

COMPARAÇÃO ENTRE MICROSCOPIA ÓTICA E MEV PARA A DETERMINAÇÃO DO GRAU DE ESFEROIDIZAÇÃO E DA DESCARBONETAÇÃO EM AÇOS ALTO CARBONO ESFEROIDIZADOS¹

Pedro Carlos Hernandez Júnior,²
Luís Frederico Pinheiro Dick⁵

Resumo

O objetivo deste trabalho foi identificar a ocorrência de decarbonetação e o grau de esferoidização de produtos laminados esferoidizados com o uso de microscopia ótica comparada com microscopia eletrônica de varredura. Foi estudado o aço AISI 1095 nos estados laminado e esferoidizado em duas bitolas (6,35 e 23 mm). A identificação da decarbonetação por microscopia ótica foi realizada por métodos padrão empregados na indústria envolvendo a identificação de zonas decarbonetadas superficiais pela ocorrência de grãos ferríticos e, no caso específico da condição esferoidizada, pela presença também de perlita não esferoidizada. Para as análises por MEV, na condição laminada ou esferoidizada, as barras foram niqueladas sem remoção de carepa e depois cortadas, embutidas em seção transversal, polidas e atacadas com Nital 2% por 10 segundos. Por MEV é possível determinar a ocorrência de decarbonetação em profundidades inferiores a 10 microns. Por outro lado, com o uso de métodos estereológicos de análise de imagens é possível quantificar, pela fração volumétrica de carbonetos, perfis de decarbonetação ponto a ponto com resolução espacial inferior a 1 micron na profundidade. Portanto, a metodologia desenvolvida permite maior resolução e quantificação mais precisa da ocorrência de decarbonetação comparada à microscopia ótica tradicional, sendo o mesmo aplicável ao grau de esferoidização.

Palavras-chave: Aço SAE 1095; Esferoidização; Decarbonetação; Laminação.

COMPARISON OF OPTICAL MICROSCOPY AND SEM DETERMINING THE ANNEALING LEVEL AND DECARBURIZATION IN HIGH CARBON ANNEALED STEELS

Abstract

The aim of this work was to determine the occurrence of decarburization and the spheroidization degree in hot rolled products by comparing optical and scanning electron microscopy. The AISI 1095 steel was studied in hot rolled and annealed conditions of two rod diameters (6.35 and 23 mm). The decarburization degree was verified using industrial default methods, which are based on the identification of superficial decarburized zones by the occurrence of ferritic grains and, in the annealed condition, also by the presence of lamellar, non spheroidized pearlite. For the SEM analysis the bars were previously nickel-plated preserving the original hot-rolling scale on the bar surface, from which cross sections were then cut, polished and etched with Nital 2% for 10 seconds. Using SEM it is possible to determine the occurrence of decarburization in depths lower than 10 μm . In the other hand, using stereological methods of image analysis, it is possible to quantify decarburization profiles by carbide volumetric fraction with a spatial resolution in depth lower than 1 μm . Therefore, the developed methodology permits higher resolution and more precise quantification of decarburization occurrence comparing with traditional optical microscopy. This analysis could also be applied to the spheroidization degree.

Key words: SAE 1095 Steel, spheroidization, decarburization, SEM

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Prof. MSc. CEFET-RS, Doutorando do PPGEM - UFRGS

³ Prof. Dr. – Depto. Metalurgia e Centro de Microscopia Eletrônica-UFRGS

1 INTRODUÇÃO

Para melhorar a conformabilidade de alguns tipos de aços são realizados tratamentos térmicos específicos para a obtenção de estruturas com estas características. O tratamento térmico de esferoidização é largamente utilizado em aços alto carbono com a finalidade de produzir uma estrutura de carbonetos globulares em uma matriz ferrítica. Esta estrutura proporciona a diminuição da dureza, o aumento da ductilidade e a melhoria da usinabilidade.

Os principais ciclos de tratamento térmico utilizados para a obtenção desta estrutura são: manutenção prolongada em temperaturas logo abaixo da temperatura eutetóide (linha A_1 do diagrama Fe-C), aquecimento e resfriamento alternado entre temperaturas acima e abaixo de A_1 , aquecimento a temperaturas acima de A_1 seguido de resfriamento lento no forno ou manutenção da temperatura logo abaixo de A_1 e posterior resfriamento lento.⁽¹⁾

Nos aços hipereutetóides ocorre a formação de cementita alotriomorfa em contornos de grão (cementita pró-eutetóide, equiaxial em contorno de grão). Os relatos da literatura não são unânimes sobre a relação entre a diminuição da velocidade de esferoidização com a presença da cementita alotriomorfa⁽²⁾. Porém, a presença desta estrutura promoverá a heterogeneidade na estrutura esferoidizada, com pequenas partículas globulares originadas da cementita eutetóide e partículas globulares maiores, da cementita pró-eutetóide. Outro fator importante para a esferoidização é a espessura de carbonetos lamelares, sendo conhecido que menores espessuras e, conseqüentemente, menores espaçamentos interlamelares são mais favoráveis para o processo de esferoidização.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a caracterização de formação de carbonetos e também de descarbonetação normalmente é utilizada a microscopia ótica. A melhor contrastação de carbonetos para posterior análise de imagens por microscopia ótica foi obtida com a utilização de reagente picral 4% por cerca de 1,5 min. O mesmo não se verifica para as análises por microscopia eletrônica de varredura, para as quais curto ataque (10s) com reagente nital 2% é efetivo para as análises quantitativas.

Para o desenvolvimento deste trabalho foram utilizadas amostras de aço SAE 1095 com a composição química expressa na Tabela 1.

Tabela 1. Composição Química das Amostras de Aço SAE 1095

Amostra	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Ni	%Mo	%Cu
1	0,98	0,21	0,39	0,02	0,01	0,06	0,06	0,02	0,09
2	0,99	0,20	0,41	0,02	0,01	0,08	0,07	0,01	0,09

As amostras foram preparadas para a análise metalográfica seguindo o seguinte procedimento: limpeza com água destilada e álcool, seguido de niquelamento eletroquímico. Após, foram realizados os cortes de 3 seções circulares com disco abrasivo e na seqüência o embutimento em resina epóxi. Seguiu-se a esta etapa o lixamento até a lixa com grana 2000 # e o polimento com pasta diamantada de 3 μ m e de 1 μ m e o ataque químico com nital 2% e/ou picral 4%. O microscópio ótico utilizado foi o *Olympus BX51* e o microscópio eletrônico de varredura foi o *JEOL 6060*.

Para a realização das análises quantitativas foi utilizado software *ImageJ* versão 1.38x. A análise quantitativa foi realizada selecionando-se uma imagem de cada amostra esferoidizada. Estas imagens foram tratadas de forma a evidenciar os carbonetos presentes e eliminar itens que adicionariam erro às medidas. A seguir foi feita a medição da área ocupada por carbonetos. No núcleo, foi feita medida da área ocupada no tamanho da imagem. Na superfície, foi inicialmente cortada a parte não uniforme da mesma em uma distância que variava de 1 a 3 μm de distância da borda. E as medidas a partir da superfície foram feitas em distâncias de até 35 μm em direção ao núcleo da barra.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

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

A Figura 1 apresenta o núcleo de barra esferoidizada com a bitola mais fina de 6,35 mm, cuja fração de área ocupada por carbonetos é de 23,9 %. Observa-se nesta amostra a heterogeneidade entre os carbonetos localizados sobre os contornos de grão prévios e os carbonetos presentes no interior dos mesmos. Na Figura 2 está apresentada a mesma imagem após o tratamento realizado para a medição, com a retirada das informações da imagens e binarização da mesma.

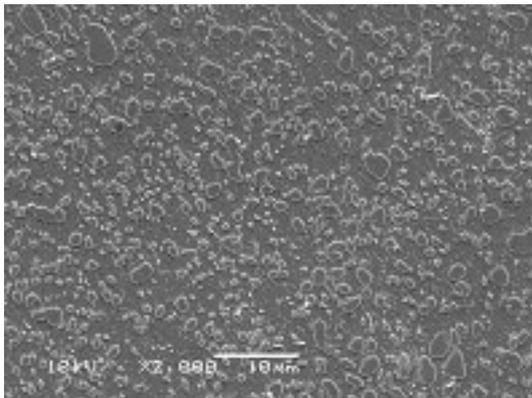


Figura 1 Fio-máquina de 6,35 mm, núcleo, 10 KV, magnificação 2.000X.

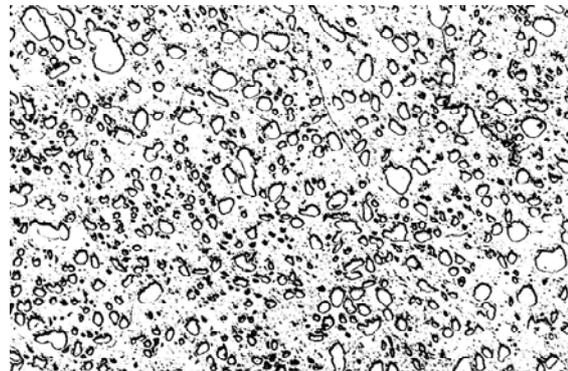


Figura 2 Fio-máquina de 6,35 mm, núcleo, 10 KV, magnificação 2.000X binarizada.

A Figura 3 apresenta a superfície do fio-máquina de 6,35 mm e a Figura 4, a mesma imagem após os ajustes para a medição do percentual de área ocupado por carbonetos.

A seguir, na Figura 5 é apresentada a seqüência de imagens tratadas a partir da superfície para estabelecer o perfil de concentração de carbonetos.

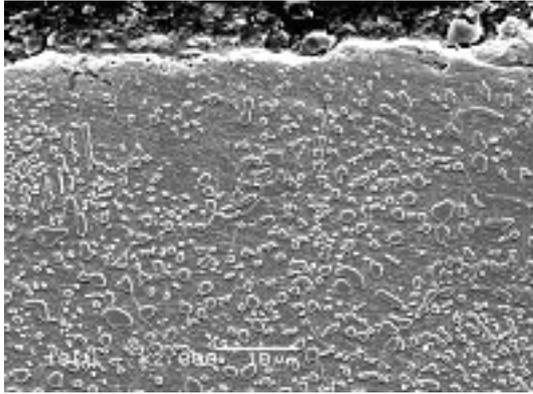


Figura 3 Superfície do fio-máquina de 6,35 mm, micrografia original.

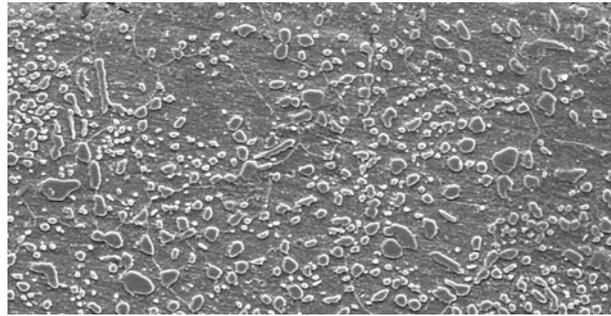


Figura 4 Como Figura 3, após ajustes para o tratamento da imagem.

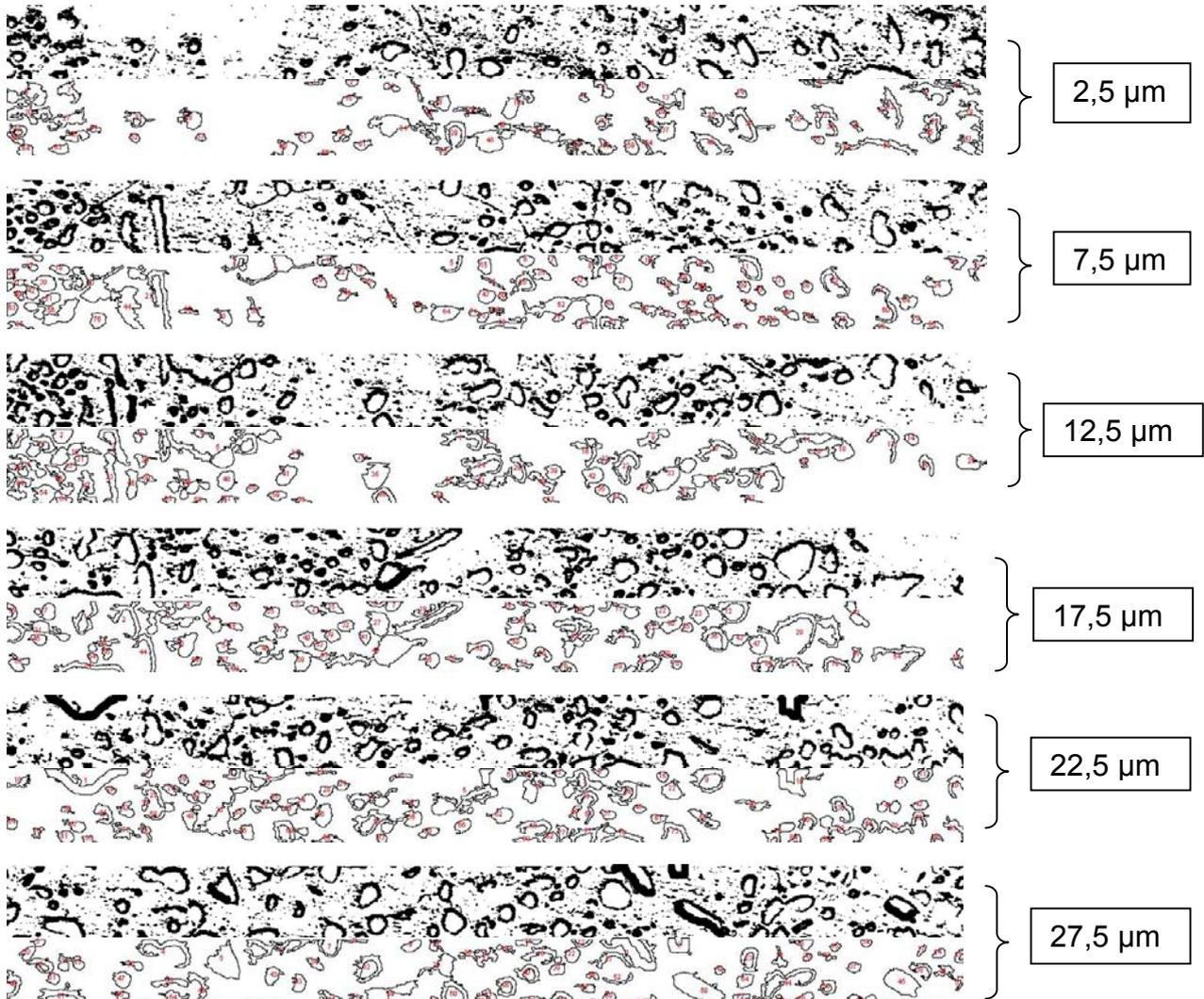


Figura 5 Tratamento de imagens do fio-máquina de 6,35 mm a partir da superfície.

Na Figura 6 está apresentado para as duas bitolas o perfil da porcentagem volumétrica de carbonetos para os primeiros 40 µm a partir da superfície, medida em cortes de 5 µm de espessura. Para cortes de 2 µm de espessura o erro nos valores de fração volumétrica obtidos foi excessivo. Calcula-se, a partir do diagrama de fases Fe-C e da densidade das fases envolvidas um valor teórico de 40,1% para a porcentagem volumétrica de Fe₃C. No entanto, o valor medido no núcleo da barra

de 23 mm foi de 38% e, na barra de 6,35 mm, de apenas 24% Fe₃C. Logo, apenas uma fração dos carbonetos globulares é detectada na barra de menor diâmetro, a qual tem estrutura perlítica original mais fina que resulta em glóbulos de Fe₃C de menor diâmetro. Mesmo assim, detecta-se o aumento da porcentagem volumétrica de Fe₃C na direção do núcleo das barras já em profundidades de poucos microns.

Como esperado, a descarbonetação superficial é maior para a barra de diâmetro maior (23 mm). Um resfriamento mais lento leva a uma estrutura perlítica mais grosseira, necessitando maior tempo-temperatura para sua completa esferoidização, acarretando uma maior perda superficial de C. No entanto, esta perda se restringiu a apenas 10 µm, o que dificilmente seria detectado pelos procedimentos usuais.

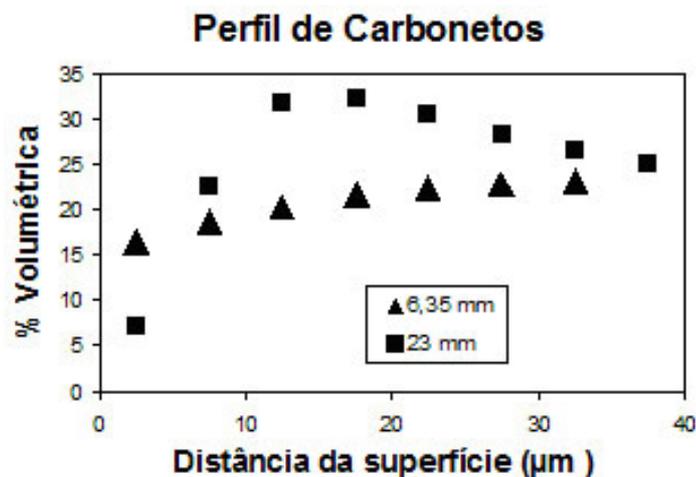


Figura 6 Perfil da porcentagem volumétrica de carbonetos a partir da superfície

4 CONCLUSÕES

O método desenvolvido, com a niquelação da superfície e análise de imagens de MEV mostra que é possível a quantificação da descarbonetação com resolução espacial de 5 µm na profundidade, minimizando as variações associadas aos métodos convencionais industriais por microscopia ótica.

Uma fração volumétrica semelhante à esperada foi encontrada para barras de 23 mm. No entanto, para uma estrutura mais fina, como a de um fio-máquina de 6,35 mm de diâmetro, a determinação exata da fração de carbonetos necessita de imagens com magnificação superior a 2000X.

A mesma metodologia pode ser utilizada também para a medição do grau de esferoidização.

REFERÊNCIAS

- 1 Metals Handbook, Vol. 4 Heat Treatment, Metals Park Ohio ASM, 1991.
- 2 Samuels, L. Optical Microscopy of Carbon Steels. Metals Park Ohio ASM, 1980