

ESTUDO DA MICROESTRUTURA DE UM AÇO EUTETÓIDE LAMINADO A QUENTE UTILIZANDO MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA*

Pedro Boson Gambogi¹
Thompson Júnior Ávila Reis²
Margareth Spangler Andrade³

Resumo

Aços com microestrutura completamente perlítica são utilizados para fabricação de componentes submetidos a condições severas de carregamento mecânico frequentemente combinado com atrito. Estes aços têm desempenho mecânico afetado principalmente pelo espaçamento interlamelar da perlita. O objetivo deste trabalho foi demonstrar os benefícios do uso da Microscopia de Força Atômica para determinar o espaçamento interlamelar da perlita de um aço eutetóide laminado a quente. Para tal, imagens da microestrutura de amostras retiradas na direção longitudinal e transversal à laminação foram obtidas e processadas com auxílio de um Microscópio de Força Atômica. Como resultado, destaca-se o fato da técnica utilizada ter se mostrado uma ferramenta versátil para caracterização quantitativa do espaçamento interlamelar da perlita. Foi observado espalhamento dos valores medidos do espaçamento interlamelar principalmente influenciado pelas condições de resfriamento do aço durante a transformação austenita-perlita.

Palavras-chave: Microscópio de força atômica; Aços eutetóide; Perlita; Espaçamento interlamelar.

STUDY OF THE MICROSTRUCTURE OF HOT ROLLING EUTECTOID STEEL USING ATOMIC FORCE MICROSCOPY

Abstract

Steels with fully pearlitic microstructure are used for the manufacture of components subjected to severe conditions of mechanical loading often combined with friction. These steels have mechanical performance mainly affected by the interlamellar spacing of pearlite. The aim of this study was to demonstrate the benefits of the use of the Atomic Force Microscopy to determine the interlamellar spacing of pearlite of hot rolling eutectoid steel. Images of the microstructure of samples from the longitudinal and transverse direction of rolling were obtained and processed with the aid of Atomic Force Microscope. As results, stands out the fact that the technique have shown to be a versatile tool for quantitative characterization of the interlamellar spacing of pearlite. It has been observed scattering of the measured values of the interlamellar spacing mainly influenced by the cooling conditions of the steel during austenite-pearlite transformation.

Keywords: Atomic force microscope; Eutectoid steels; Pearlite; Interlamellar spacing.

¹ Físico, UFMG, bolsista Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Engenheiro da Computação, MSc. Pesquisador em Tecnologia, Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

³ Física, Dr. Diretora e Pesquisadora em Tecnologia, Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços com concentração de carbono da ordem de 0,80% em peso são muito utilizados na manufatura de fios para estrutura de pneus, válvulas, trilhos ferroviários, entre outros [1]. Quando submetidos a resfriamento moderado, sua microestrutura será constituída unicamente de perlita. A perlita é composta de lamelas alternadas de ferrita e cementita, morfologia típica da transformação eutetóide que lhe dá origem. Colônias com diferentes orientações e espaçamentos caracterizam esta microestrutura, e a combinação da ferrita dúctil com a cementita dura conferem a estes aços alta resistência mecânica e ao desgaste, tornando-os adequados para a fabricação de componentes que serão submetidos a condições abrasivas severas e solicitações mecânicas intensas [2,3]. Este fato incentiva a realização de pesquisas que objetivam ampliar conhecimentos sobre as relações entre microestrutura e propriedades, princípios de deformação plástica e de fratura, visando o melhoramento de suas propriedades mecânicas [1].

Nos aços eutetóides, o espaçamento interlamelar da perlita é o parâmetro microestrutural que possui maior influência no seu comportamento mecânico. A perlita fina, isto é, com estreito espaçamento entre as lamelas de ferrita e cementita, é a microestrutura apropriada para que aços alto carbono apresentem elevada resistência mecânica, resistência à nucleação de trinca por fadiga e razoável ductilidade [4-6]. A Equação 1, proposta por Hyzak and Bernstein (1976), expressa a relação matemática entre a tensão limite de escoamento (σ_{le}) e os aspectos microestruturais espaçamento interlamelar da perlita (S), tamanho de grão prévio da austenita (d) e tamanho das colônias de perlita (P) [4].

$$\sigma_{le} = 2,18(S^{-1/2}) - 0,40(P^{-1/2}) - 2,88(d^{-1/2}) + 52,3 \quad (\text{Equação 1})$$

A diminuição do espaçamento interlamelar pode ser obtido por meio de tratamentos térmicos controlados de maneira tal que a transformação austenita-perlita ocorra entre 550 e 600 °C, como é feito na fabricação de trilhos ferroviários modernos [2, 7]. Além de tratamentos térmicos, a conformação mecânica a frio, por trefilação, permite obter espaçamentos interlamelares ainda menores, o que resulta em aços com resistência a tração da ordem de 4000 MPa após 97% de redução total da área da seção transversal [1, 8, 9].

As técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura são inadequadas para análises do espaçamento interlamelar da perlita quando esta é muito fina. Isso por não permitirem ampliação suficiente para a visualização adequada da microestrutura [2]. No caso do Microscópio Eletrônico de Transmissão, a maior dificuldade está na complexidade para preparação das amostras, que requer experiência na seleção de técnicas compatíveis com a configuração particular de operação do microscópio eletrônico, o que consome tempo e recursos financeiros e se tornou de uso limitado para propósitos rotineiros [8, 9].

Uma alternativa é o uso da Microscopia de Força Atômica. Com esta técnica é possível obter imagens com grandes ampliações, principalmente na direção normal à superfície da amostra, que permitem observação detalhada da microestrutura. Com o auxílio do *software* de processamento de imagens é possível realizar medições em escala micro e nanométricas e, por exemplo, analisar quantitativamente o espaçamento interlamelar de aços 100% perlíticos. A preparação das amostras para análise por meio desta técnica é outra vantagem por

ser considerada relativamente simples, similar a preparação para análise por microscopia ótica [8, 9].

O objetivo deste trabalho foi demonstrar o potencial da técnica de Microscopia de Força Atômica como ferramenta para caracterização quantitativa da microestrutura de aços perlíticos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho, foi utilizado um aço com microestrutura 100% perlítica, conforme está ilustrado na Figura 1. Este aço foi fornecido pela empresa Arcelor Mittal na forma de barra redonda com diâmetro de 9,5 mm laminada a quente. A composição química está detalhada na Tabela 1.

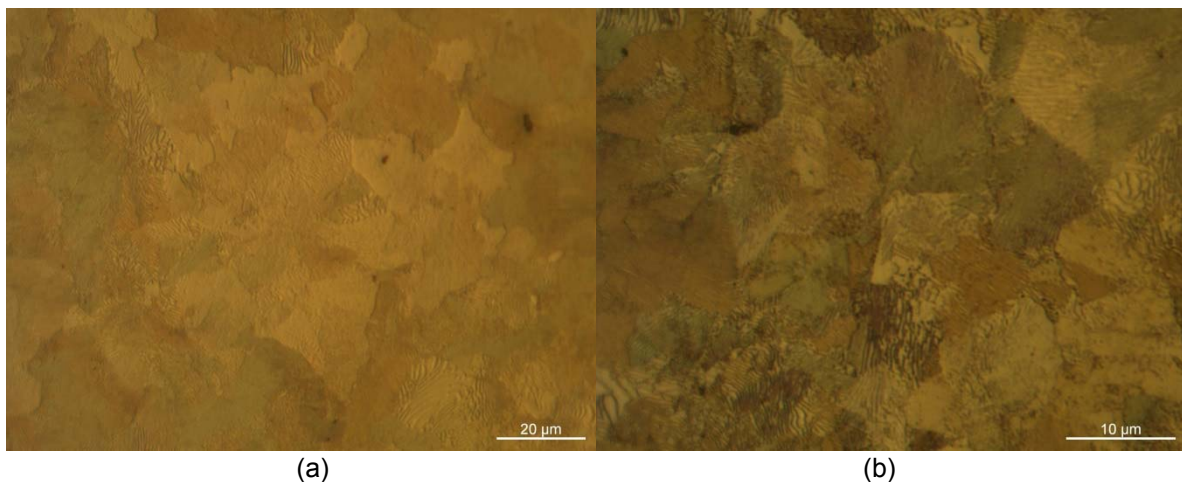


Figura 1. Imagens de microscopia ótica da microestrutura do aço estudado na seção transversal à laminação. Ataque Nital 5%. (a) 500X e (b) 1000X.

Tabela 1. Composição química do aço eutetóide investigado neste trabalho em peso percentual

C	Mn	Si	P	S	Cr
0,80	0,84	0,27	0,018	0,012	0,2

Para realização da análise quantitativa da perlita do aço estudado, amostras foram retiradas no sentido longitudinal e transversal à laminação. Após embutidas, estas amostras foram lixadas até a lixa de 1500 mesh, polidas com pasta de diamante de 3 µm e de 1 µm e então atacadas com reagente Nital 5% por aproximadamente 5 segundos.

O procedimento adotado para obtenção do espaçamento interlamelar do aço estudado nas direções longitudinal e transversal à laminação foi baseado na metodologia sugerida por Bueno et al. [8].

Inicialmente, imagens da microestrutura do aço foram obtidas por Microscopia de Força Atômica. O Microscópio de Força Atômica utilizado neste trabalho foi um Dimension 3100 da Digital Instruments, operando no modo contato-intermitente e a sonda utilizada foi uma sonda de silício com raio de curvatura nominal de 10 nm. Foram obtidas 25 imagens para cada amostra com área de 6 µm x 6 µm, capturadas de regiões aleatórias das amostras.

Posteriormente, utilizando o *software* de processamento de imagens do Microscópio de Força Atômica, selecionou para cada imagem, colônias de perlita com lamelas

aproximadamente perpendiculares ao plano da superfície da amostra e traçou-se uma linha teste que intercepta as lamelas da perlita em um ângulo de 90°. O *software* projeta um perfil topográfico ao longo da linha teste e permite o ajuste de pares de marcadores com distância entre eles automaticamente fornecida. Ou seja, para cada linha teste aplicada, o *software* fornece a distância entre n lamelas paralelas e, ao dividir esta distância pelo número de lamelas compreendidas entre os marcadores, obtém-se o espaçamento interlamelar naquele ponto da colônia. A Figura 2 ilustra a aplicação da linha teste para uma colônia em seção transversal, onde os marcadores delimitam o número de lamelas consideradas.

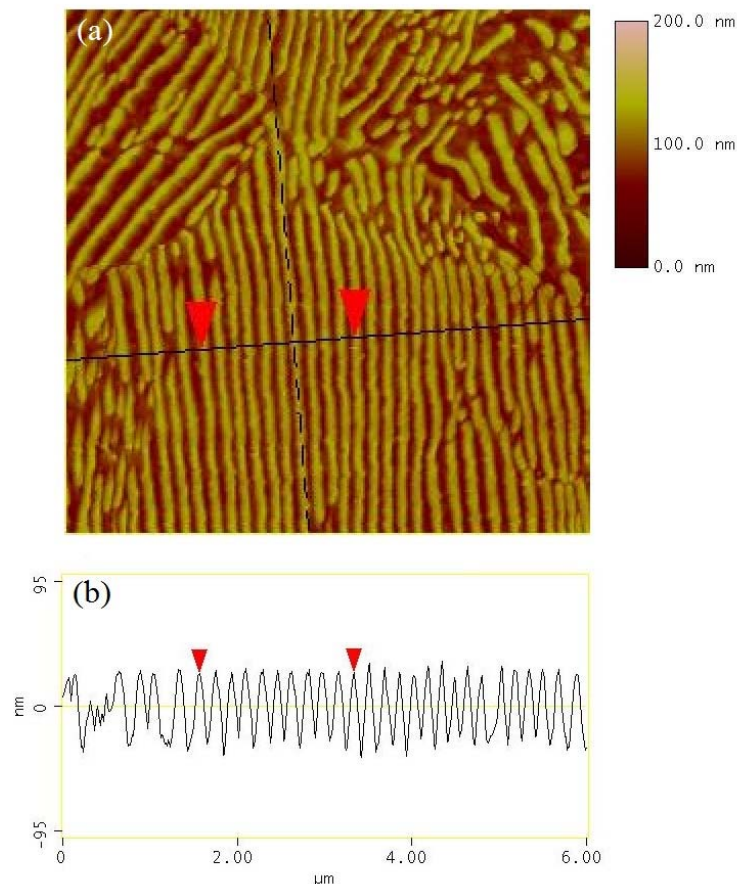


Figura 2. (a) Linha teste projetada perpendicularmente ao sentido longitudinal das lamelas de cementita. (b) Perfil topográfico sobre a linha teste. Os marcadores estão delimitando dez lamelas, com espaçamento médio de 217nm.

Este procedimento foi repetido 5 vezes em cada imagem, totalizando 125 medições por amostra/seção. O espaçamento interlamelar da perlita foi determinado pela média aritmética dos espaçamentos medidos. Também foi calculado o erro médio padrão com confiabilidade de 95%, conforme Equação 2.

$$\Delta Sp = (t/\sqrt{n}) \sigma Sp \quad (\text{Equação 2})$$

Onde, σSp é o desvio padrão, n é o número de medidas realizadas e t é o coeficiente de distribuição de Student correspondente a $n-1$ medidas. Com auxílio de *softwares* de processamento de dados, a distribuição do valor do espaçamento interlamelar também foi avaliada.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 ilustra imagens tridimensionais obtidas no Microscópio de Força Atômica da microestrutura do aço estudado nas direções longitudinal e transversal à laminação. O efeito do reagente Nital empregado para revelar a microestrutura do aço é a dissolução mais acentuada da fase ferrita. Logo, os picos em tons mais claros das imagens ilustradas na Figura 3 se referem à fase cementita e os vales em tons mais escuros são a fase ferrita.

O Microscópio de Força Atômica permite grandes ampliações, principalmente na direção normal à superfície da amostra. Esta característica lhe atribui vantagens como ferramenta de análise microestrutural. No caso do estudo de microestruturas perlíticas, o Microscópio de Força Atômica permite observações com grande definição de detalhes.

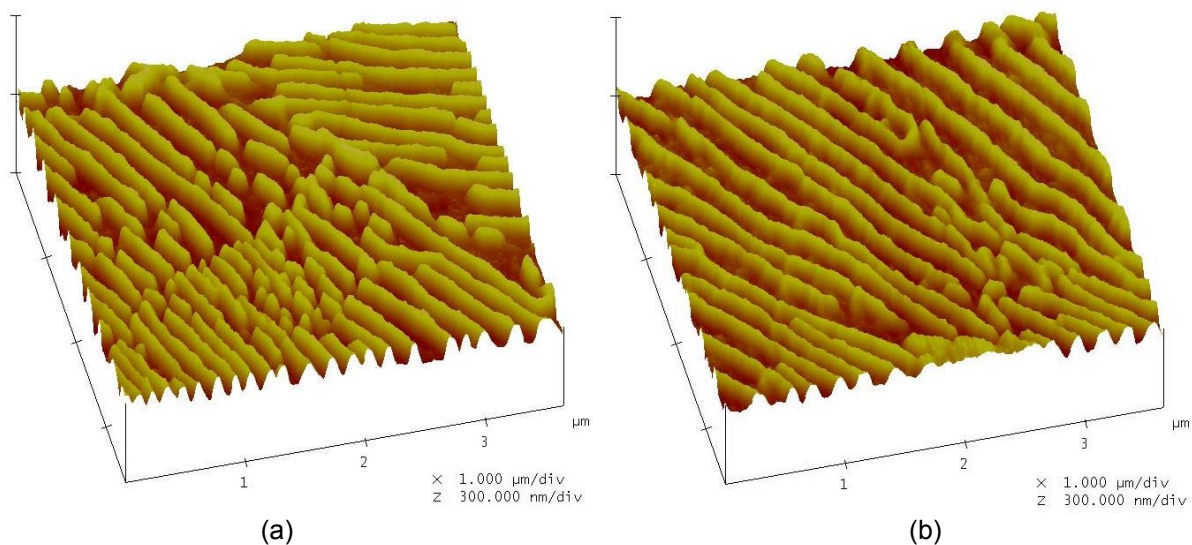


Figura 3. Imagens tridimensionais da microestrutura da perlita do aço estudado obtidas por microscopia de força atômica. Ataque Nital 5%. (a) Seção transversal e (b) seção longitudinal.

Não se observou diferenças significativas quanto ao espaçamento interlamelar da perlita ao se comparar as imagens da seção transversal com as imagens da seção longitudinal. Este fato já era esperado uma vez que o aço estudado foi laminado a quente, ou seja, em temperatura elevada suficiente para que a fase austenita permanecesse estável. Após o término da laminação, o aço foi resfriado e a fase austenita se transformou em perlita, gerando colônias com as mais diversas orientações, mas com espaçamento similar uma vez que os mecanismos difusionais que conduzem à transformação podem ser considerados independentes da direção de laminação.

Os valores obtidos para espaçamento interlamelar da perlita nas direções longitudinal e transversal à laminação estão expressos na Tabela 2.

Tabela 2. Espaçamento interlamelar do aço estudado nas direções longitudinal e transversal à laminação

Direção de laminação	Espaçamento interlamelar (nm)	Erro médio padrão (nm)
Transversal	219	±9,25
Longitudinal	211,2	±8,33

Conforme pode ser observado na Tabela 2, o espaçamento interlamelar da perlita é praticamente o mesmo tanto na direção longitudinal como na direção transversal à laminação. A diferença entre os valores encontrados para o espaçamento interlamelar nas duas direções é menor do que o erro médio padrão calculado para ambas. Fato que permite afirmar que se trata de valores idênticos.

Os valores encontrados tanto para o espaçamento interlamelar quanto para o erro médio padrão estão de acordo com os observados por Lima [9] que avaliou o efeito da deformação plástica por trefilação na microestrutura perlítica de aços eutetóides. No trabalho de Lima [9], os valores encontrados para o espaçamento interlamelar da perlita e para o erro médio padrão foram de 176 nm e 5,7 nm, respectivamente, em um aço eutetóide que sofreu 0,45 de deformação. Os valores mais baixos observados por Lima [9] se referem ao fato do aço que ela estudou ter sofrido deformação plástica. Vários autores têm pesquisado como a deformação plástica altera a microestrutura de aços eutetóides orientando as colônias na direção de deformação e reduzindo o espaçamento interlamelar da perlita [1, 7-8].

A Figura 4-a ilustra graficamente a distribuição da frequência e a Figura 4-b ilustra graficamente a distribuição de frequência acumulada dos espaçamentos interlamelares medidos nas direções longitudinal e transversal à laminação.

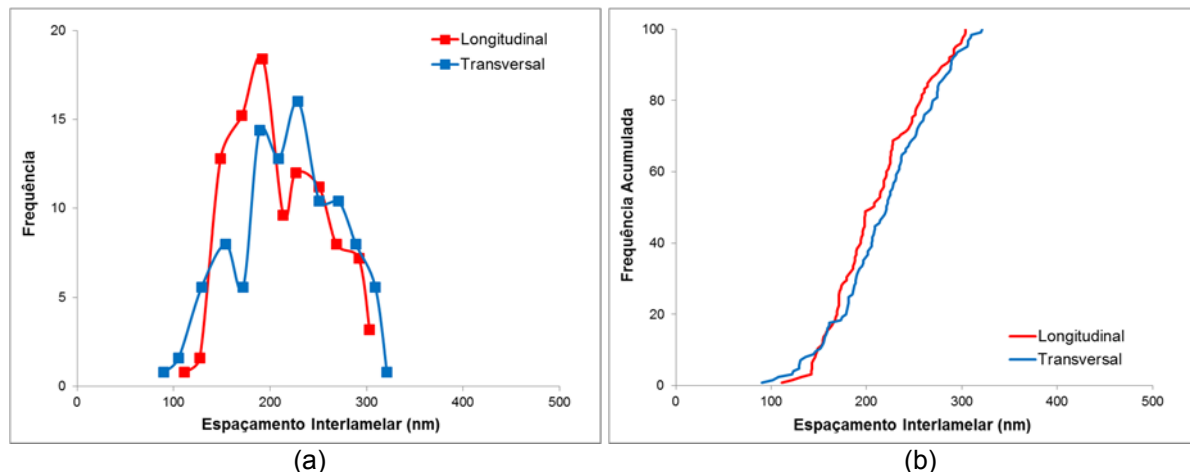


Figura 4. (a) Distribuição de frequência e (b) distribuição de frequência acumulada dos espaçamentos interlamelares medidos nas direções longitudinal e transversal à laminação.

Conforme pode ser observado na Figura 4-a, praticamente todos os valores medidos estão entre 150 e 300 nm. Esta distribuição pode estar relacionada com dois eventos distintos. O primeiro deles se refere às condições em que a austenita se transforma em perlita. Se for considerada transformação em resfriamento contínuo, como provavelmente ocorreu com o aço estudado, pode-se afirmar que esta inicia em temperaturas mais elevadas, com maior atividade difusional, gerando espaçamento interlamelar mais grosseiro. No final da transformação, já em temperaturas mais baixas, a atividade difusional é menor e o resultado é uma perlita mais fina. Dependendo da taxa de resfriamento e da energia dissipada durante a transformação. O acondicionamento do aço logo após a laminação, ou seja, a forma de bobinamento e estoque, também podem influenciar no resfriamento e, conseqüentemente, na microestrutura final do aço [10].

A segunda condição que podem influenciar em menor grau a distribuição dos valores encontrados para o espaçamento interlamelar da perlita se refere à inclinação das suas lamelas em relação à superfície da amostra. O ideal é medir somente o espaçamento interlamelar das colônias com lamelas perfeitamente

perpendiculares à superfície. No entanto, pequenas variações na inclinação das lamelas em relação à superfície da amostra não podem ser detectadas apesar da elevada resolução do Microscópio de Força Atômica na direção perpendicular à superfície. Este fato ocorre devido à geometria da sonda. Assim, mesmo escolhendo as colônias de perlita que aparentam ter suas lamelas perpendiculares à superfície, pequenas imprecisões podem estar embutidas no valor medido devido à variação de inclinação desta. Fato que não desqualifica as medições uma vez que não existe um valor único para o espaçamento interlamelar da perlita.

A observação da distribuição da frequência acumulada do espaçamento interlamelar medido para ambas as amostras ilustrada na Figura 4-b permite confirmar que os valores medidos para o espaçamento interlamelar estão distribuídos de maneira relativamente homogênea entre 150 e 300 nm uma vez que não se observa mudanças abruptas nas curvas ilustradas na Figura 4-b.

O uso do Microscópio de Força Atômica para análise quantitativa da microestrutura perlítica do aço estudado permitiu obter de forma rápida, sem necessidade de preparação especial da amostra e com boa precisão valores do seu espaçamento interlamelar, parâmetro metalúrgico que possui grande influência no comportamento mecânico de aços eutetóides. Portanto, a técnica é bastante relevante para estudos das relações microestrutura *versus* propriedades destes aços.

4 CONCLUSÃO

- A Microscopia de Força Atômica combinada com seus recursos de processamento de imagens mostraram-se como ferramentas versáteis para estudos analíticos e quantitativos de microestruturas perlíticas.
- Os valores encontrados para o espaçamento interlamelar da perlita nas direções longitudinal e transversal são aproximadamente iguais e estão de acordo com os valores encontrados na literatura.
- A distribuição das medidas do espaçamento interlamelar da perlita nas direções longitudinal e transversal pode estar relacionada principalmente com as condições de resfriamento do aço durante a transformação austenita-perlita.
- A inclinação das lamelas da perlita em relação à superfície da amostra pode influenciar em menor grau na distribuição das medições do espaçamento interlamelar.

Agradecimentos

Os autores agradecem à ArcelorMittal Brasil pelo fornecimento de amostras do aço estudado. MSA agradece ao CNPq.

REFERÊNCIAS

- 1 Gershteyn G, Nürnberger F, Cianciosi F, Shevchenko N, Schaper M, Bach Fr-W. A Study of Structure Evolution in Pearlitic Steel Wire at Increasing Plastic Deformation. *Steel Research International*. 2011; 82(12): 1368-1375.
- 2 Krauss G. High-Carbon Steels: Fully Pearlitic Microstructures and Applications. In: Krauss G. *Steels: Processing, Structure, and Performance*. Ohio: ASM International – Materials Park, 2005; 281-296.
- 3 Guo N, Liu Q. Back-Scattered Electron Imaging Combined with EBSD Technique for Characterization of Pearlitic Steels. *Journal of Microscopy*. 2012; 246(3): 221-228.

- 4 Hyzak JM, Bernstrein IM. The Role of Microstructure on the Strength and Toughness of Fully Pearlitic Steels. Metallurgical Transactions A. 1976; 7(A): 1217-1224.
- 5 Gray GT, Thompson AW, Williams JC. Influence of Microstructure on Fatigue Crack Initiation in Fully Pearlitic Steels. Metallurgical Transactions A. 1985; 16(A): 753-760.
- 6 Gray GT, Williams JC, Thompson AW. Roughness-Induced Crack Closure: An Explanation for Microstructurally Sensitive Fatigue Crack Growth. Metallurgical Transactions A. 1983; 14(A): 421-433.
- 7 Tomota Y, Watanabe O, Kanie A, Moriai A, Minakawa N, Moriai Y. Effect of Carbon Concentration on Tensile Behaviour of Pearlitic Steels. Materials Science and Technology. 2003; 19: 1715-1722.
- 8 Buono VTL, Gonzalez BM, Lima TM, Andrade MS. Measurement of Fine Pearlite Interlamellar Spacing by Atomic Force Microscopy. Journal of Materials Science. 1997; 32: 1005-1008.
- 9 Lima TM. Estudo do Comportamento da Perlita na Trefilação de um Aço de Alto Teor de Carbono por Microscopia de Força Atômica. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, UFMG, 1999.
- 10 Talarico ML, Oliveira NJL. Determinação de Temperaturas de Transformação de Fases com Aplicação de Deformações. In: Anais do 55º Congresso Anual da ABM – Internacional. Rio de Janeiro-RJ, 24 a 28 de julho de 2000: 765-774.