

## EFEITO DA PRECIPITAÇÃO DE CEMENTITA NA FORMAÇÃO DE CONTORNOS DE ALTO ÂNGULO E REFINO DE GRÃO FERRÍTICO EM AÇO BAIXO CARBONO

Otávio Villar da Silva Neto<sup>1\*</sup>, Oscar Balancin<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Departamento de Engenharia de Materiais - Universidade Federal de São Carlos, SP, Brasil.

\*Autor da correspondência: pvillar@iris.ufscar.br

Recebido 05 Outubro, 2007. Aceitado 10 de Dezembro, 2007

Publicado em linha 19 Dezembro, 2007.

### RESUMO

Atualmente, têm-se destinado grandes esforços para obter aços com grãos ultrafinos através de rotas industrialmente viáveis. Estes esforços são justificados pela redução dos custos com a adição de elementos de liga e com a melhora das propriedades dos aços estruturais comuns. No entanto, obter aços com grãos ultrafinos e microestrutura estável representa uma difícil tarefa, pois existe uma forte tendência para o crescimento dos grãos. Isto torna algumas microestruturas de grãos finos inerentemente instáveis, o que faz necessário promover mecanismos que restrinjam o movimento dos contornos de grão. Partículas de cementita finamente dispersas auxiliam na estabilização e homogeneização da microestrutura. Neste trabalho, investigou-se a influência da precipitação de cementita no refino da microestrutura e na geração de contornos de alto ângulo, durante o processamento de dois aços; um 0,16C (Cosar) e outro de ultra-baixo carbono (IF). A deformação subcrítica foi imposta mediante ensaios de torção em amostras previamente temperadas e revenidas. A técnica de EBSD foi utilizada para medir o ângulo de desorientação entre os grãos gerados. Foi evidenciado que a precipitação de cementita e a recristalização dinâmica da ferrita são responsáveis pela formação de contornos de alto ângulo, bem como pelo intenso refino de grão durante a deformação subcrítica. A comparação dos resultados de deformação dos dois aços permitiu verificar a influência das partículas de cementita precipitadas durante o processamento. A precipitação de cementita e a recristalização dinâmica da ferrita mostraram-se responsáveis pela formação dos contornos de alto ângulo e pelo intenso refino dos grãos durante a deformação subcrítica.

**Palavras-chave:** grãos ultrafinos; cementita; torção a morno; ebsd; processamento subcrítico.

### PRECIPITATION EFFECT OF CEMENTITE IN THE FORMATION OF HIGH ANGLE GRAIN BOUNDARIES AND FERRITIC GRAIN REFINEMENT OF LOW CARBON STEEL

#### ABSTRACT

Nowadays, great efforts have been destined to obtain steels with ultrafine grains through viable industrial routes. These efforts are justified by costs reduction with the alloy elements and the improvement properties from plain carbon steels, which increase the aggregated value and its commercial range application. However, to obtain ultrafine grains steels with stable microstructure represents a hard task, owing a strong tendency for grains growth. For this reason, some fine grains microstructures are inherently unstable which turns necessary to promote mechanisms that restrict grain boundaries movement to stabilize these microstructures. The cementite particles precipitation during the thermomechanical processing can produce a stable and homogeneous microstructure. In this work, the influence of cementite precipitation in microstructure refinement of a low carbon steel, as well, the high angle boundaries generation during the warm processing were investigated. During the accomplishment of this work, two steels were used; a 0,16C steel (Cosar) and another of ultra-low carbon (IF), as reference. The subcritical field deformation in quenched and tempered samples was previously imposed by torsion test. The use of the EBSD (Electron Backscattering Diffraction) technique enabled the attainment of data related to the misorientation amongst grains and/or sub-grains after isothermals torsion test.

**Keywords:** ultrafine grains, cementite, tepid torsion, ebsd, subcritical processing.

#### INTRODUÇÃO

Os aços com baixo carbono e baixa liga são as ligas de aço com menor custo e maior volume de produção industrial. Esses materiais têm uma vasta gama de aplicações, mas sempre limitados a solicitações em que

não são exigidos altos níveis de resistência mecânica, resistência ao calor ou a meios químicos agressivos, por exemplo. Em geral, os procedimentos utilizados para adequar esses materiais a solicitações mais drásticas envolvem a adição de elementos de ligas e a aplicação de

tratamentos térmicos, como é feito com aços estruturais, aços ferramenta, aços inoxidáveis e demais aços ligados. A adição de elementos de liga exige processos de fabricação com maior densidade tecnológica e eleva o custo desses materiais. Uma outra forma de aumentar a resistência mecânica sem fragilizar as ligas metálicas é o refino da microestrutura; os contornos de grãos atuam como barreiras ao deslizamento de discordâncias e ao processo de maclagem que operam dentro dos grãos.

Apoiados em fenômenos e mecanismos recentemente descobertos, como a formação de subgrão/grão por deformações severas à temperatura ambiente, a transformação dinâmica de fase induzida por deformação, a recristalização dinâmica contínua da ferrita em altas temperaturas, vários pesquisadores têm investigado nos últimos anos a formação de grãos ultrafinos na ferrita em aços carbono baixa-liga.

Dentre outras, uma das possíveis rotas de processamento que permite alcançar esta meta é o trabalho a morno. Esta técnica possui melhor precisão dimensional que o trabalho a quente, a oxidação superficial é moderada e há melhoria nas características mecânicas do material, permitindo que em alguns casos as etapas de usinagem e tratamentos térmicos posteriores sejam suprimidas. Contudo, o processamento a morno requer maior conhecimento dos processos de conformação e do comportamento dos materiais, visto que estas operações induzem maiores esforços mecânicos e freqüentemente são realizadas em estruturas instáveis [1].

Durante o reaquecimento dentro do domínio ferrítico de amostras de aços carbono temperadas ocorre a transformação da estrutura martensítica em uma matriz ferrítica com partículas de cementita finamente dispersas. Esta transformação se dá em três estágios distintos [2]: (i) inicialmente tem-se a formação de carbonetos de transição – carbonetos epsilon ou eta - e o decréscimo do teor de carbono da matriz martensítica para valores próximos a 0,25. (ii) a transformação da austenita retida em ferrita e cementita, e (iii) a transformação dos

carbonetos de transição e da martensita de baixo carbono em ferrita e cementita. Durante essas transformações, tem-se um decréscimo na densidade de discordâncias com o rearranjo das discordâncias dentro das ripas de martensita e com a eliminação dos contornos de baixo ângulo entre ripas. Após longos tempos de revenimento a matriz ferrítica tem a sua subestrutura de discordâncias recuperada. Outros fenômenos são bem conhecidos, tal como o fato de que o aumento da energia livre com a formação de uma subestrutura de discordâncias em um aço deformado acelera as transformações controladas por difusão [3]. E que as transformações (dinâmicas) que ocorrem durante a deformação plástica são aceleradas com o aumento da energia armazenada com a deformação [4]. Assim, pode-se esperar que a aplicação de grandes deformações a morno em uma estrutura não estável acelere os mecanismos de transformação, conduzindo o material a um estado de equilíbrio mais estável.

Dois caminhos distintos podem ser seguidos para a produção de cementita em aços estruturais; partindo do recozimento de uma estrutura perlítica deformada ou promovendo o revenimento de uma microestrutura martensítica. Nos dois casos, a cinética de precipitação de cementita é bastante similar, ambos dependem da supersaturação de carbono e da densidade de discordâncias. No entanto, para trabalhar com aços com baixos teores de carbono resta apenas o segundo caminho a ser seguido. No processamento termomecânico, a microestrutura supersaturada de carbono irá precipitar partículas de cementita tanto durante o revenimento (aquecimento), quanto na etapa de deformação [5-6].

Devido à baixa energia de formação da cementita e à energia de interação existente entre a cementita e as discordâncias (~0,5 eV), a precipitação da cementita é favorecida pela interação com as tensões internas geradas pelas discordâncias [5]. A elevada densidade de discordância oriunda da têmpera é determinante para a precipitação de carboneto durante o revenimento. Com o

reaquecimento durante o revenimento e a aplicação da deformação, o carbono da microestrutura supersaturada irá difundir para as discordâncias e precipitarão nos contornos de grão da ferrita, que acima de 500°C já começou a recrystalizar. Competitivamente, partículas menores precipitam no interior dos grãos ferríticos. Com o com o decorrer do tempo de revenimento, os carbonetos precipitados nos contornos recrystalizados irão coalescer e atuarão como barreiras para a movimentação de discordâncias ancorando o crescimento destes contornos [6-7].

Para que ocorra grande refino na microestrutura, deve-se aumentar os sítios preferenciais de nucleação da ferrita, os quais são sensivelmente maximizados com os defeitos produzidos durante a deformação. Grandes deformações criam um estado complexo de defeitos cristalinos, os quais aumentam a densidade de discordâncias de forma a favorecer a nucleação de novos grãos. Assim, tanto a deformação plástica pesada como as altas taxas de deformação promovem aumentos na quantidade de defeitos e bandas de deformação, os quais contribuem para ocorrência da recrystalização dinâmica e para formação da ferrita ultrafina [8]. Diante destes fenômenos, espera-se que a recrystalização dinâmica contínua refine a microestrutura e as partículas finamente dispersas exercem o efeito de ancoramento dos contornos de grão [9-10].

## MATERIAIS E MÉTODOS

Dois diferentes aços foram investigados no desenvolvimento deste trabalho; o aço comercial baixo carbono baixa liga denominado Cosar (0,16C 1,34Mn) e um aço ultra baixo carbono (0,003C 0,13Mn), IF (*Interstitial Free*) – usado como referência.

Os materiais foram deformados a morno por uma máquina de torção equipada com forno aquecido por luz infravermelha. Antes dos ensaios de torção, as amostras foram tratadas termicamente. Visando obter a precipitação de um volume significativo de cementita e,

ao mesmo tempo evitando entrar no campo intercrítico, tanto o condicionamento microestrutural quanto os ensaios de torção foram realizados em uma temperatura subcrítica próxima à temperatura de início de transformação de fase  $\alpha \rightarrow \gamma$  ( $A_{e1}$ ).

Os ensaios de torção a morno, em amostras previamente revenidas, tiveram a finalidade de conduzir o aço Cosar a uma matriz ferrítica com partículas de cementita. Durante a etapa experimental foram almejados dois quesitos básicos: (i) o condicionamento da microestrutura de partida; adequada para promover a formação de grãos ultrafinos e (ii) o desenvolvimento de uma microestrutura inicial que pudesse ser submetida a grandes deformações sem falhar.

O condicionamento microestrutural foi realizado através dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, gerando uma microestrutura composta por uma matriz ferrítica com esferóides de cementita. Amostras do aço Cosar foram austenitizadas a 900°C, por 0,5H, e em seguida resfriadas bruscamente em água. O tratamento de esferoidização das partículas de cementita foi realizado com o reaquecimento das amostras em à temperatura de 685°C, logo abaixo de  $A_{e1}$ , por 1,0H, sendo em seguida resfriadas ao ar. Após este tratamento térmico, o material foi deformado por torção na temperatura de revenimento (685°C). Antes da deformação, as amostras foram reaquecidas e mantidas na temperatura do ensaio por 15 minutos.

As amostras foram submetidas a uma seqüência de deformação isotérmica interrompida, na qual a quantidade de deformação experimentada foi de 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 e 5,0. Após a aplicação de cada deformação pré-estabelecida, os corpos de prova tiveram suas microestruturas congeladas, por meio de injeção de água no interior do tubo de quartzo. Com objetivo de mostrar a influência das partículas de cementita no refino de grão ferrítico, a evolução da estrutura de deformação do aço IF foi comparada com a do aço Cosar, ambos foram

deformados nas mesmas condições de ensaio, com  $0,1 \text{ s}^{-1}$ .

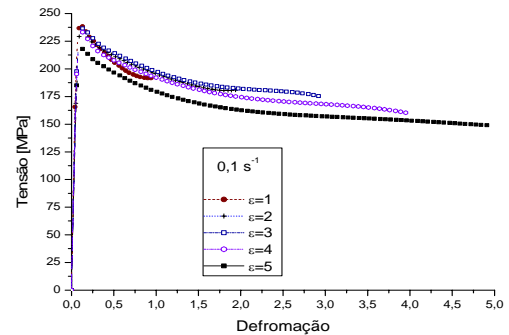
As análises microestruturais foram realizadas através de microscopias ótica e eletrônica. Através de microscopia ótica, com o auxílio de um sistema de análise de imagens *analySIS PRO 3.1*. A técnica EBSD (*Electron Backscattering Diffraction*) foi utilizada para obter dados relativos à desorientação entre grãos e/ou subgrãos. As imagens de elétrons secundários foram obtidas a partir de um MEV da marca Philips, modelo XL30-FEG (30KV) acoplado a um sistema de EBSD da marca TSL, modelo MSC 2200.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

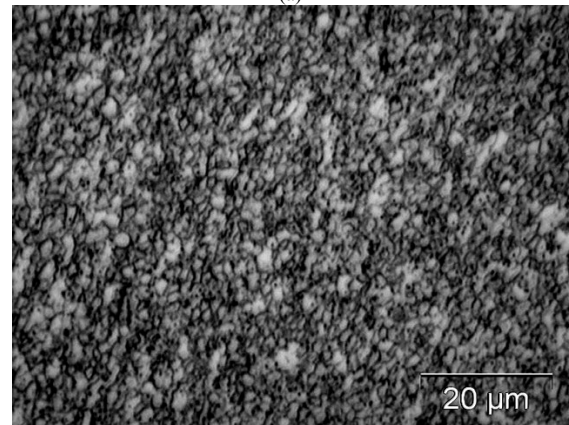
O comportamento mecânico do aço Cosar foi verificado com os resultados da torção subcrítica ( $685^\circ\text{C}$ ) apresentados na Figura 1, onde são apresentadas as curvas de escoamento plástico referentes às deformações verdadeiras experimentadas pelo material.

As curvas de escoamento mostram que a tensão alcança um máximo logo no início do carregamento e decresce continuamente para um estado estacionário. Esta forma de curva é característica da deformação de microestruturas não estáveis; conforme a estrutura tende para um estado de equilíbrio mais estável o nível de tensão decresce. Corroborando com esta interpretação, vê-se que o nível de tensão decresce com o aumento do tempo de revenimento. Também, pode ser visto na Figura 1a que a quantidade de deformação que o material suportou até que ocorresse a fratura se alterou com o nível de tensão; a ductilidade aumenta com o decréscimo do nível de tensão, e conseqüentemente com o tempo de revenimento. Após o material experimentar uma deformação total de 5,0 sua microestrutura final passou por um expressivo processo de refino de grão. A Figura 1b mostra uma microestrutura resultante da deformação a morno, a qual consiste de grãos homogêneos e equiaxiais com tamanho médio de grão igual a  $1,28\mu\text{m}$ .

A evolução da microestrutura de deformação é ilustrada na Figura 2, que mostra as imagens das microestruturas resultantes do condicionamento microestrutural e do processamento termomecânico.



(a)



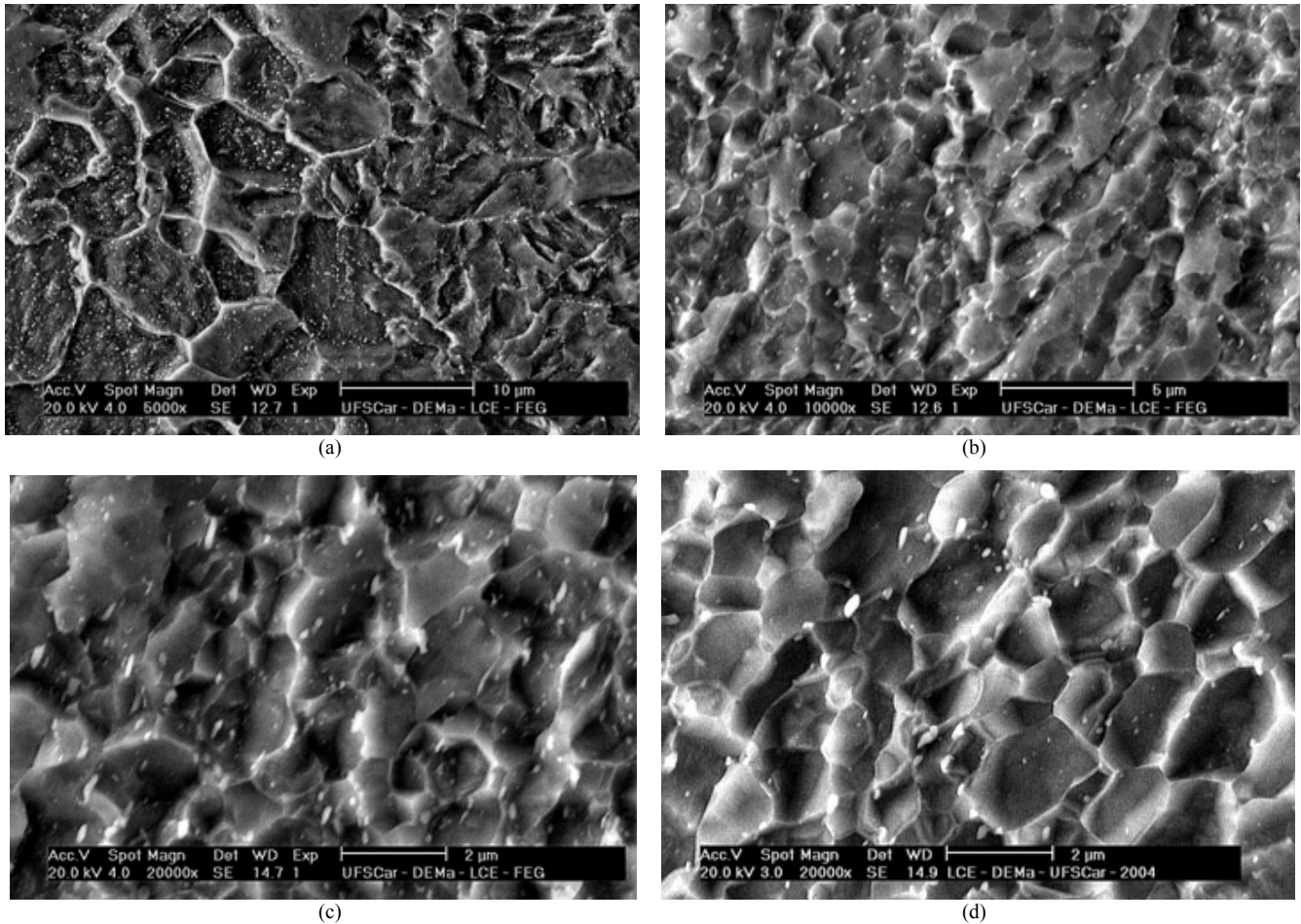
(b)

Fig. 1. (a) Curvas de escoamento: deformação isotérmica com interrupções pré-estabelecidas em  $\varepsilon = 1,0$ ,  $\varepsilon = 2,0$ ,  $\varepsilon = 3,0$ ,  $\varepsilon = 4,0$  e  $\varepsilon = 5,0$ . – (b) Fotomicrografias ótica:  $\varepsilon = 5,0$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ , a  $685^\circ\text{C}$ , após revenimento – grãos ultra-finos com tamanho médio de  $1,28\mu\text{m}$  – aço Cosar.

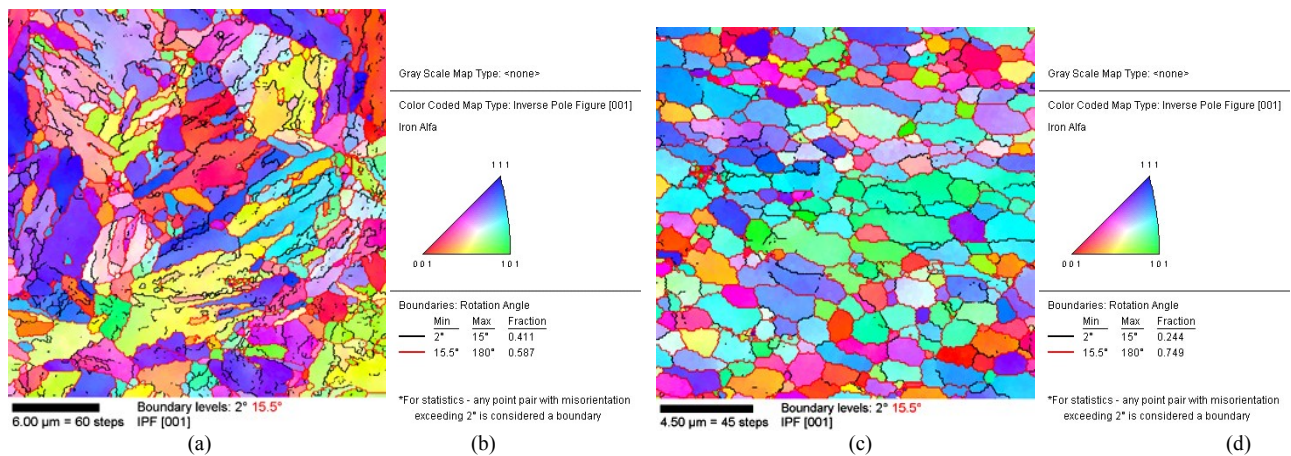
Após o condicionamento microestrutural a microestrutura de partida, apresentada em 2a, mostrou-se composta por bainita e precipitados finos de cementita, além de grãos formados durante o revenimento. Com o início da deformação, iniciou-se a formação de grãos recristalizados com contornos pouco definidos, como pode ser notado em 2b. Após  $\varepsilon = 3,0$ , os contornos de grão apresentam-se mais definidos e precipitados maiores, Figura 2c. Em 2d, prosseguindo com o aumento de deformação, os precipitados confirmam a tendência de coalescimento e os grãos com tamanho médio próximo a  $1\mu\text{m}$  possuem contornos bem definidos. Com o

incremento da deformação no aço Cosar ocorreu um aumento gradativo na quantidade de contornos de alto

ângulo. Após  $\epsilon = 3,0$ , a quantidade de contornos de alto ângulo mostrou-se estável.



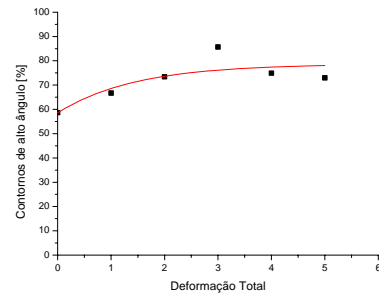
**Figura 2.** Fotomicrografias de MEV – aço Cosar deformado com  $\dot{\epsilon} = 0,1 s^{-1}$ , a  $685^{\circ}C$ , após revenimento – (a) sem deformação, (b)  $\epsilon = 1,0$ , (c)  $\epsilon = 3,0$  e (d)  $\epsilon = 5,0$ .



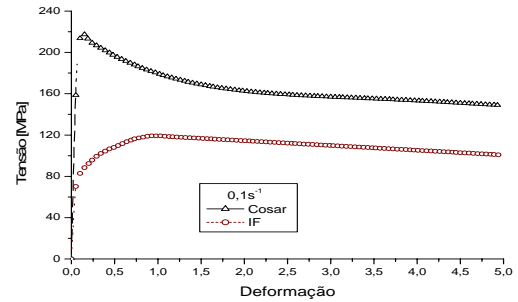
**Figura 3.** Mapas de EBSD: (a) e (c) mapas de orientação em contraste de Euler; (b) e (d) mapas de código de cores e fração de contornos de baixo e alto ângulo – aço Cosar: (a) e (b)  $\epsilon = 0,0$ ; (c) e (d)  $\epsilon = 4,0$ .

A Figura 3 mostra resultados obtidos através de EBSD, onde em 3a pode ser observada a microestrutura de partida, sem deformação, com mais de 40% de contornos de baixo ângulo. Em 3c,  $\epsilon = 4,0$ , nota-se uma microestrutura com grande quantidade de contornos de alto ângulo (~75%).

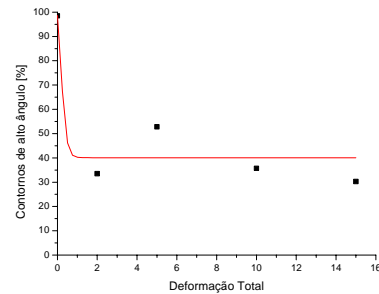
A Figura 4a evidencia a evolução da proporção de alto ângulo com a quantidade de deformação, onde é observado o patamar próximo a 75%, após  $\epsilon = 3,0$ . Os ensaios do aço IF, que tem microestrutura isenta de precipitados, tiveram a finalidade de comprovar o estado metaestável gerado durante a etapa de condicionamento microestrutural do aço Cosar. A Figura 4b mostra as curvas obtidas com os dois aços. A curva IF não apresenta pico de tensões e, assim, não havendo queda de tensão após o máximo, sugerindo que não ocorre recristalização dinâmica descontínua no aço IF. A Figura 4c apresenta a evolução da proporção de contornos de alto ângulo com a deformação, ambos resultados foram obtidos através de EBSD. Estes resultados mostram que a geração de contornos de alto ângulo é influenciada pela presença de partículas de cementita. Diferentemente do aço Cosar, a microestrutura do IF apresentou uma redução na quantidade de alto ângulo com o aumento de deformação. A Figura 5 mostra imagens obtidas a partir dos ensaios interrompidos em amostras do aço IF.



(a)

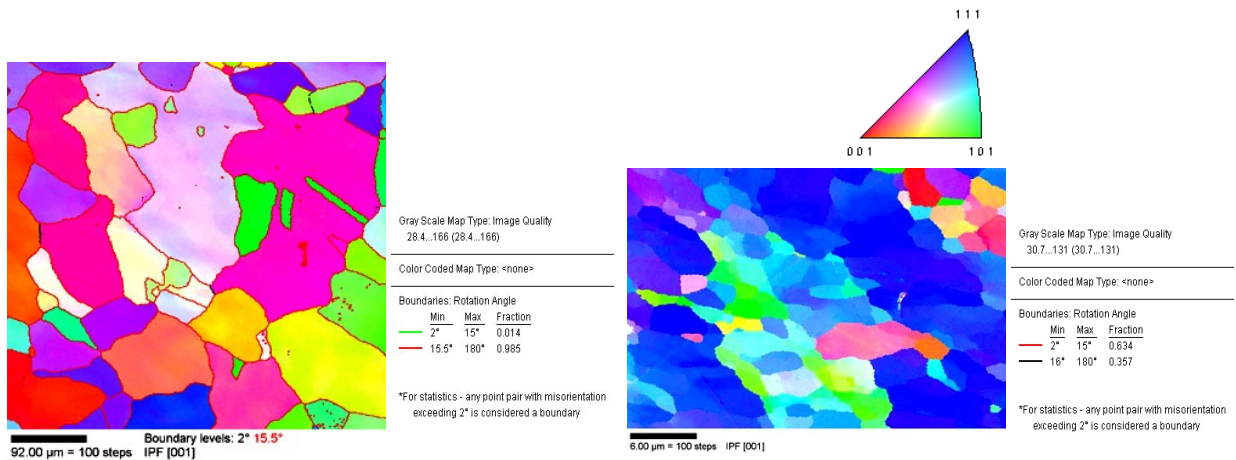


(b)



(c)

**Figura 4.** Ângulo de desorientação (%) versus quantidade de deformação ( $\dot{\epsilon} = 0,1s^{-1}$ ): (a) Cosar e (c) IF; (b) Curvas de escoamento plástico dos aços Cosar e IF.



**Figura 5.** Mapas de EBSD: (a) e (b) mapas de orientação em contraste de Euler - fração de contornos de baixo e alto ângulo; (c) mapa de código de cores e – aço IF, (a) sem deformação; (b)  $\epsilon = 10,0$ .

## CONCLUSÕES

- ❖ A precipitação de  $F_{e3}C$  e a recristalização dinâmica da ferrita são responsáveis pela formação de contornos de alto ângulo, bem como pelo intenso refino de grão durante a deformação a morno;
- ❖ As partículas de cementita interferiram no processo de rotação dos subgrãos e inibiram o crescimento dos grãos formados;
- ❖ A quantidade de contornos de alto ângulo (~40%) gerada durante a deformação da microestrutura isenta de precipitados (IF), evidenciou a importância das partículas de cementita e da fina microestrutura de partida do aço Cosar, o qual apresentou mais de 70% de contornos de alto ângulo após  $\epsilon = 2$ .

## REFERÊNCIAS

- [1] Oliveira M.A.F., Jorge Jr.A.M., Balancin O. (2004) "Influence of strain-induced nucleation on the kinetics of phase transformation in a forging steel during warm working" *Scripta Mat.* 50:1157-1162.
- [2] Krauss G., (1990) *Principles of Heat Treatment of Steel*, Ohio, ASM International, pp.110-115.
- [3] Manohar P.A., Chandra T., Kilmore C.R. (1996) "Continuous cooling transformation behaviour of microalloyed steels containing Ti, Nb, Mn and Mo" *ISIJ Int.* 36:1486-1493.
- [4] Niikura M. et al. (2001) "New concepts for ultra refinement of grain size in super metal project" *J. Materials Processing Technology* 117:341-346.
- [5] Shin D.H., Kim Y.-S., Lavernia J. (2001) "Formation of fine cementite precipitates by static annealing of equal-channel angular pressed low-carbon steels" *Acta Mater.* 48:2387-2393.
- [6] Shin D.H., Park K.-T., Kim Y.-S. (2001) "Microstructural stability of ultrafine grained low-carbon steel containing vanadium fabricated by intense plastic straining" *Metall. and Mat. Transactions* 32A:2373-2381.

- [7] Hao X.J. et al. (2001) "Deformation and dissolution of spheroidal cementite in eutectoid steel by heavy cold rolling" *Materials Science and Technology* 17:1347-1352.
- [8] Huang Y.D. et al. (2003) "Formation of ultrafine grained ferrite in low carbon steel by heavy deformation in ferrite or dual phase region" *J. Materials Processing Technology* 134:19-25.
- [9] Silva Neto O.V., Balancin O. (2004) "Deformação a morno no campo subcrítico e refino de grão de um aço 0,16C" *Proceed. CONAMET/SAM'04*.
- [10] Silva Neto O.V., Balancin O. (2005) "Ultrafine ferrite obtainment in a low carbon steel at sub-critical temperature through hot torsion deformation and tempering" *Proceed. 8<sup>th</sup> CIASEM*.