

# ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DO PROCESSO DE RESFRIAMENTO CONTROLADO NAS PROPRIEDADES DO FIO MÁQUINA 10B06\*

Taciana Rezende Pereira<sup>1</sup>  
Miguel Justino Ribeiro Barboza<sup>2</sup>  
Rafael Lopes<sup>3</sup>

## Resumo

O aço 10B06 é utilizado na produção de fio máquina para trefilação. Por ser produzido em aciaria elétrica, o teor de nitrogênio desse aço tende a ser elevado, o que pode causar o fenômeno de envelhecimento, resultando em aumento de resistência e queda de ductilidade. Os dois principais fatores que influenciam na microestrutura e propriedades mecânicas do material são a composição química e o processo produtivo. A análise metalográfica realizada com Nital revelou microestrutura composta de 88% de ferrita e 12% de perlita, enquanto o reagente Le Pera identificou ilhas de martensita e/ou austenita retida (MA). Através das análises de raio x foi possível identificar a presença das fases  $\alpha$  e cementita e manganês em solução sólida. A análise fractográfica mostrou que o modo de fratura observado no material foi dúctil, entretanto pequenas regiões de ruptura frágil também foram identificadas. Com o objetivo de melhorar as características de trefilabilidade do material, sugere-se a redução do teor de nitrogênio e consequente queda do boro adicionado, e/ou aumento da temperatura inicial de resfriamento do material, dificultando o enriquecimento da austenita em carbono e a consequente formação do microconstituente MA.

**Palavras-chave:** Fio Máquina; Aço baixo carbono; Laminação a quente; Martensita.

## ANALYSIS OF THE INFLUENCE OF THE PARAMETERS OF THE CONTROLLED COOLING PROCESS IN THE 10B06 WIRE ROD PROPERTIES

### Abstract

10B06 steel grade is used to the production of wire rod for drawing. Because it is produced in Electric Arc Furnace, the nitrogen content of the steel tends to be higher which can cause strain aging, resulting in an increase of the strength and ductility loss. The two main factors influencing the microstructure and mechanical properties of the material are the chemical composition and the productive process. A metallographic analysis using Nital etchant showed a microstructure composed of 88% ferrite and 12% perlite, while Le Pera etchant identified martensite and/or retained austenite (MA). Through the x-ray analysis it was possible to identify the presence of the phase  $\alpha$  and cementite and manganese in solid solution. The fractographic analysis showed that the mode of fracture observed in the material was ductile, however small regions with fragile rupture were also identified. In order to improve the tensile characteristics of the material, it is suggested to reduce nitrogen content and consequent drop the boron addition, and/or increase the initial cooling temperature of the material, making it difficult the carbon enrichment of the austenite and the consequent formation of the microconstituent MA.

**Keywords:** Wire Rod; Low Carbon Steel; Hot Rolling; Martensite.

<sup>1</sup> Engenheira Metalurgista UFMG, Mestranda em Engenharia de Materiais EEL USP, Engenheira de Produto, Votorantim Siderurgia, Resende, Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro Mecânico UNESP, Mestre em Engenharia Mecânica UNESP, Doutor em Engenharia Aeronáutica e Mecânica ITA, Professor, USP EEL, Lorena, São Paulo.

<sup>3</sup> Engenheiro Metalurgista UFF, Mestrando em Engenharia Metalúrgica UFF, Engenheiro de Processo, Votorantim Siderurgia, Resende, Rio de Janeiro, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

O fio máquina possui diversas aplicações, entre elas pregos, parafusos, molas e arames em geral. Todos esses subprodutos são obtidos pelo processo de trefilação, no qual o fio máquina é deformado a frio em diversos passes até obter-se o diâmetro final desejado. Para obtenção de melhor performance na trefilação algumas características são importantes na produção do fio máquina, como baixo teor de elementos residuais e isenção de defeitos superficiais.

Nesse sentido, o nível de nitrogênio presente no material é um fator importante para qualidade do fio máquina. O nitrogênio é um elemento prejudicial à trefilabilidade do fio máquina, pois quando encontra-se em estado livre no aço funciona como uma barreira ao movimento de discordâncias, o que aumenta a resistência do aço e reduz sua conformabilidade. Uma forma de minimizar esse efeito é adicionar elementos de elevada afinidade com o nitrogênio, o que pode ser feito pela adição de boro.

A adição de boro diminui os efeitos do envelhecimento pela formação dos nitretos de boro. Os nitretos capturam boa quantidade do nitrogênio livre na matriz e se alocam no contorno dos grãos reduzindo o encruamento e promovendo maior conformabilidade.

Os dois principais fatores que influenciam na microestrutura e propriedades mecânicas do material são a composição química e o processo produtivo. Por esse motivo foi analisada a etapa de resfriamento durante a laminação a quente do fio máquina, através de uma análise termográfica, com o objetivo de correlacionar os dados obtidos e a composição química, com a caracterização microestrutural.

O STELMOR<sup>®</sup>, é o processo de resfriamento controlado mais popular para produção de fio máquina devido a sua elevada produtividade e obtenção de propriedades mecânicas homogêneas ao longo da extensão da bobina (Yu Wan-Hua et al, 2009).

Segundo Kazeminezhad (2003), o STELMOR<sup>®</sup> possui as seguintes vantagens:

- Elimina a necessidade de tratamento térmico antes da trefilação;
- Em alguns casos fornece melhor qualidade ao fio máquina do que a obtida em tratamentos térmicos off-line;
- É mais econômico;
- Reduz problemas de poluição causados por tratamentos de superfície.

Kazeminezhad (2003) também citou os principais parâmetros que influenciam nas propriedades mecânicas finais do fio máquina:

- Temperatura de reaquecimento do tarugo (tamanho do grão austenítico);
- Taxa de deformação;
- Temperatura de laminação;
- Velocidade de resfriamento após o término da laminação a quente.

Dessa forma, o presente trabalho tem como objetivo correlacionar as temperaturas do material durante o resfriamento forçado no STELMOR com a estrutura final obtida no fio máquina 10B06.

Esse estudo será feito através de uma análise termográfica durante a produção do fio máquina 10B06 e a posterior análise metalográfica, ensaio de dureza, ensaio de tração e análise fractográfica.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho foi utilizado fio máquina (FM) 10B06 5,50mm, com composição química mostrada na Tabela 1, produzido na Votorantim Siderurgia, unidade de Resende - RJ. O fio máquina é fabricado pelo processo de laminação a quente e fornecido em bobinas de aproximadamente 2t.

**Tabela 1 – Composição Química especificada para o aço 10B06.**

	C	P	S	Mn	B	N
<b>Especificado</b>	<b>Máx. 0,08</b>	<b>Máx. 0,03</b>	<b>Máx. 0,04</b>	<b>0,30 - 0,45</b>	<b>0,0060 - 0,0090</b>	<b>Máx. 0,0090</b>

Foi realizada análise termográfica que consiste na medição da temperatura do fio máquina durante o processo de laminação a partir do ponto em que se inicia o resfriamento forçado. Foi realizada a medição da temperatura do fio máquina 10B06 em 16 pontos do STELMOR®, iniciando-se na formação das espiras e finalizando no bobinamento.

Com o objetivo de caracterizar as microestruturas presentes no material, foram utilizados dois ataques diferentes: Nital e Le Pera. Foram realizadas análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para confirmação e detalhamento das microestruturas identificadas nas análises de microscopia óptica. Na sequência foram realizadas medições de nanodureza e análise fractográfica para complementar as análises de metalografia.

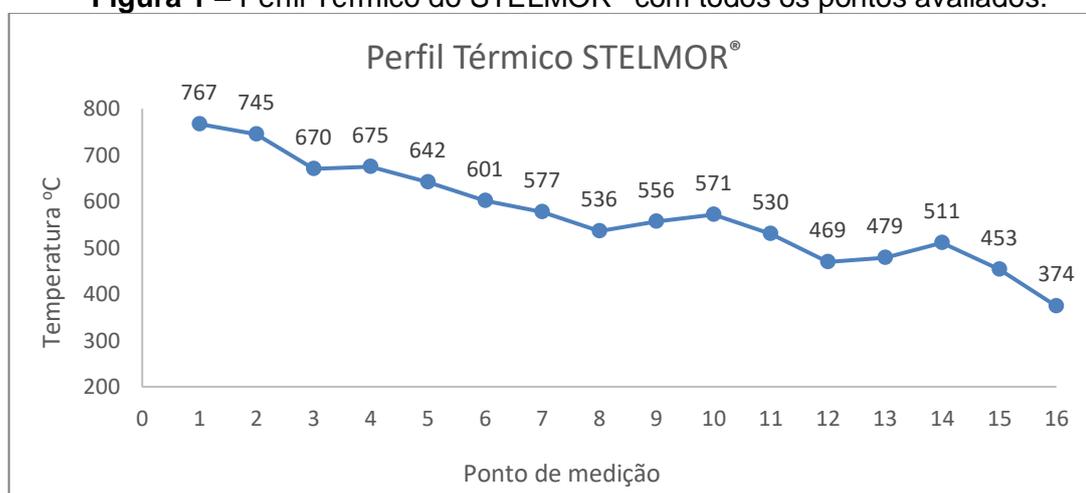
## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Termografia

A análise termográfica foi realizada com o objetivo de correlacionar as temperaturas do material durante o processo de resfriamento forçado com a microestrutura e propriedades mecânicas encontradas no fio máquina.

A Figura 1 mostra graficamente todos os pontos medidos ao longo do STELMOR®, no qual é possível observar uma queda de 393°C entre os pontos 1 (767°C) e 16 (374°C), em função do resfriamento sofrido pelo material.

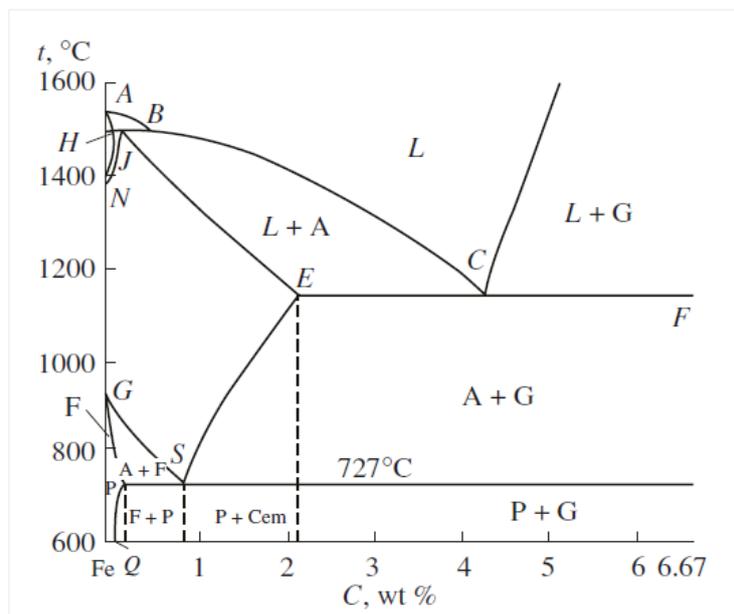
**Figura 1 – Perfil Térmico do STELMOR® com todos os pontos avaliados.**



Considerando os dados de temperatura encontrados na termografia, foi realizada uma análise, com base na literatura, para avaliar a influência do processo produtivo do fio máquina com a microestrutura e propriedades mecânicas encontradas no material.

Segundo Andrews<sup>1</sup> (1965 apud ELISEI, 2008, p. 98) as temperaturas Ac3 ou Ae3 representam a temperatura mínima de austenização ou limite superior de um intervalo crítico. As temperaturas Ac1 ou Ae1, representam o início do intervalo de transformação ou a temperatura eutetóide.

**Figura 2** – Diagrama Ferro-6,67% Carbono: A, austenita; F, ferrita; P, perlita.



Fonte: (USTINOVSHCHIKOV, 2007.)

A Figura 2 representa a temperatura Ac3 pela linha GS, onde pode-se observar que quanto maior o teor de carbono, menor a temperatura Ac3. Já a temperatura Ac1 é representada pela linha de 727°C.

**Tabela 2** – Composição química real do aço 10B06 com os elementos utilizados para cálculo de Ac1 e Ac3.

C	P	Cu	Ni	Cr	Mn	Si	Mo	Al
0,07	0,018	0,26	0,08	0,10	0,37	0,07	0,026	0,005

Aplicando-se as fórmulas de Andrews<sup>1</sup> (1965 apud ELISEI, 2008, p. 98-99) para Ac1, Ac3 e Ms para composição química do aço 10B06 representada na Tabela 2, obtêm-se:

$$Ac1 = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W \quad (1)$$

$$Ac1 = 723 - 10,7(0,37) - 16,9(0,08) + 29,1(0,07) + 16,9(0,10)$$

<sup>1</sup> ANDREWS, K. W. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. *Journal of the Iron and Steel Institute*, p. 721-727, 1995.

$Ac1 = 721,4^{\circ}C$ .

$$Ac3 = 910 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W - (+ 30Mn + 11Cr + 20Cu - 700P - 400Al - 120As - 400Ti) \quad (2)$$

$$Ac3 = 910 - 203\sqrt{0,07} - 15,2 (0,08) + 44,7 (0,07) + 31,5 (0,026) - 30 (0,37) - 11 (0,10) - 20 (0,26) + 700 (0,018) + 400 (0,005)$$

$Ac3 = 856,2^{\circ}C$ .

$$Ms (^{\circ}C) = 539 - 453C - 30,4Mn - 17,7Ni - 12,1Cr \quad (3)$$

$$Ms (^{\circ}C) = 539 - 423 (0,07) - 30,4 (0,37) - 17,7 (0,08) - 12,1 (0,10)$$

$Ms (^{\circ}C) = 493,4^{\circ}C$ .

O resfriamento forçado do fio máquina foi iniciado a temperatura de  $767^{\circ}C$ , que encontra-se dentro do intervalo intercrítico, isto é, entre  $Ac1$  ( $721,4^{\circ}C$ ) e  $Ac3$  ( $856,2^{\circ}C$ ). Nessa região estão presentes duas fases, ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ).

A ferrita possui estrutura CCC, dessa forma dissolve pouco carbono e, por esse motivo, não se transformará após o resfriamento. Entretanto, a austenita é rica em carbono e deverá ser o constituinte responsável pela transformação em bainita (ferrita + cementita), austenita retida e martensita (ELISEI, 2008).

Dessa forma, o resfriamento forçado a partir da temperatura intercrítica  $767^{\circ}C$  temperatura pode levar à formação de microconstituintes frágeis.

Para reduzir a probabilidade de formação desse microconstituinte frágil, é recomendado que a temperatura inicial de resfriamento durante o processo do fio máquina 10B06 seja superior à  $Ac3$ , isto é, fique acima de  $856,2^{\circ}C$ .

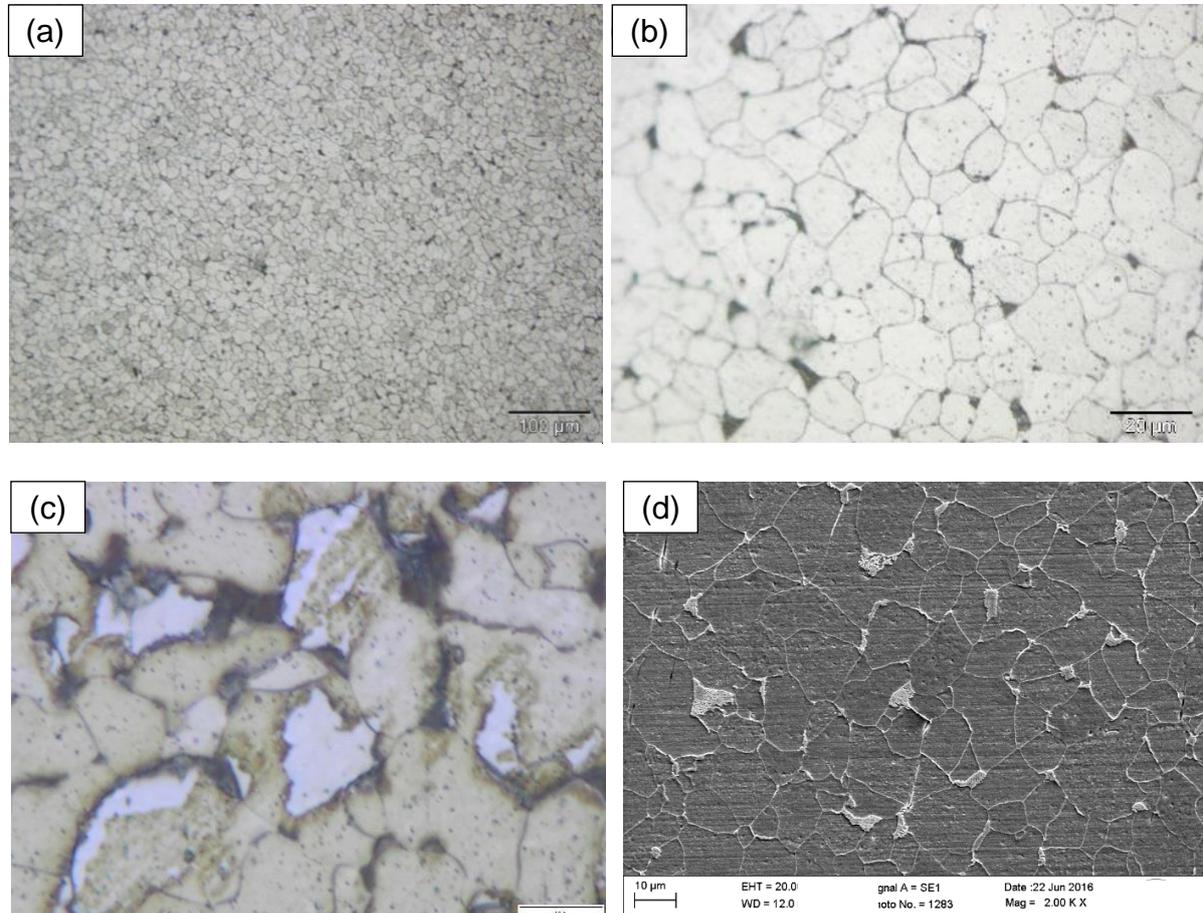
### 3.2 Análise Metalográfica

Na análise metalográfica realizada com o reagente Nital (Figuras 4.a e 4.b) foi observada a presença de grãos equiaxiais com presença de ferrita e perlita na proporção 88/12%, aproximadamente.

Também foram obtidas imagens da microestrutura do fio máquina com ataque Nital + Le Pera (Figura 4.c), com o objetivo de observar a presença das microestruturas não identificadas somente com o reagente Nital.

Conforme descrito por Elisei (2008), o reagente Le Pera colore de marrom escuro a bainita, de branco a palha a martensita e/ou austenita retida (MA) e de tons de verde a azul, ou ainda marrom claro, a ferrita (F). Dessa forma, a Figura 4.c mostra a presença de ferrita, perlita e MA, microconstituinte não identificado com ataque Nital.

**Figura 4** - Microestrutura do fio máquina 10B06 a) com ataque Nital observada no MO com ampliação de 200X, b) ataque Nital observada no MO com ampliação de 1000X, c) ataque Nital + Le Pera observada no MO com ampliação original de 2000X e d) ataque Nital observada no MEV com ampliação de 2000X.

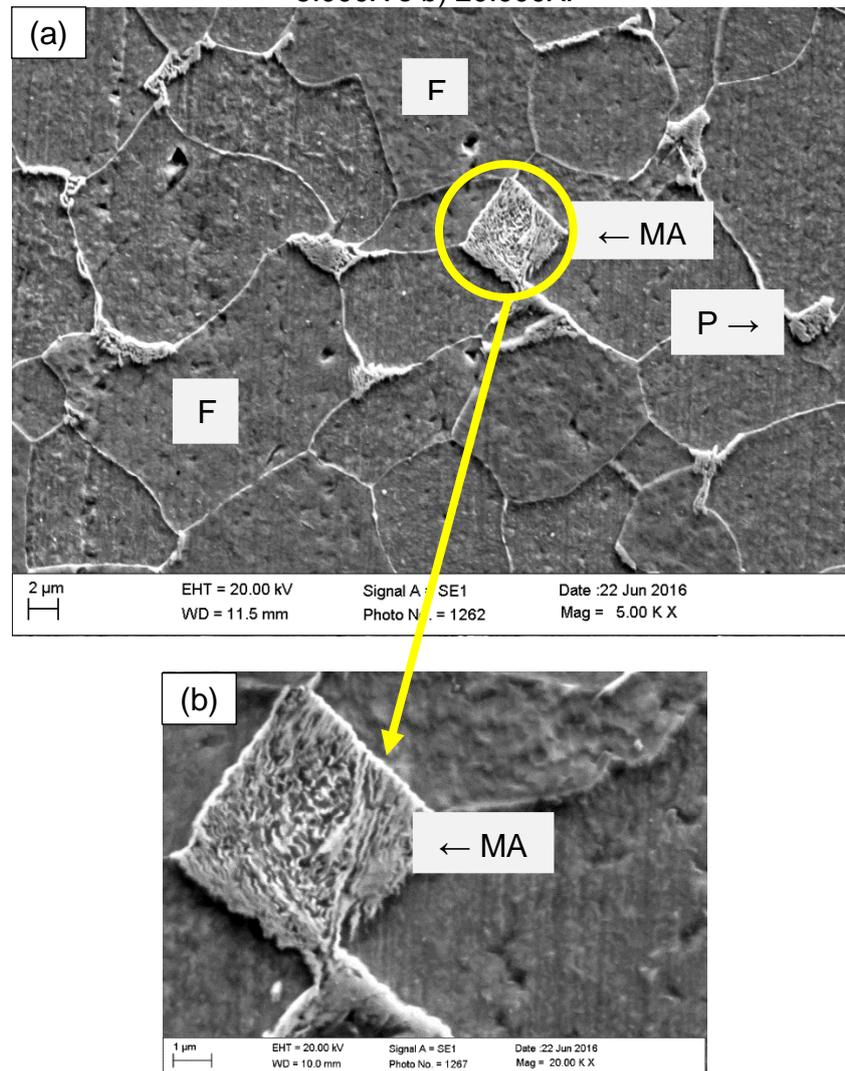


Conforme evidenciado por Jacques (1998) em um aço baixo carbono com estrutura multifásica, o tratamento a uma temperatura intercrítica mais baixa é preferencial, pois favorece um maior enriquecimento de carbono na austenita, o que, conseqüentemente, reduz a temperatura de formação da martensita. Fazendo uma comparação desse caso com o aço 10B06 utilizado nesse trabalho, pode-se concluir que quanto mais próximo de  $Ac_1$  (721,4°C) for a temperatura do material antes do resfriamento forçado (temperatura no formador de espiras = 767°C), mais baixa será  $M_s$ , a temperatura de formação da martensita.

Dessa forma, apesar da  $M_s$  encontrada para o aço 10B06 ser de 493,4°C, valor acima do verificado no material ao final do STELMOR® (374°C), a  $M_s$  pode ser mais baixa nos pontos de austenita com carbono mais elevado. Como pode ser observado na Equação 3, o carbono possui grande influência na redução da temperatura  $M_s$ . Convertendo para valores práticos, a cada 0,01% de enriquecimento de carbono, há uma redução de 4,5°C na  $M_s$ .

Nas análises realizadas no MEV com ampliações de 5.000 e 20.000X, (Figura 6) foi possível observar a presença de ferrita, perlita e constituinte MA, confirmando os resultados obtidos com microscópio óptico utilizando os reagentes Nital e Le Pera.

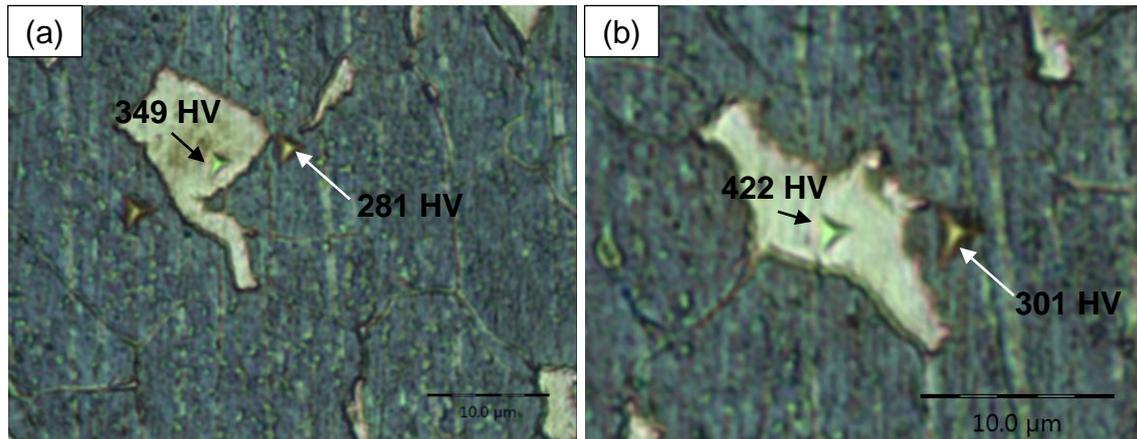
**Figura 5** – Microestrutura do Fio Máquina 10B06 observada no MEV com ampliação de a) 5.000X e b) 20.000X.



### 3.3 Nanodureza

As análises de nanodureza foram realizadas em atacadas com o reagente Le Pera. Para realização das medições foram selecionados pontos específicos na região branca e azul, conforme identificado na Figura 6, com o objetivo de confirmar a presença do microconstituente MA, por meio comparativo com dureza da ferrita. A Tabela 3 mostra os resultados das medições realizadas.

**Figura 61** - Indentações representativas realizadas na microestrutura do Fio Máquina com ataque Le Pera.



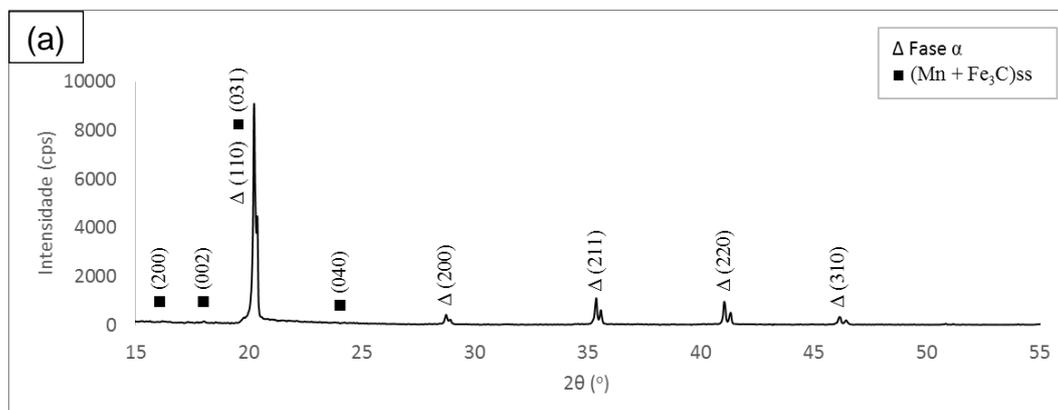
**Tabela 3** – Resultados de nanodureza encontrados na amostra de Fio Máquina 10B06.

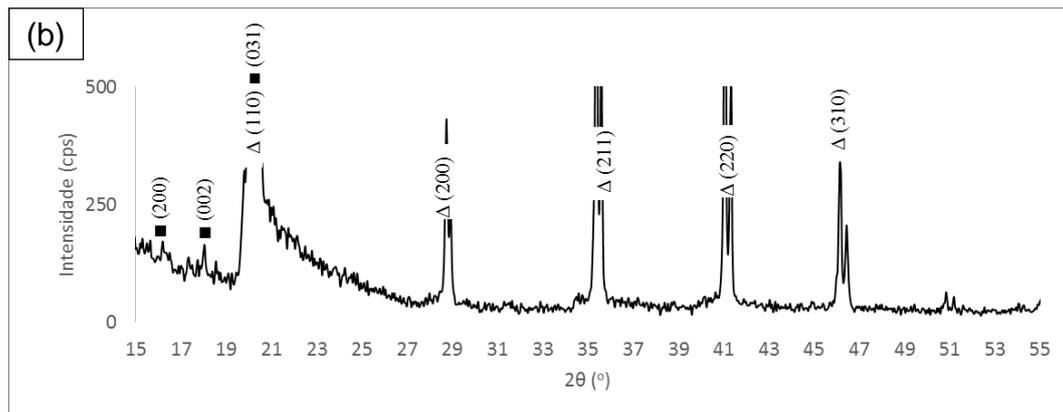
Dureza (HV)	
Região branca = Constituinte MA	Região azul = Ferrita
349	281
422	301
424	-
393	-
423	306

### 3.4 Difratometria de Raio X

Foi realizada a análise de difratometria de raios X com o objetivo de utilizar uma técnica complementar à metalografia e nanodureza na caracterização da microestrutura identificada no material.

**Figura 7** - Difratograma de raios X do Fio Máquina 10B06 com intensidade máxima no eixo Y de a) 10.000cps e b) 500cps.





Com base no difratograma obtido, representado na Figura 7, foram identificadas as fases  $\alpha$  e cementita com manganês em solução sólida do ferro. A Figura 7.b mostra o difratograma com intensidade máxima de 500cps, onde é possível observar com maior facilidade os picos de menor intensidade.

A fase  $\alpha$  representa a estrutura CCC (cúbica de corpo centrado), a qual, no presente trabalho é representada predominantemente pela ferrita. Corroborando com as análises microestruturais do aço 10B06, a fase  $\alpha$  também pode representar a martensita de estrutura CCC com pouco carbono na rede. Entretanto não é possível diferenciar essa microestrutura da ferrita no difratograma de raio x, pois as duas possuem a mesma estrutura cristalográfica.

A presença de austenita retida ( $\gamma$ ) não foi identificada nos difratogramas. Os métodos convencionais de quantificação de austenita retida em aço podem apresentar dificuldades para detectar e quantificar pequenas quantidades de austenita, e uma análise crítica dos métodos comumente utilizados, como microscopia, difração de raio x e medições de saturação magnética, ainda não foi realizada para esse tipo de material (FERREIRA; BORATTO; BUONO, 2015).

Pela análise dos difratogramas, também foi possível identificar a presença de manganês e cementita em solução sólida. Os raios atômicos do ferro e do manganês possuem valores próximos, dessa forma esses dois elementos podem formar soluções sólidas substitucionais. Além disso, o manganês possui alta afinidade com o carbono, sendo o único elemento com possibilidade de se combinar com a cementita em solução sólida, assim como identificado nas análises de difratometria de raio x realizadas nesse trabalho.

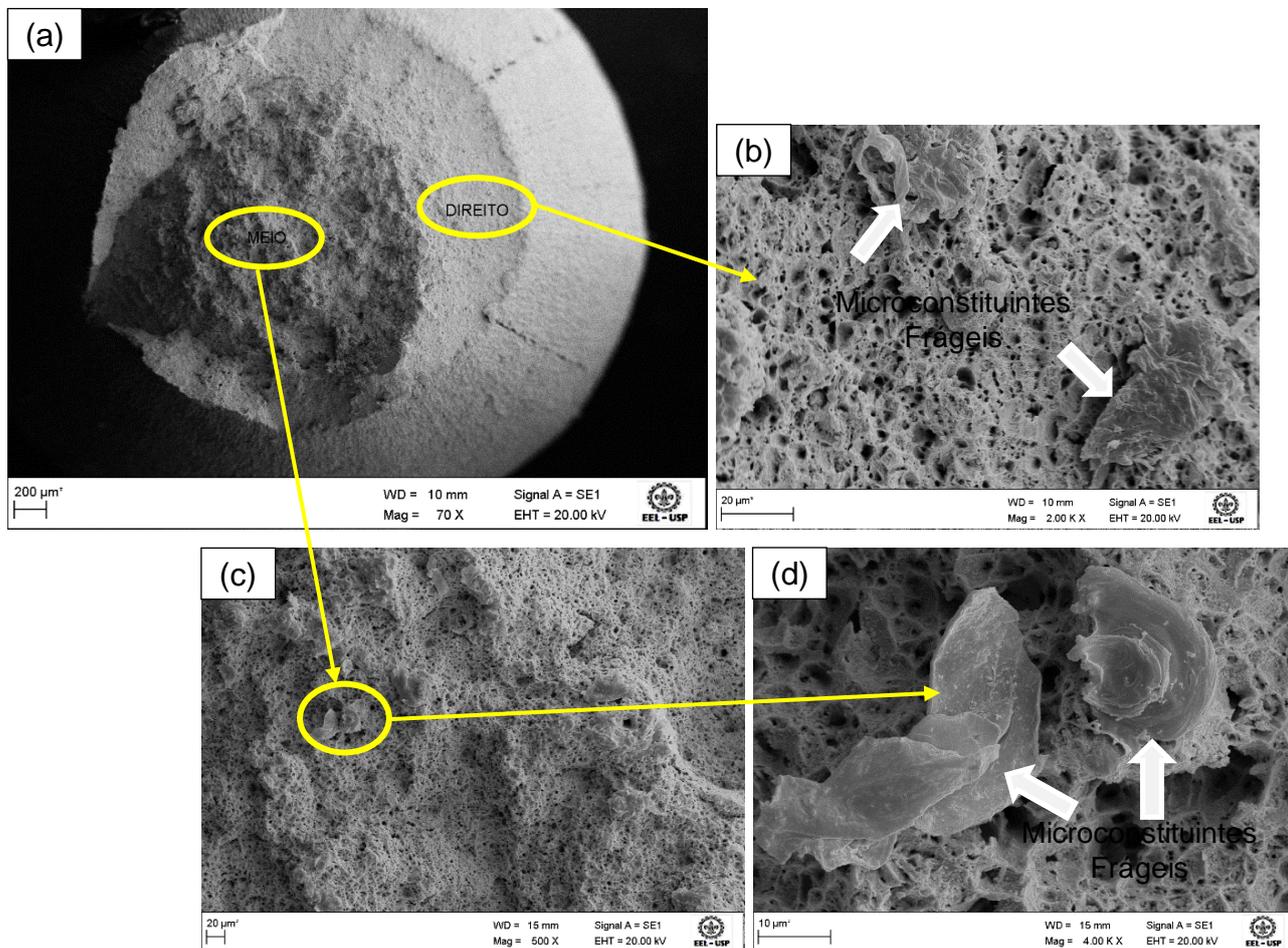
### 3.5 Análise Fractográfica

Com o objetivo de avaliar os principais micromecanismos de fratura das amostras submetidas à tração foram obtidas imagens em microscópio eletrônico de varredura, conforme pode ser visto na Figura 8.

O modo de fratura observado no material foi dúctil, identificado pela formação e coalescimento de diversos dimples equiaxiais com tamanhos variados.

A Figura 8.d mostra a presença de pequenas regiões que apresentaram mecanismos diferentes de fratura, com aspecto frágil. Apesar de pequenos, esses microconstituintes frágeis podem ser prejudiciais ao material quando conformado mecanicamente, pois são menos deformáveis e podem funcionar como sítios preferenciais para nucleação de trincas. Não foi possível caracterizar o microconstituinte frágil identificado pela técnica de EDS.

**Figura 8** – Fratura obtida no ensaio de tração do Fio Máquina 10B06 com ampliações de a) 70X, b) lado direito 500X e c) lado direito 2.000X.



#### 4 CONCLUSÃO

Na análise termográfica foi encontrada uma temperatura de 767°C no início do resfriamento do material, valor próximo de Ac1, limite inferior do intervalo intercrítico. Esse fato favorece o enriquecimento da austenita em carbono, facilitando a formação da martensita e/ou austenita retida.

Na análise metalográfica realizada utilizando-se o reagente Le Pera e Nital + Le Pera foi identificado o microconstituente martensita e/ou austenita retida (MA), representado pela coloração branca, não revelada somente com ataque Nital, o que foi confirmado pelas micrografias obtidas com MEV.

Através das análises de raio x foi possível a fase  $\alpha$ , que possui estrutura CCC e representa a ferrita, microestrutura presente em grande quantidade no material, mas também pode representar a martensita com baixo carbono na rede. Através dessa técnica não foi possível distinguir as duas fases, pois as duas possuem a mesma estrutura cristalográfica.

As medições de nanodureza confirmaram a presença do microconstituente MA pela diferença de dureza entre as regiões branca e azul.

A análise fractográfica mostrou que o modo de fratura observado no material foi dúctil, identificado pela formação e coalescimento de diversos dimples equiaxiais com tamanhos variados.

Através das análises realizadas conclui-se que os microconstituintes frágeis encontrados no material podem ter sido formados pela contribuição do boro no aumento da temperabilidade. Entretanto, a contribuição negativa dessa estrutura foi superada por outros dois efeitos do boro na melhora da trefilabilidade do material. O primeiro consiste na redução do efeito do envelhecimento pela precipitação de BN. O segundo ocorre pelo excesso de boro no contorno de grão da austenita que leva à precipitação de borocarbonetos  $Fe_{23}(C,B)_6$  no interior dos grãos, atuando como sítios preferenciais para ferrita, deixando os grãos mais deformáveis em função da ferrita macia formada.

Caso seja necessário aumentar ainda mais as características de trefilabilidade do fio máquina 10B06, algumas alterações podem ser feitas, como redução do teor de nitrogênio do material e conseqüente queda do boro adicionado, reduzindo possíveis efeitos colaterais de aumento de temperabilidade e/ou aumento da temperatura inicial de resfriamento do material, dificultando o enriquecimento da austenita em carbono e a conseqüente formação do microconstituente MA.

## REFERÊNCIAS

- 1 YU, W. H. et al. Development and application of online Stelmor Controlled Cooling System. **Applied Thermal Engineering**, v. 29, p. 2949–2953, 2009.
- 2 KAZEMINEZHAD, M.; TAHERI, A. K. The effect of controlled cooling after rolling on the mechanical properties of a commercial high carbon steel wire rod. **Materials and Design**, v. 24, p. 415–421, 2003.
- 3 ELISEI, C. C. A. **Caracterização mecânica e microestrutural de um aço de baixo carbono**. 2008. 186 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.
- 4 USTINOVSHCHIKOV, Yu. I. Equilibrium phase diagram Fe-6,67% C. **Metally**, n. 4, p. 100 – 103, 2007.
- 5 FERREIRA, H. C.; BORATTO, F. J. M.; BUONO, V. T. L. Determination of low levels of retained austenite in low-carbon high-manganese steel using X-ray diffraction. **Materials Science & Engineering A**, v. 628, p. 110 – 115, 2015.
- 6 JACQUES, P. et al., Enhancement of the mechanical properties of a low-carbon, low silicon steel by formation of a multiphase microstructure containing retained austenite. **Metallurgical and Materials Transaction**, v. 29A, p. 2383-2393, 1998.