraturadas e alinhadas no momento da leitura, estas foram fixadas a uma placa de Petri, através de massa plástica.

O valor destas propriedades foi determinado a partir dos resultados obtidos em no mínimo três ensaios por condição: fio máquina, fio trefilado e fio trefilado e envelhecido a uma temperatura T por um tempo t.

4.6 Análise das Superfícies de Fratura

As superfícies de fratura para algumas condições de envelhecimento foram examinadas com lupa e por MEV para identificação de seus aspectos macro e microscópicos, respectivamente, visando uma identificação dos mecanismos de fratura relativos a cada estágio de envelhecimento.



Figura 4.1 - Castanha original da máquina (Elevação e Planta com corte parcial). mostrando o pino de fixação – Dimensões em mm).



Figura 4.2 - Castanha modificada, com a adaptação posicionada no encaixe (Elevação – Dimensões em mm).

Para análises das superfícies de fratura realizadas por MEV, após os ensaios de tração e medições da estricção, as amostras foram armazenadas com sílica gel em um dessecador.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1) Microestrutura dos Aços Stelmorizados

As figuras 5.1 e 5.2 mostram a imagem obtida por MEV dos aços no estado stelmorizado. Ambos apresentaram microestruturas semelhantes, constituídas de perlita fina e traços de ferrita proeutetóide. O exame destes aços, por microscopia óptica e eletrônica de varredura na seção transversal à direção da laminação do fio máquina não revelou a presença de heterogeneidades típicas: regiões martensíticas, bainíticas ou com grandes nódulos de perlita, características do crescimento anormal do grão austenítico, ou redes de cementita na região central do fio associadas à segregação excessiva.

Estima-se que a quantidade de ferrita proeutetóide presente nos aços seja muito pequena, pois conforme mostra a tabela IV.1, ambos apresentam teor de carbono superior a 0,8% em peso, sendo, portanto classificados como hipereutetóides. O aparecimento deste constituinte nestes aços pode ser atribuído às oscilações nas concentrações de carbono que podem ocorrer durante o processo de fabricação dos produtos, que são de procedência industrial conforme mencionado anteriormente. Por outro lado, conforme Buono (1995), a determinação da quantidade relativa deste constituinte em aços patenteados apresenta resultados com grande dispersão devido à limitação do tamanho dos campos examinados e em função da ampliação mínima necessária para a resolução da ferrita proeutetóide.

As figuras 5.3 a 5.6 mostram as imagens obtidas por MFA de algumas colônias de perlita nos aços stelmorizados, no plano (2D) e em três dimensões (3D).



Figura 5.1 – Microestrutura do aço 1080 stelmorizado. Região central da amostra. Ataque Nital 2%. Aumento 5000x. Imagem de elétrons secundários.



Figura 5.2 – Microestrutura do aço 1080CR stelmorizado. Região central da amostra. Ataque Nital 2%. Aumento 5000x. Imagem de elétrons secundários.



Figura 5.3 - Colônias de perlita no aço 1080 stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 3750x. Imagem de MFA. (2D)



Figura 5.4 - Colônias de perlita no aço 1080 stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 2500x. Imagem de MFA. (3D)



Figura 5.5 - Colônias de perlita no aço 1080CR stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 3750x. Imagem de MFA. (2D)



Figura 5.6 - Colônias de perlita no aço 1080CR stelmorizado. Ataque: Nital 2%. Aumento: 2500x. Imagem de MFA. (3D)

Os valores determinados para o espaçamento interlamelar médio da perlita, $S_{p(0)}$, nos aços 1080 e 1080CR foram de 192±3 nm e 157±4 nm, respectivamente. O erro padrão, $\Delta S_0 = (t/\sqrt{n})\Delta S_p$ foi calculado para um intervalo de confiança de 95%, sendo ΔS_p o desvio padrão, *n* o número de medidas e *t* o coeficiente da distribuição de Student correspondente a *n* para 95% de confiança.

Os valores do espaçamento interlamelar da perlita após o último passe de trefilação, $S_{p(\varepsilon)}$, dos aços 1080 e 1080CR, calculados conforme a equação 3.5 da seção 3.2.2, foram de 71 e 58nm, respectivamente. A comparação de valores calculados através desta equação desenvolvida por Embury e Fischer (1966), com valores medidos em imagens de MFA, foi realizada por Buono (1995) que comprovou a sua veracidade. A presença de Cr como elemento de liga no aço 1080CR justifica o fato deste aço apresentar um espaçamento interlamelar da perlita aproximadamente 20% menor do que o aço 1080. O Cr aumenta a temperatura de transformação eutetóide e conseqüentemente promove o refinamento da estrutura.

5.2) Variação das Propriedades Mecânicas

Os valores das propriedades mecânicas dos fios máquina e dos fios trefilados, determinados por ensaio de tração, são apresentadas na tabela V.1. Estes valores correspondem à média de pelo menos três ensaios, com erro médio relativo inferior a 5%.

T 1 1 1	571	T 7 1	1	• 1 1	~ ·	1	C'	/ ·	1	C"	· C 1 1
Tabela	V I _	- Valores i	das nro	nriedades	mecanicas	dog	ting n	naaiiina	e dos	T109	trefilados
rabera	V • 1	v alores	uas pro	pricuauco	meetameas	uos	1105 11	naquina	c uos	1105	tionnauos.

Amostra	σ_{R} (MPa)	σ _{e 0,2%} (MPa)	σ _{e 0,1%} (MPa)	σ _{e 0,05%} (MPa)	A (%)	Z (%)
1080 stelmor.	1137±26	654±32	572±38	483±48	8,2±0,4	45±3
1080 tref.	1892±19	1586±59	1332±32	1118±33	2,9±0,6	62±3
1080CR stelmor.	1223±29	749±13	667±18	573±26	8,4±0,5	42±3
1080CR tref.	1981±33	1720±31	1351±24	1138±21	2,9±0,4	58±5

A análise dos valores da tabela V.1 indica que o aço 1080 é menos resistente do que o aço 1080CR, que possui Cr e menor espaçamento interlamelar da perlita.

A exemplo de outros autores (Dias, 1988; Rodrigues, 1989; Araújo, 1990; Kemp et al., 1990 e Buono, 1995) foi escolhido o limite de escoamento a 0,1% de deformação, $\sigma 0,1$, para análise dos efeitos de envelhecimento nas propriedades mecânicas dos aços.

Os efeitos do envelhecimento após deformação nas propriedades mecânicas dos aços foram avaliados a partir da variação do aumento percentual no limite de escoamanto, P, e da redução de área na estricção, Z, com o tempo e a temperatura de envelhecimento. O parâmetro P é definido como:

$$P = \frac{\sigma_{n(t)} - \sigma_{n(0)}}{\sigma_{n(0)}} x 100$$
 (5.1)

onde $\sigma_{n(t)}$ é o limite de escoamento a um percentual n de deformação dos materiais trefilados e envelhecidos em um tempo t e em uma temperatura T e $\sigma_{n(0)}$ é o limite de escoamento a um percentual n de deformação dos materiais trefilados e não envelhecidos.

A fração envelhecida, y, é determinada como:

$$y = \frac{P}{P_{(\infty)}}$$
(5.2)

em que P tem o significado anteriormente mencionado e $P(\infty)$ é o aumento percentual máximo no limite de escoamento, decorrente do envelhecimento.

As figuras 5.7 e 5.8 mostram as curvas de variação de P com o tempo de envelhecimento, obtidas para os aços 1080 e 1080CR tratados a partir da temperatura de 100°C até a temperatura de saturação de P para cada aço. Os pontos das curvas foram



Figura 5.7 – Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, no aço 1080 trefilado para 86% de redução de área e envelhecido nas temperaturas indicadas.



Figura 5.8 – Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, no aço 1080CR trefilado para 86% de redução de área e envelhecido nas temperaturas indicadas.

determinados a partir de valores de $\sigma_{0,1}$ correspondentes à média de três ensaios, com erro médio inferior a 5%.

Para os intervalos de temperatura estudados, os aços stelmorizados apresentaram dois estágios de envelhecimento. O primeiro estágio que ocorreu em temperaturas mais baixas, apresentou uma pequena variação em P com o tempo de envelhecimento. Em temperaturas mais elevadas, no segundo estágio de envelhecimento, o aumento neste parâmetro foi mais intenso. Estes resultados são similares ao comportamento dos aços patenteados estudados por Yamada (1976), Dias (1988), Rodrigues (1989), Araújo (1990), Kemp *et al.* (1990) e Buono (1995).

A análise das figuras 5.7 e 5.8 permite observar que as condições de transição entre o primeiro e o segundo estágios de envelhecimento são distintas para os dois aços stelmorizados. A figura 5.7 mostra que esta transição no aço 1080, não é bem definida, podendo ter ocorrido a 120°C após 21.600s (360 minutos), ou logo no início do tratamento a 140°C, com o valor máximo de P no primeiro estágio variando entre 23 e 30%. A mudança na inclinação da curva a 120°C na figura 5.8 indica que a transição no aço 1080CR ocorreu nesta temperatura, após um tempo de envelhecimento de 4500 s (75 minutos), com um aumento percentual no limite de escoamento de 28%.

A figura 5.7 mostra também que o valor de saturação de P no segundo estágio de envelhecimento do aço 1080 foi cerca de 53% a temperatura de 200°C. Na figura 5.8, pode ser observado que a saturação de P do aço 1080CR ocorreu uma temperatura de 180°C, menor do que a observada para o aço 1080, porém, com um valor mais elevado de P máximo da ordem de 60%. O valor de P máximo encontrado por Buono (1995) foi de 47%, que estudou o envelhecimento de aços perlíticos patenteados com espaçamento interlamelar de 83nm, trefilados a uma velocidade de duas a quatro vezes maior (0,5 a 1m/min), envelhecidos nas mesmas condições e contendo 65ppm de nitrogênio em solução sólida.

Em resumo, comparando os resultados apresentados nas figuras 5.7 e 5.8, pode ser observado que as variações no limite de escoamento do aço 1080CR foram maiores em

amplitude do que as do aço 1080. Além disso, a transição entre o primeiro e o segundo estágio de envelhecimento ocorreu a uma temperatura mais elevada ou em um tempo mais longo no aço 1080, em relação ao aço 1080CR. Como as condições de trefilação e de envelhecimento dos dois aços foram as mesmas, estas diferenças de comportamento devem ser discutidas considerando que o aço 1080CR contém Cr como elemento de liga, e conseqüentemente, apresenta um espaçamento interlamelar da perlita aproximadamente 20% menor do que o espaçamento interlamelar da perlita do aço 1080, conforme mostrado na seção 5.1.

De acordo com Kemp *et al* (1990), o espaçamento interlamelar da perlita no aço deformado controla a transição entre o primeiro e o segundo estágios de envelhecimento, sendo que a decomposição da cementita, responsável pelo fornecimento de átomos de carbono para o segundo estágio, ocorre quando os intersticiais disponíveis na ferrita tiverem condições cinéticas de migrar para as deslocações, isto é, quando há esgotamento do soluto inicialmente disponível. Como as paredes de células de deslocações tendem a se agrupar próximas das interfaces ferrita/cementita, a metade do espaçamento interlamelar é uma estimativa da distância máxima que os átomos de carbono e nitrogênio em solução intersticial necessitam migrar para interagir com as deslocações, conforme mostrado anteriormente na equação 3.6 na seção 3.2.2. Portanto, o aço 1080CR que possui menor espaçamento interlamelar da perlita, comportou-se conforme o enunciado acima: a transição do primeiro para o segundo estágio de envelhecimento ocorreu em um menor tempo e em uma temperatura mais baixa, sendo a intensidade dos efeitos de envelhecimento mais intensa em relação ao aço 1080, conforme mostra a figura 5.9.

Não foram observadas variações significativas na redução de área na estricção entre os aços 1080 e 1080CR em todos os intervalos de temperatura e de tempo de envelhecimento considerados. A redução de área na estricção do aço 1080 oscilou entre 48 e 58% e do aço 1080CR, entre 50 e 65%, como mostram as figuras 5.10 e 5.11, evidenciando novamente a maior intensidade dos efeitos do envelhecimento no aço 1080CR. Estas figuras mostram também uma tendência de queda da redução de área na estricção de ambos aços com a evolução de P e da temperatura de envelhecimento.



Figura 5.9 – Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, com a temperatura de envelhecimento, para um tempo de envelhecimento de 7 minutos (420s).



Figura 5.10 – Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, e de Z, redução de área na estricção, com a temperatura de envelhecimento, no aço 1080.



Figura 5.11 – Variação de P, aumento percentual em $\sigma_{0,1}$, e de Z, redução de área na estricção, com a temperatura de envelhecimento, no aço 1080CR.

5.3) Cinética de Envelhecimento

Para a determinação dos parâmetros cinéticos que descrevem o fenômeno de envelhecimento dos aços perlíticos stelmorizados, foi feito um ajuste da fração envelhecida, y, com o tempo de envelhecimento, t, segundo a equação de Harper, expressa pela equação 3.1:

$$y=1-exp[-(kt)^n]$$

onde k é um parâmetro de velocidade, dada pela equação 3.2:

$$\mathbf{k} = \mathbf{k}_0 \exp\left(-\frac{\mathbf{Q}}{\mathbf{RT}}\right)$$

sendo k_0 uma constante, Q a energia de ativação do processo, R a constante universal dos gases e T a temperatura absoluta.

Os parâmetros que caracterizam a cinética de envelhecimento, o expoente do tempo, n, e a constante de velocidade, k, através da equação 3.1 pela qual se determina a energia de ativação do fenômeno, foram obtidos pela linearização desta equação:

$$\ln \ln [1/(1-y)] = n \ln k + n \ln t$$
 (5.3)

Assim, o expoente do tempo, n, foi dado pela inclinação das curvas ln ln (1/1-y) *versus* lnt, e lnk pela divisão do intercepto por n.

A linearização da Eq. 3.2,

$$\ln k = \ln k0 - Q/RT \tag{5.4}$$

permitiu calcular a energia de ativação, Q, dada pela inclinação da curva lnk *versus* 1/T, multiplicada pela constante universal dos gases, R = 8,31kJ/mol.K.

Os valores encontrados para o expoente do tempo, n, referente a cada temperatura, são mostrados na tabela V.2. A linearização da fração envelhecida, y, a partir dos dados de variação do limite de escoamento dos aços 1080 e 1080CR, são apresentados nas figuras 5.12 e 5.13, respectivamente.

Tabela V.2 – Expoentes do tempo, n, calculados a partir da variação do limite de escoamento com o envelhecimento, e coeficientes de correlação correspondentes, R.

Т	T 10		108	OCR
(°C)	n	R	n	R
100	0,31	0,995	0,29	0,998
110	0,31	0,984	0,30	0,999
120	0,29	0,983	0,26	0,999
120			0,40	0,999
140	0,37	0,993	0,39	0,998
150	0,47	0,997	0,40	0,999
160	0,44	0,999	0,37	0,995
180	0,37	0,998	0,40	0,999

A análise dos valores da Tabela V.2 mostra que para o aço 1080, n é próximo de 1/3 entre 100 e 120°C e com tendência a 0,5 entre 140 e 180°C, confirmando os dois estágios de envelhecimento previstos nas curvas de P para este aço. Os valores de n para o aço 1080CR, indicam também a presença de dois estágios de envelhecimento, ocorrendo ambos valores próximos de n de 1/3 e 1/2, respectivamente, a 120°C, confirmando que a transição entre o primeiro e o segundo estágios de envelhecimento neste material ocorreu nesta temperatura.

Os resultados do cálculo das energias de ativação utilizando a equação 5.4 e seus respectivos coeficientes de correlação, R, são apresentados na tabela V.3.

Aço	Primeiro	o Estágio	Segundo Estágio			
	Q (kJ/mol)	R	Q (kJ/mol)	R		
1080	76,6	0,999	108,1	1,000		
1080CR	84,1	0,996	127,5	0,998		

Tabela V.3 – Energias de ativação, Q, calculadas pela variação do limite de escoamento, utilizando a equação 5.4, e seus respectivos coeficientes de correlação R.

As figuras 5.14 e 5.15 mostram os gráficos de lnk *versus* o inverso da temperatura absoluta (1/T) para os aços 1080 e 1080CR, respectivamete.

Os valores da energia de ativação, Q, calculados para os aços stelmorizados no primeiro e no segundo estágios de envelhecimento dos aços 1080 e 1080CR são bem próximos dos valores obtidos nos estudos de envelhecimento de aços perlíticos trefilados de Yamada (1976), Dias (1988), Dias *et al* (1989), Rodrigues (1989), Araújo (1990) e Buono (1995).

Pode ser observado também que os valores de Q para o aço 1080 foram menores em relação ao aço 1080CR.

5.4) Influência do Cromo

O Cr atuou diretamente no refinamento da estrutura perlítica dos aços stelmorizados, através da redução do espaçamento interlamelar da perlita. As diferenças entre as variações nas propriedades mecânicas devido a este efeito do Cr, nos aços 1080 e 1080CR, foram devidamente discutidas anteriormente.

Em relação aos parâmetros cinéticos, os valores de energia de ativação encontrados para ambos aços no primeiro e no segundo estágios de envelhecimento, não apresentaram diferenças significativas que possam ser atribuídas diretamente ao Cr. Segundo os



Figura 5.12 – Linearização da fração envelhecida, determinada para o aço 1080 pela variação do limite de escoamento.



Figura 5.13 – Linearização da fração envelhecida, determinada para o aço 1080CR pela variação do limite de escoamento



Figura 5.14 – Gráficos de lnk *versus* o inverso da temperatura absoluta (1/T) para o aço 1080.



Figura 5.15 – Gráficos de lnk *versus* o inverso da temperatura absoluta (1/T) para o aço 1080CR.

resultados de Gridnev *et al* (1980), o Cr desestabiliza a cementita. O efeito desta desestabilização seria o aumento da velocidade de reação no segundo estágio e conseqüentemente uma diminuição significativa da energia de ativação do aço 1080CR em relação ao aço 1080. Isto não foi observado neste trabalho, confirmando que pelo menos para o acréscimo investigado, 0,25%, o Cr não desestabiliza a cementita.

5.5) Aspecto das Fraturas de Amostras Tracionadas

Praticamente todas as amostras envelhecidas e testadas em tração romperam na garra devido ao acentuado efeito de entalhe provocado pela elevada resistência das amostras. A análise das superfícies de fratura foi realizada então nestas condições, pois não houve um número de amostras suficientes que romperam no comprimento útil para uma melhor avaliação e identificação dos mecanismos de fratura relativos à cada estágio de envelhecimento, sem os esforços de compressão que o material naturalmente sofre quando a fratura ocorre na garra.

As figuras 5.16 a 5.21 mostram o aspecto macro e micro das superfícies das fraturas dos aços, respectivamente, nas condições de tempo e temperatura indicadas.

As figuras 5.16(a) e 5.19(a) mostram que as fraturas dos aços 1080 e 1080CR, envelhecidas por 100°C por 7 minutos, apresentam o aspecto de fratura dúctil tipo taçacone. A redução de área na estricção para o aço 1080 foi de 57% e de 62% para o aço 1080 CR. A parte (b) destas figuras mostram que o aspecto microestrutural das fraturas dos dois aços é de fratura dúctil.

A redução de área na estricção de ambos aços envelhecidos a 180°C por 7 minutos reduziu para 54% no aço 1080 e 59% no aço 1080CR. Isto está de acordo com as figuras 5.17(a) e 5.20(a), onde pode ser observado que houve um aumento da área fibrosa em comparação com as figuras 5.16(a) e 5.19(a), indicando que os aços

tornaram-se menos dúcteis com a severidade do envelhecimento. O aspecto microestrutural das fraturas, mostrado na parte (b) destas figuras, é de fratura dúctil.

Em condições de envelhecimento mais intenso, em temperaturas superiores a 150°C, ocorreram eventualmente alguns casos de fraturas a 45°C com o eixo de tração associadas a redução de área na estricção praticamente nulas, em ambos aços, conforme mostrado na parte (a) das figuras 5.18 e 5.21. O aspecto microestrutural destas fraturas de cisalhamento também é de fratura dúctil, conforme mostra a parte (b) destas figuras.





- Figura 5.16 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080 envelhecida à 100°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.



- Figura 5.17 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080 envelhecida à 180°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.



- Figura 5.18 Fratura dúctil de cisalhamento. Amostra do aço 1080 envelhecida à 200°C por 75 minutos.
 - a) Vista de perfil da superfície de fratura. Aumento 35x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.



- Figura 5.19 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080CR envelhecida à 100°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.



- Figura 5.20 Fratura dúctil tipo cone-cálice. Amostra do aço 1080CR envelhecida à 180°C por 7 minutos.
 - a) Vista frontal da superfície de fratura. Aumento 50x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.



- Figura 5.21 Fratura dúctil de cisalhamento. Amostra do aço 1080CR envelhecida à 180°C por 75 minutos.
 - a) Vista de perfil da superfície de fratura. Aumento 35x. MEV.
 - b) Microestrutura de uma região interna da fratura. Aumento 2000x. MEV.
6) CONCLUSÕES

Para o estudo da cinética de envelhecimento dos aços perlíticos stelmorizados e trefilados, com 86% de redução de área, conclui-se que:

Os aços apresentam dois estágios de envelhecimento nos intervalos de temperaturas estudados. No primeiro estágio de envelhecimento, em temperaturas mais baixas, 100°C a 120°C, o mecanismo responsável pelo envelhecimento foi o ancoramento de deslocações por átomos de nitrogênio e carbono em solução sólida na ferrita, na interface ferrita/cementita. Os valores da energia de ativação para a difusão do nitrogênio e do carbono na ferrita são próximos dos valores encontrados de 76,6 e 84,1 KJ/mol, para os aços 1080 e 1080CR, respectivamente. O valor encontrado para o expoente do tempo, n, próximo de 1/3, está de acordo com o modelo de ancoramento de deslocações em paredes de células segundo um fluxo perpendicular às células de deslocações. Este estágio foi caracterizado por um pequeno aumento no limite de escoamento.

O segundo estágio é associado à decomposição da cementita que fornece átomos de carbono para o ancoramento das deslocações distribuídas em células nas interfaces ferrita/cementita. Os valores da energia de ativação de 108,1 e 127,5kJ/mol obtidos para este estágio, são próximos ao valor da energia de ativação correspondente à decomposição da cementita. Os valores de n com tendência a 1/2 são compatíveis com a lei cinética para a dissolução de um precipitado planar. Foi observada uma variação acentuada no limite de escoamento neste estágio.

A maior intensidade dos efeitos do envelhecimento nas propriedades mecânicas e na redução de área na estricção, é atribuída ao cromo, que causa o refinamento da estrutura, através da diminuição do espaçamento interlamelar da perlita dos aços perlíticos.

Não foram encontradas diferenças significativas nos valores das energias de ativação no segundo estágio entre os aços, e em comparação com os resultados dos estudos de

outros autores, sobre o envelhecimento de aços perlíticos patenteados e trefilados. Isto significa que, pelo menos para o teor investigado, 0,25%, o cromo não desestabiliza a cementita.

7. RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Os resultados deste trabalho permitiram constatar que:

- Os aços perlíticos stelmorizados apresentam os mesmos mecanismos e estágios de envelhecimento dos aços perlíticos patenteados.

- O efeito do cromo de refinamento da estrutura perlítica foi confirmado através das medições dos espaçamentos interlamelares da perlita, nas imagens de MFA.

- O acréscimo de 0,25% de cromo em aços perlíticos stelmorizados não promoveu a desestabilização da cementita no segundo estágio de envelhecimento.

8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudo da influência da adição de teores acima de 0,25% de cromo, no envelhecimento após deformação em aços perlíticos stelmorizados e submetidos à deformação por trefilação.

 Estudos da influência da adição de outros elementos químicos no envelhecimento após deformação em aços perlíticos stelmorizados e submetidos à deformação por trefilação, com o objetivo de encontrar pelo menos um que minimize os efeitos prejudiciais do envelhecimento no processamento industrial.

9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Araújo, F. G. S., Gonzalez, B. M., Cetlin, P. R., Coelho, A. R. Z. e Mansur, R. A. (1992). Wire Journal International 25, 57-61.
- Araújo, F. G. S., Gonzalez, B. M., Cetlin, P. R., Coelho, A. R. Z. e Mansur, R. A. (1993). Wire Journal International 26, 191-194.
- Belous, M.V. e Novozhilov, V. B. (1982). Phys. Metalls 4(3), 552-556.
- Boratto, F. J. M., Weidig, C., Rodrigues, P. C. M., Gonzalez, B. M. (1993). Wire Journal International 26, 86.
- Buono, V.T. L. (1995). Tese de Doutorado, Estudo da Cinética de Envelhecimento após Deformação em Aços Perlíticos Trefilados através de Propriedades Físicas e Mecânicas, CPGEM-UFMG, Belo Horizonte-MG, 251p.
- Buono, V. T. L., Gonzalez, B. M., Lima, T. M. Andrade, M. S (1997). Journal of Materials Science 32, 1005-1008.
- Buono, V. T. L., Andrade, M. S. e Gonzalez, B. M. (1998). Metallurgical and Materials Transactions 29A, 1415-1423.
- Cochardt, A. W., Schoek, G., Wiedersich, H. (1955). Acta Metallurgica 3, 533-537.
- Danoix, F., Julien, D., Sauvage, X. e Copreaux, J. (1998). Materials Science and Engineering A250, 8-13.
- Delrue, H., Humbeeck, J. V, Aernoudt, E., Lefever, I. e Raemdonck, W. V. (1997). Wire Journal International 30, 74-80.
- Dehghani, K., Jonas, J. J. (2000). *Metallurgical and Materials Transactions* **31A**, 1375-1384.
- Dias, J. F. (1988). Dissertação de Mestrado, Estudo do Envelhecimento após Deformação em Fios de Aço Alto Carbono Trefilados, CPGEM-UFMG, Belo Horizonte-MG, 131p.
- Dias, J. F., Gonzalez, B. M., Cetlin, P. R. e Coelho, A. R. Z. (1989). Anais do 43° Congresso Anual da ABM, São Paulo-SP 1, 337-346
- Embury, J. D. e Hirth, J. P. (1994). Acta Metallurgica et Materialia 42, 2051-2056
- Embury, J. D., Fischer, R. M. (1966). Acta Metall., 14, 147-159.
- Gavriljuk, V.G., Kushnareva N. P., Prokopenko, V. G. (1976) *Phys. Metals Metallogr.* **42(6)**, 141.

Gavriljuk, V. G. (1978). Phys. Metals Metallogr. 45(5), 59.

- Gavriljuk, V.G., Prokopenko, V. G., Razumov O. N. (1979) Phys. Stat. Sol.(a) 53,147.
- Gavriljuk V.G., Gertsricken D. S., Polushkin, YuA, Falchenko, V. M.(1981) Phys. Metals Metallogr. 51(1), 125-129.
- Gavriljuk, V. G. (2001). Scripta Materialia 45, 1469-1472.
- Gavriljuk, V. G. (2002). Scripta Materialia 46, 175-177.
- Gonzalez, B. M., Dias J. F., Cetlin, P. R. e Coelho, A. R. Z. (1989). Anais das Jornadas Metalúrgicas, Buenos Aires, Argentina 49-51.
- Gonzalez, B. M., Rodrigues P. C., Cetlin, P. R. e Coelho, A. R. Z. (1990). 7^o Congreso Nacional de Ciencia y Tecnologia Metalúrgicas, Madrid Spain 39-45.
- Gonzalez, B. M., Buono, V. T. L., Andrade, M. S. (1999). *Metalurgia e Materiais* **9** 462-464.
- Gridnev V. N., Gavriljuk V. G., Dekhtyar IYa, Meshkov YuYa, Prokopenko, V. G., Nizin P. S. (1972) *Phis. Stat Sol. (a)* **14**, 689.
- Gridnev, V. G., Kushnareva, N. P., Prokopenko, V. G. (1976). *Phys. Metals Metallogr.*42(6), 141.
- Gridnev, V. G., Prokopenko, V. G., Razumov O. N. (1979). Phys. Status Solidi 53,147.
- Gridnev V. N., Gavriljuk, V. G., Nadutov, V. M. e Polushkin Y. A. (1980). *Phis. Metals* 50(3), 110-116.
- Gridnev, V. N., e Gavriljuk, V. G. (1982). Phis. Metals 4(3), 531-551
- Gridnev, V.N., Nemoshkalenko, V.V., Meshkov, Y.Y., Gavriljuk, V.G., Prokopenko, V.G. e Razumov, O. N. (1975). *Phys. Status Solidi* **31**, 201.
- Hinchliffe, C. E. e Smith, G. D. W. (2001). *Materials Science and Technology* **17**, 148-154.
- Hong, M. H., Reynolds Jr., W. T., Tarui, T. e Hono, K. (1999). Mettalurgical and Materials Transactions 30A, 717-727.
- Hono K., Ohnuma, M., Murayama, M., Nishida S., Yoshie, A. e Takahashi T. (2001). Scripta Materialia 44, 977-983.
- Karimi Taheri, A., Maccagno, T. M., Jonas, J. J. (1995a). *ISIJ International* **35**, 1532-1540.
- Kemp, I. P. (1987). Wire Industry 54, 41-44, 49.

- Kemp, I. P., Pollard, G., Bramley, A. N. (1990). *Materials Science and Technology* **6**, 331-336.
- Languillaume, J., Kapelski, G. e Baudelet, B. (1997A). Materials Letters. 33, 241-245.
- Languillaume, J., Kapelski, G. e Baudelet, B. (1997B). Acta Mater. 45(3), 1201-1212.
- Leslie, W.C. (1981) The Phisical Metallurgy of Steels, McGraw-Hill, New York, 79.
- Maruyama, N., Tarui, T. e Tashiro, H. (2002) Scripta Materialia 46, 599-603
- Nam, W. J., Bae, C. M., Oh, S. J. e Kwon, S. J. (2000). *Scripta Materialia* **42**, 457-463. Ochiai, I., Ohba, H., Kawana, A. (1994). *Wire Journal International* 27, 74.
- Rodrigues, P. C. M. (1989). Dissertação de Mestrado, Efeito da Seqüência de

Tratamentos no Envelhecimento após Deformação de um Aço Perlítico Trefilado,

- CPGEM-UFMG, Belo Horizonte-MG, 178p.
- Read, H.G, Reynolds Jr., W. T., Hono, K. e Tarui, T. (1997). *Scripta Materialia* **37**(8), 1221-1230.
- Reed-Hill, R.E.e Abbaschian, R., W.C. (1992) *Phisical Metallurgy Principles*, PKS-KENT Publishing Company, Boston 606.
- Ridley, N. (1984). Metallurgical Transactions 15A, 1019-1026.
- Su, Y. Y. e Shemenski, R. M. (2000). Wire Journal International 33, 128-139.
- Sauvage, X., Copreaux, J., Danoix, F. e Blavette D. (2000). *Philosophical Magazine A* **80**(4), 781-796.
- Sauvage, X., Guelton, N. e Blavette D. (2002) Scripta Materialia 46, 599-603
- Swartz, J.C. (1967). Trans. Met. Soc. AIME 239, 68-75.
- Van Ranemdonck, W., Lefever, I., Dahene, U. (1994). Wire Journal International, 27, 68-75.
- Watté, P., Humbeeck, J. V., Aernoudt, E. e Lefever I. (1996). *Scripta Materialia* **34**, 89-94.
- Yamada, Y. (1976) Trans. Iron Steel Inst. Japan 16, 417-426.
- Yamada, Y., Kawakami, H., Nakamura, Y. e Tsuji, K. (1983). Wire 33, 122-124.