

# DETERMINAÇÃO DO EFEITO DO CROMO NA CINÉTICA DE ENVELHECIMENTO APÓS DEFORMAÇÃO EM FIOS DE AÇO PERLÍTICO TREFILADOS

## Wagner Custódio de Oliveira

Universidade Federal de Minas Gerais, Rua Espírito Santo, 35/208, Centro, CEP 30160-030, Belo Horizonte-MG, Brasil, wagnercoliveira@yahoo.com.br

## Leandro Aparecido Marchi

Universidade Federal de Minas Gerais, Rua Espírito Santo, 35/208, Centro, CEP 30160-030, Belo Horizonte-MG, Brasil, lemarchi@uol.com.br

## Berenice Mendonça Gonzalez

Universidade Federal de Minas Gerais, Rua Espírito Santo, 35/208, Centro, CEP 30160-030, Belo Horizonte-MG, Brasil, gonzalez@demet.ufmg.br

**Resumo.** Foi estudada a influência da adição de cromo no envelhecimento após deformação em dois aços perlíticos stelmorizados e trefilados para uma redução de área de 86%, contendo um dos aços, 0,25% de cromo (percentagem em peso). Foram observados dois estágios de envelhecimento nos intervalos de tempo e temperatura de tratamento, considerados para cada aço. O mecanismo responsável pelo envelhecimento no primeiro estágio foi atribuído ao ancoramento de deslocamentos por átomos de nitrogênio e carbono em solução sólida na ferrita. O segundo estágio foi associado ao ancoramento de deslocamentos distribuídas em células nas interfaces ferrita/cementita. A diminuição no espaçamento interlamelar da perlita, decorrente da adição de cromo, intensificou os efeitos do envelhecimento nas propriedades mecânicas. Não foram observadas diferenças significativas nos valores da energia de ativação e no expoente do tempo para os dois aços na cinética relativa ao segundo estágio de envelhecimento. Estes resultados permitiram concluir que pelo menos para o teor investigado, 0,25%, o cromo não afetou a estabilidade da cementita.

**Palavras-Chave:** aços perlíticos, envelhecimento após deformação.

## 1. INTRODUÇÃO

Fios de aço de alto carbono são empregados em várias aplicações que requerem alta resistência mecânica. Nos aços perlíticos ( $\sim 0,8\%C$ ) 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 à 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. A ocorrência do envelhecimento após deformação na trefilação de aços perlíticos pode acarretar fraturas durante o processo ou induzir a ocorrência de delaminação (Van Raemdonck, 1994). Portanto, 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.

Assim, o envelhecimento após deformação em aços perlíticos trefilados tem sido objeto de vários estudos (Yamada, 1976, Kemp, 1990, Watté *et al.*, 1996, Delrue *et al.*, 1997, Languillaume *et al.*, 1997, Buono *et al.*, 1998, Gonzalez *et al.*, 1999, Su e Shemanski, 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. Para o primeiro estágio, vários trabalhos (Yamada, 1976, Yamada *et al.*, 1983, Kemp, 1987, Kemp *et al.*, 1990, Gonzalez *et al.*, 1989, Gonzalez *et al.*, 1990, Araújo *et al.*, 1993 e Buono, 1995) encontraram um valor para o expoente do tempo na equação de Harper, que descreve a cinética de envelhecimento, próximo à 1/3 e uma energia de ativação variando entre 74 e 82 kJ/mol. O segundo estágio é caracterizado por variações mais drásticas na resistência e ductilidade. Este processo envolve o ancoramento de deslocamentos na ferrita por átomos de carbono provenientes da decomposição da cementita durante a deformação plástica. O expoente do tempo para este segundo estágio apresenta valores entre 0,4 e 0,5 e a energia de ativação varia entre 113 e 128 kJ/mol que corresponde a energia de ativação para a 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 carbono-deslocação. O efeito de 1,0% em peso de Cr ou Mn na energia de interação C-deslocação na ferrita foi estudado por Gridnev *et al.* (1980), concluindo que estes elementos aumentam a energia de interação C-deslocação na ferrita, elevando-a para 1,85eV. Assim, o resultado da adição de Cr ou Mn deve ser a desestabilização da cementita, o que implicaria em um aumento na quantidade de cementita decomposta com a deformação. Entretanto, 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, não houve variação na energia de ativação no segundo estágio de envelhecimento, confirmando que o acréscimo de 0,4% de Mn não foi suficiente para desestabilizar a cementita. Resultados semelhantes foram obtidos por Buono (1995) que também não observou mudança na energia de ativação no 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%.

Este trabalho apresenta um estudo da influência da adição de cromo no envelhecimento após deformação, através da análise das variações nas propriedades mecânicas e da determinação dos parâmetros cinéticos, em dois aços perlíticos stelmorizados e trefilados para uma redução de área de 86%, contendo um deles 0,25% de cromo em sua composição química.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Aço perlítico (1080) e aço perlítico ligado ao cromo (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 Tab. (1).

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

Aço	C	Mn	Si	P	S	Cr	Al	N (ppm)
1080	0,85	0,49	0,20	0,009	0,009	-	0,002	36
1080CR	0,86	0,45	0,21	0,010	0,006	0,25	0,002	26

As microestruturas dos aços stelmorizados foram caracterizadas por imagens de microscopia de força atômica (MFA), em amostras convencionalmente preparadas e atacadas com nital a 2%. Os

valores do espaçamento interlamelar da perlita foram medidos nestas imagens conforme técnica descrita por Buono *et al* (1997).

Os fios de aço foram trefilados para o diâmetro de 2,04mm 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. À saída da fieira, os fios foram refrigerados por um jato de óleo solúvel. Após, o último passe de trefilação, as amostras foram cortadas com 150mm de comprimento para ensaios de tração na condição não envelhecida e envelhecida. Estas amostras foram rotuladas e acondicionadas em frascos contendo óleo de silicone e armazenadas em um freezer a cerca de -20°C.

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

Os ensaios de tração foram realizados na temperatura ambiente em uma máquina INSTRON modelo 5582. A deformação foi medida com um extensômetro longitudinal de 50mm de base de medida até uma deformação igual a 1%.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores determinados para o espaçamento interlamelar médio da perlita nos aços 1080 e 1080CR foram de  $192 \pm 3$ nm e  $157 \pm 4$ nm, respectivamente. Esta diferença de aproximadamente 20% menor no aço 1080CR em relação ao aço 1080 é atribuída ao cromo que eleva a temperatura de transformação eutetóide e promove o refinamento da estrutura.

Os valores das propriedades mecânicas dos fios máquina trefilados são apresentadas na Tab. (2), cujos valores correspondem à média de pelo menos três ensaios, com erro médio relativo inferior a 5%.

Tabela 2. Valores das propriedades mecânicas dos fios máquina trefilados

Amostra	$\sigma_R$ (MPa)	$\sigma_{e 0,2}$ (Mpa)	$\sigma_{e 0,1}$ (MPa)	$\sigma_{e 0,05}$ (MPa)	A (%)	Z (%)
1080	$1892 \pm 19$	$1586 \pm 59$	$1332 \pm 32$	$1118 \pm 33$	$2,9 \pm 0,6$	$62 \pm 3$
1080CR	$1981 \pm 33$	$1720 \pm 31$	$1351 \pm 24$	$1138 \pm 21$	$2,9 \pm 0,4$	$58 \pm 5$

Os efeitos do envelhecimento após deformação nas propriedades mecânicas dos aços foram avaliados a partir da variação do aumento percentual no limite de escoamento, P, com o tempo e a temperatura de envelhecimento. O parâmetro P foi definido como:

$$P = \frac{\sigma_t - \sigma_0}{\sigma_0} \times 100 \quad (1)$$

onde  $\sigma_t$  é o limite de escoamento a 0,1% de deformação dos materiais trefilados e envelhecidos em um tempo t e em uma temperatura T e  $\sigma_0$  é o limite de escoamento a 0,1% de deformação dos materiais trefilados e não envelhecidos.

A fração envelhecida, y, foi determinada como

$$y = \frac{P}{P_{(\infty)}} \quad (2)$$

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

A Figura (1) mostra as curvas de variação de  $P$  com o tempo de envelhecimento, obtidas para os aços 1080 e 1080CR.

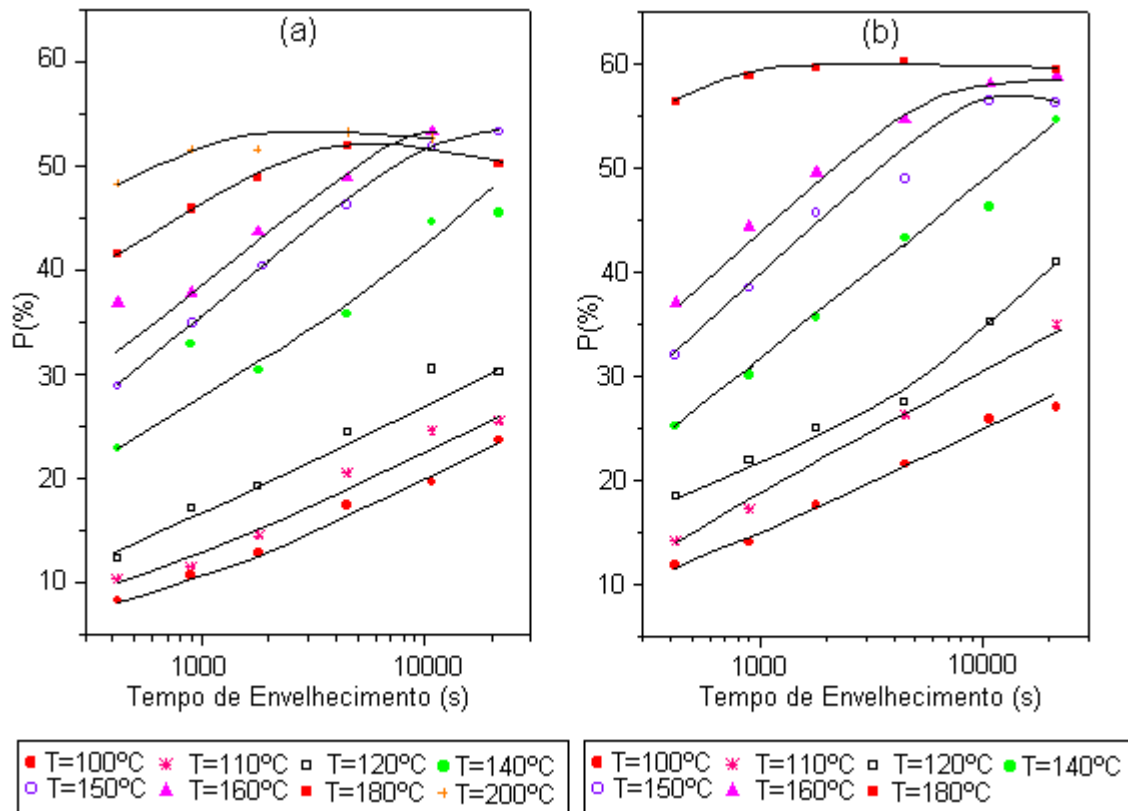


Figura 1. Variação em  $P$ , aumento percentual em  $\sigma_{0,1}$ , nos aços 1080 (a) e 1080CR (b)

Esta figura mostra que 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 (1992), Kemp . (1990) e Buono (1995).

As condições de transição entre o primeiro e o segundo estágios de envelhecimento foram distintas para os dois aços stelmorizados. Esta transição no aço 1080 ocorreu entre 120 e 140°C com o valor máximo de  $P$  no primeiro estágio da ordem de 27%. A mudança na inclinação da curva a 120°C indica que a transição no aço 1080CR ocorreu nesta temperatura, após um tempo de envelhecimento de 4500s (75 minutos), com um aumento percentual no limite de escoamento de 28%. O valor de saturação de  $P$  no segundo estágio de envelhecimento do aço 1080 foi cerca de 53% a temperatura de 200°C e a saturação de  $P$  do aço 1080CR ocorreu a 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 cromo promoveu o refinamento da estrutura através da diminuição no espaçamento interlamelar da perlita nos aços, o que intensificou os efeitos do envelhecimento nas propriedades mecânicas, reduziu a temperatura de transição do primeiro para o segundo estágio e a temperatura de saturação do fenômeno.

Para a determinação dos parâmetros cinéticos foi feito um ajuste da fração envelhecida,  $y$ , com o tempo de envelhecimento,  $t$ , segundo a equação de Harper, expressa pela equação

$$y = 1 - \exp[-(kt)^n] \quad (3)$$

onde  $k$  é um parâmetro de velocidade, segundo a equação:

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4)$$

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

Os valores encontrados para o expoente do tempo,  $n$ , referente a cada temperatura, são mostrados na Tab. (3).

Tabela 3. Expoentes do tempo,  $n$ , calculados a partir da variação do limite de escoamento com o envelhecimento, e coeficientes de correlação correspondentes,  $R$

T (°C)	1080		1080CR	
	$n$	$R$	$n$	$R$
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
			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 Tab. (3) mostra que para o aço 1080,  $n$  é próximo de 1/3 entre 100 e 120°C e com tendência a 0,4 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, com valores de  $n$  tendendo para 1/3 entre 100 e 120°C e 0,4 entre 120 e 180°C.

As Figuras (2) e (3) mostram os gráficos de  $\ln k$  *versus* o inverso da temperatura absoluta ( $1/T$ ) para os aços 1080 e 1080CR, respectivamente. A inclinação destas curvas permitiu calcular as energias de ativação que são apresentados na Tab. (4), juntamente com seus respectivos coeficientes de correlação,  $R$ .

#### 4. CONCLUSÕES

Este trabalho permitiu concluir que:

Os aços stelmorizados apresentaram dois estágios de envelhecimento. O primeiro estágio foi caracterizado por um pequeno aumento no limite de escoamento e o segundo, por uma variação mais acentuada neste parâmetro.

O mecanismo responsável pelo primeiro estágio foi o ancoramento de deslocamentos 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 77 e 84 KJ/mol, para os aços 1080 e 1080CR, respectivamente.

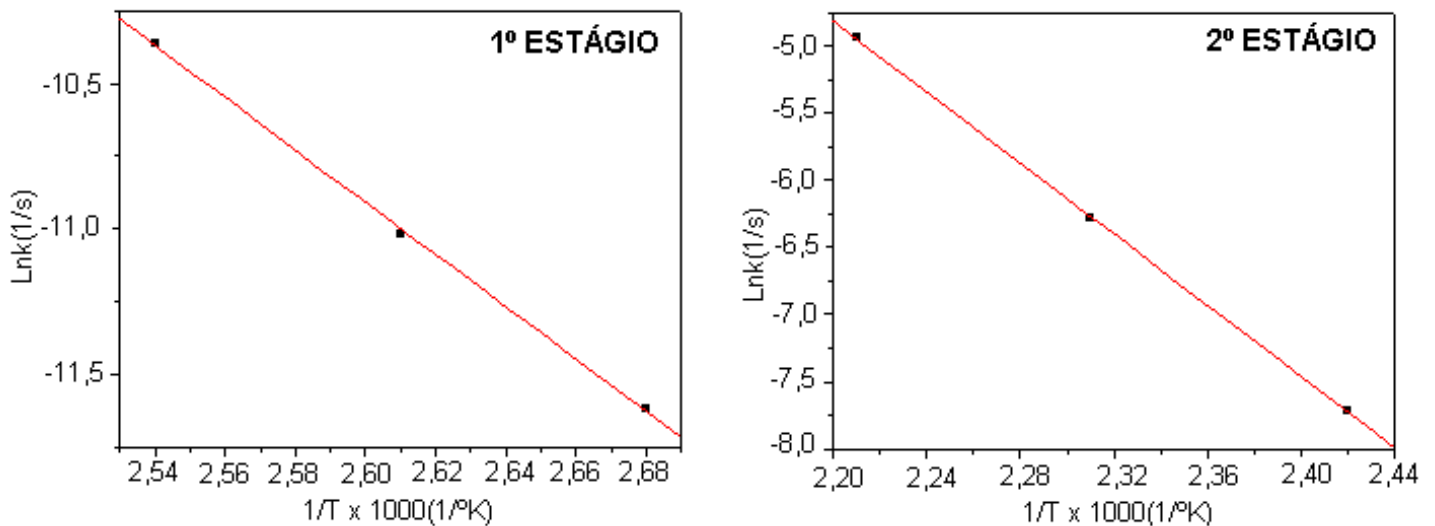


Figura 2. Gráficos de  $\ln k$  versus o inverso da temperatura absoluta ( $1/T$ ) para o aço 1080

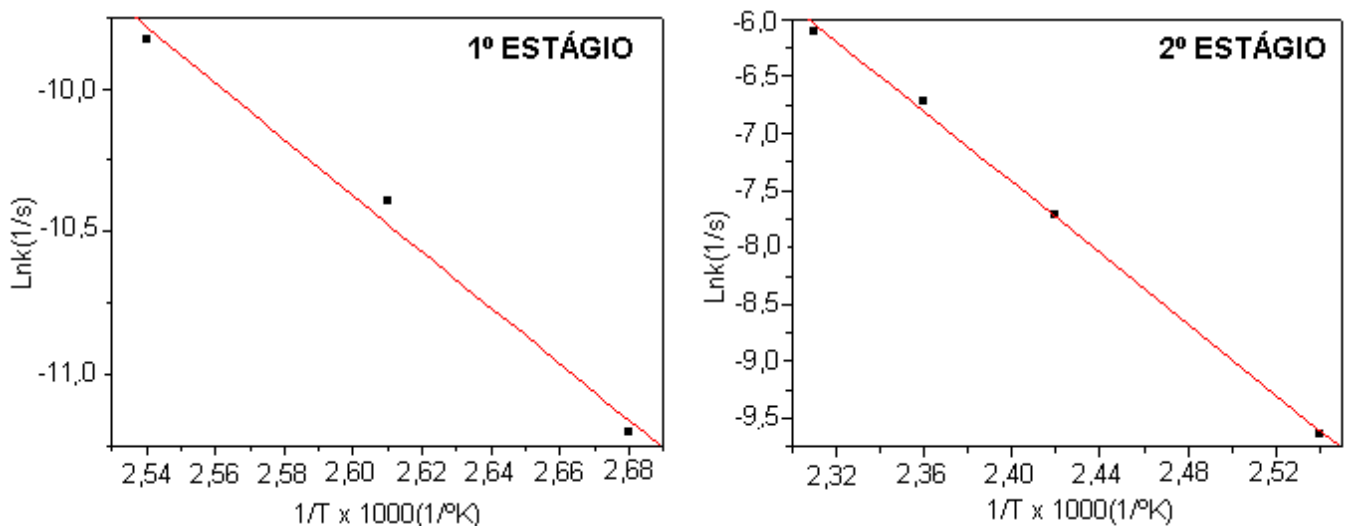


Figura 3. Gráficos de  $\ln k$  versus o inverso da temperatura absoluta ( $1/T$ ) para o aço 1080CR

Tabela 4. Energias de ativação,  $Q$ , calculadas pela variação do limite de escoamento e seus respectivos coeficientes de correlação  $R$

Aço	Primeiro Estágio		Segundo Estágio	
	$Q$ (kJ/mol)	$R$	$Q$ (kJ/mol)	$R$
1080	77	0,999	108	1,000
1080CR	84	0,996	128	0,998

O segundo estágio foi associado à decomposição da cementita que fornece átomos de carbono para o ancoramento das deslocções distribuídas em células nas interfaces ferrita/cementita. Os valores da energia de ativação de 108 e 128kJ/mol obtidos para este estágio, são próximos ao valor da energia de ativação correspondente à decomposição da cementita.

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

## 5. AGRADECIMENTOS

À CAPES pelo suporte financeiro.

## 6. REFERÊNCIAS

- Araújo, F. G. S., Gonzalez, B. M., Cetlin, P. R., Coelho, A. R. Z., Mansur, R. A., 1992, *Wire Journal International*, Vol. 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*, Vol. 26, 191-194.
- Buono, V.T.L., Tese de Doutorado, 1995, “Estudo da Cinética de Envelhecimento após Deformação em Aços Perlíticos Trefilados através de Propriedades Físicas e Mecânicas”, CPGEM-UFGM, Belo Horizonte-MG, 251p.
- Buono, V. T. L., Gonzalez, B. M., Lima, T. M., Andrade, M. S., 1997, *Journal of Materials Science* Vol. 32, 1005-1008.
- Buono, V. T. L., Andrade, M. S., Gonzalez, B. M., 1998, *Metallurgical and Materials Transactions* Vol. 29A, 1415-1423.
- Delrue, H., Humbeeck, J. V., Aernoudt, E., Lefever, I., Raemdonck, W. V., 1997, *Wire Journal International*, Vol. 30, 74-80.
- Dias, J. F., 1988, Dissertação de Mestrado, “Estudo do Envelhecimento após Deformação em Fios de Aço Alto Carbono Trefilados”, CPGEM-UFGM, Belo Horizonte-MG, 131p.
- 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, 7º Congreso Nacional del Ciencia y Tecnologia Metalúrgicas, Madrid Spain 39-45.
- Gonzalez, B. M., Buono, V. T. L., Andrade, M. S., 1999, *Metalurgia e Materiais*, Vol. 9, 462-464.
- Gridnev V. N., Gavriljuk, V. G., Nadutov, V. M. E Polushkin Y. A., 1980, *Phis. Metals*, Vol. 50(3), 110-116.
- Hinchliffe, C. E., Smith, G. D. W., 2001, *Materials Science and Technology*, Vol. 17, 148-154.
- Kemp, I. P., 1987, *Wire Industry*, Vol. 54, 41-44, 49.
- Kemp, I. P., Pollard, G., Bramley, A. N., 1990, *Materials Science and Technology*, Vol. 6, 331-336.
- Languillaume, J., Kapelski, G. E Baudelet, B., 1997, *Materials Letters*, Vol. 33, 241-245.
- Rodrigues, P. C. M., Dissertação de Mestrado, 1989, “Efeito da Seqüência de Tratamentos no Envelhecimento após Deformação de um Aço Perlítico Trefilado”, CPGEM-UFGM, Belo Horizonte-MG, 178p.
- Su, Y. Y., Shemenski, R. M., 2000, *Wire Journal International*, Vol. 33, 128-139.
- Van Ranemdonck, W., Lefever, I., Dahene, U., 1994, *Wire Journal International*, Vol. 27, 68-75.
- Watté, P., Humbeeck, J. V., Aernoudt, E. E Lefever I., 1996, *Scripta Materialia*, Vol. 34, 89-94.
- Yamada, Y., 1976, *Trans. Iron Steel Inst. Japan*, Vol. 16, 417-426.
- Yamada, Y., Kawakami, H., Nakamura, Y. e Tsuji, K., 1983, *Wire*, Vol. 33, 122-124.

# DETERMINATION OF THE EFFECT OF CHROMIUM ON THE STRAIN AGING KINETICS IN PEARLITIC STEEL DRAWN WIRES

**Wagner Custódio de Oliveira**

Federal University of Minas Gerais, Espírito Santo Street, 35/208, Post Code 30160-030, Belo Horizonte-MG, Brazil, wagnercoliveira@yahoo.com.br

**Leandro Aparecido Marchi**

Federal University of Minas Gerais, Espírito Santo Street, 35/208, Post Code 30160-030, Belo Horizonte-MG, Brazil, lemarchi@uol.com.br

**Berenice Mendonça Gonzalez**

Federal University of Minas Gerais, Espírito Santo Street, 35/208, Post Code 30160-030, Belo Horizonte-MG, Brazil, gonzalez@demet.ufmg.br

**Abstract.** *The influence of chromium addition on strain aging in two steelmORIZED pearlitic steels drawn to an area reduction of 86% was studied. One of the steels contains 0,25% of chromium in weight. Two stages of aging were observed for the conditions of time and temperature of the aging treatment for both steels. The responsible mechanism for the strain aging in the first stage was the dislocations locking by nitrogen and carbon atoms in solid solution in the ferrite. The second stage of aging was associated to dislocation locking in the ferrite/cementite interfaces. The reduction in the pearlite interlamellar spacing in function of the addition of chromium, increased the intensity of the strain aging effects on the mechanical properties. No significant differences were observed in the activation energy and in the time exponent for both steels in the kinetics relative to second stage of aging. These results allowed to conclude that at least for the investigated amount, 0.25%, chromium did not affect the cementite stability.*

**Keywords:** *pearlitic steels, strain aging.*