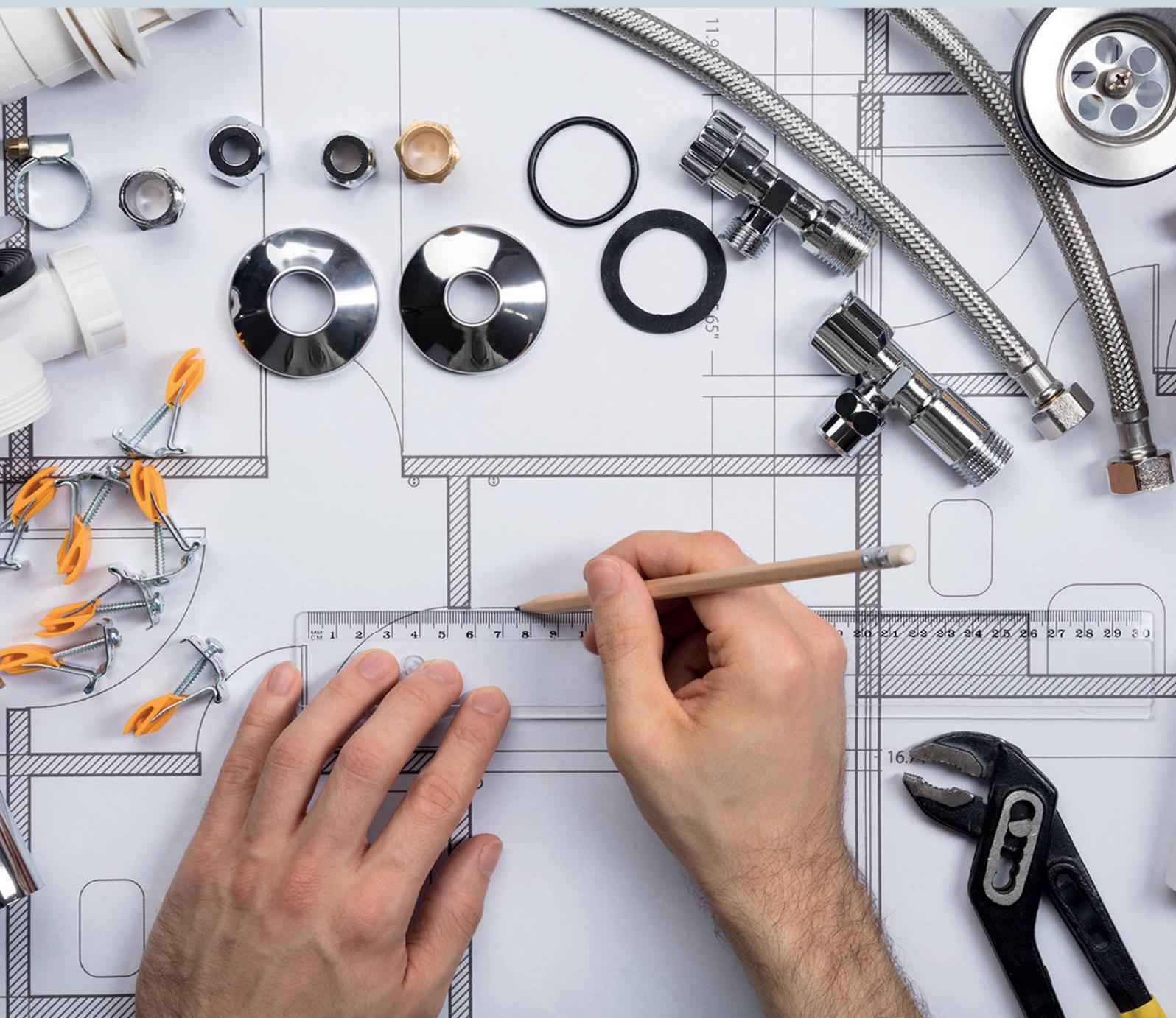


# Ciência e Engenharia de Materiais

2

Marcia Regina Werner Schneider Abdala  
(Organizadora)



**Atena**  
Editora

Ano 2018

**MARCIA REGINA WERNER SCHNEIDER ABDALA**

(Organizadora)

# **Ciência e Engenharia de Materiais**

## **2**

Atena Editora

2018

2018 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

**Editora Chefe:** Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

**Diagramação e Edição de Arte:** Geraldo Alves e Natália Sandrini

**Revisão:** Os autores

#### Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas  
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília  
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa  
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná  
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista  
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia  
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul  
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria  
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná  
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia  
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice  
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense  
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul  
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins  
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte  
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão  
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará  
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista  
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará  
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas  
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande  
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa  
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

#### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

C569 Ciência e engenharia de materiais 2 [recurso eletrônico] / Marcia Regina Werner Schneider Abdala. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2018. – (Ciência e Engenharia de Materiais; v. 2)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-85107-63-5

DOI 10.22533/at.ed.635183010

1. Engenharia. 2. Materiais I. Abdala, Marcia Regina Werner Schneider. II. Série.

CDD 620.11

**Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422**

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2018

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

[www.atenaeditora.com.br](http://www.atenaeditora.com.br)

## APRESENTAÇÃO

Você já percebeu a importância dos materiais na sua vida diária? Os materiais estão provavelmente mais imersos na nossa cultura do que a maioria de nós imagina. Diferentes segmentos como habitação, saúde, transportes, segurança, informação/comunicação, vestuário, entre outros, são influenciados em maior ou menor grau pelos materiais.

De fato a utilização dos materiais sempre foi tão importante que os períodos antigos eram denominados de acordo com os materiais utilizados pela sociedade primitiva, como a Idade da Pedra, Idade do Bronze, Idade do Ferro, etc.

A humanidade está em constante evolução, e os materiais não são exceções. Com o avanço da ciência e da tecnologia a cada dia surgem novos materiais com características específicas que permitem aplicações pormenorizadas e inovação nas mais diferentes áreas.

Todos os dias centenas de pesquisadores estão atentos ao desenvolvimento de novos materiais e ao aprimoramento dos existentes de forma a integrá-los em tecnologias de manufatura economicamente eficientes e ecologicamente seguras.

Estamos entrando em uma nova era caracterizada por novos materiais que podem tornar o futuro mais fácil, seguro e sustentável. O campo da Ciência e Engenharia de Materiais aplicada está seguindo por novos caminhos. A iminente escassez de recursos está exigindo inovações e ideias criativas.

Nesse sentido, este livro evidencia a importância da Ciência e Engenharia de Materiais, apresentando uma coletânea de trabalhos, composta por quatro volumes, que permitem conhecer mais profundamente os diferentes materiais, mediante um exame das relações entre a sua estrutura, as suas propriedades e o seu processamento.

Considerando que a utilização de materiais e os projetos de engenharia mudam continuamente e que o ritmo desta mudança se acelera, não há como prever os avanços de longo prazo nesta área. A busca por novos materiais prossegue continuamente...

Boa leitura!

Marcia Regina Werner Schneider Abdala

## SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBETO DE VANÁDIO NA MOAGEM E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO AISI 52100, PRODUZIDO POR METALURGIA DO PÓ	
<i>Leandra Fernandes de Oliveira</i>	
<i>Bruna Horta Bastos Kuffner</i>	
<i>Daniela Sachs</i>	
<i>Gilbert Silva</i>	
<i>Geovani Rodrigues</i>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>12</b>
INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DO PROCESSO DE SOLDAGEM INNERSHIELD NAS CARACTERÍSTICAS DA SOLDA DE UM AÇO ESTRUTURAL ASTM – A36	
<i>Waldemir dos Passos Martins</i>	
<i>Paulo Victor Cunha Caetano</i>	
<i>Valdemar Silva Leal</i>	
<i>Valter Alves de Meneses</i>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>25</b>
CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DO AÇO INOXIDÁVEL 17-4 PH NITRETADO UTILIZADO NA INDÚSTRIA DE PETRÓLEO E GÁS	
<i>Ane Caroline Celestino Silva</i>	
<i>Lucas da Silva Vicente</i>	
<i>Christian Egídio da Silva</i>	
<i>Cristina de Carvalho Ares Elisei</i>	
<i>Cirlene Fourquet Bandeira</i>	
<i>Sérgio Roberto Montoro</i>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>32</b>
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO BAIXO CARBONO APÓS PROCESSO DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA	
<i>Vanessa Moura de Souza</i>	
<i>Vinicius Martins</i>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>43</b>
COMPORTAMENTO ESTRUTURAL DAS MATRIZES METÁLICAS DO SISTEMA FE-CU-NB OBTIDAS POR Prensagem a quente	
<i>Hellen Cristine Prata de Oliveira</i>	
<i>Marcello Filgueira</i>	
<b>CAPÍTULO 6</b> .....	<b>58</b>
ESTUDO DO EFEITO DA VIBRAÇÃO NA SOLIDIFICAÇÃO DA LIGA 356.0	
<i>Laura Ferrazza Kirch</i>	
<i>Amanda Yuki Shimosaka</i>	
<i>Dalmarino Setti</i>	
<b>CAPÍTULO 7</b> .....	<b>65</b>
ESTUDO SOBRE O PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO DAS MATRIZES METÁLICAS DE FE-CU-25%NB E FE-CU-25%CO DURANTE A Prensagem a quente	
<i>Hellen Cristine Prata de Oliveira</i>	
<i>Adriano Corrêa Batista</i>	
<i>Luis Guerra Rosa</i>	
<i>Paulo Santos Assis</i>	

<b>CAPÍTULO 8</b> .....	<b>84</b>
TRANSIÇÃO OBSERVADA ENTRE OS MODOS DE DESGASTE MICRO-ABRASIVO POR “RISCAMENTO” E POR “ROLAMENTO” EM WC-CO P20 E AÇO-FERRAMENTA M2	
<i>Ronaldo Câmara Cozza</i>	
<b>CAPÍTULO 9</b> .....	<b>92</b>
ANÁLISE DA DUREZA E MICROESTRUTURA DO AÇO ABNT 1045 APÓS TÊMPERA E REVENIMENTO	
<i>João Paulo Montalván Shica</i>	
<i>Matheus Henryque Almeida e Silva</i>	
<b>CAPÍTULO 10</b> .....	<b>105</b>
ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA PERDA DE RIGIDEZ SOBRE AS FREQUÊNCIAS NATURAIS DE PLACAS DE ALUMÍNIO	
<i>Pietro Olegário da Silva</i>	
<i>Adriana Amaro Diacenco</i>	
<b>CAPÍTULO 11</b> .....	<b>118</b>
ANÁLISE DA MICRODUREZA E CORROSÃO NO PROCESSO DE SOLDAGEM GMAW NA CHAPA DE AÇO DOBRADA TIPO U	
<i>Josemairon Prado Pereira</i>	
<i>Gilberto de Magalhães Bento Gonçalves</i>	
<b>CAPÍTULO 12</b> .....	<b>129</b>
ANÁLISE DO CICLO TÉRMICO DE UM AÇO DE ALTA RESISTÊNCIA BAIXA LIGA UTILIZANDO MÉTODO DIRETO E EQUAÇÕES DE SOLDAGEM	
<i>Thyálita Coêlho Moreira Mousinho</i>	
<i>Thaís Spíndola Garcêz</i>	
<i>José Francisco dos Reis Sobrinho</i>	
<i>Nelson Guedes de Alcântara</i>	
<b>CAPÍTULO 13</b> .....	<b>138</b>
MICROFURAÇÃO COM LASER PULSADO ND:YAG EM CHAPAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316L	
<i>Dair Ferreira Salgado Junior</i>	
<i>Vicente Afonso Ventrella</i>	
<i>Juno Gallego</i>	
<b>CAPÍTULO 14</b> .....	<b>153</b>
ESTUDO DO COMPORTAMENTO DE LÂMINAS DE SERRA NO CORTE DA MADEIRA COM APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ELEMENTOS FINITOS	
<i>Daniel Villas Bôas</i>	
<i>Elder Jesus Lima Machado</i>	
<i>Vanessa Ferreira Neves</i>	
<b>CAPÍTULO 15</b> .....	<b>160</b>
O EFEITO DE DIFERENTES TIPOS DE HOMOGENEIZAÇÃO SOBRE O COMPORTAMENTO EM DEFORMAÇÃO A FRIO DAS LIGAS TI-35NB E TI-35NB-0,15SI	
<i>Késia Filadélfia Dionizio Silva Ramos</i>	
<i>Helton José Rodrigues Cabral</i>	
<i>Reinan Tiago Fernandes dos Santos</i>	
<i>Wilton Walter Batista</i>	
<b>CAPÍTULO 16</b> .....	<b>173</b>
LIGA DE MAGNÉSIO AZ91D: AVALIAÇÃO DA BIODEGRABILIDADE E DO COMPORTAMENTO MECÂNICO	
<i>Ronaldo Veronês Nascimento</i>	
<i>Ângela Beatriz Coelho Arnt</i>	
<i>Marcio Roberto da Rocha</i>	
<i>Steferson Luiz Stares</i>	

<b>CAPÍTULO 17</b> .....	<b>184</b>
INFLUÊNCIA DO PH E DO TEMPO DE IMERSÃO NA SILANIZAÇÃO JUNTO DE TANINOS PARA PROTEÇÃO ANTICORROSIVA DE AÇOS GALVANIZADOS	
<i>Bruno Pienis Garcia</i> <i>Álvaro Meneguzzi</i>	
<b>CAPÍTULO 18</b> .....	<b>194</b>
A NEW PROCEDURE TO DETERMINE THE PERMITTIVITY OF RADAR ABSORBING MATERIALS	
<i>Tamara Indrusiak Silva</i> <i>Iaci Miranda Pereira</i> <i>Jorge A. Mitrione Souza</i> <i>Marbey Manhães Mosso</i> <i>Ângelo M. Leite Denadai</i> <i>Jéferson Gomes da Silva</i> <i>Alan Reis de Oliveira</i> <i>Bluma Guenther Soares</i>	
<b>CAPÍTULO 19</b> .....	<b>204</b>
DESENVOLVIMENTO DE UM REVESTIMENTO A BASE DE NIÓBIO PARA PROTEÇÃO CONTRA CORROSÃO DE AÇO-CARBONO (SAE 1020)	
<i>Paloma Detlinger</i> <i>Brian Utri</i> <i>Guilherme Arielo Rodrigues Maia</i> <i>Rodrigo Helleis</i> <i>Cynthia Beatriz Fürstenberger</i> <i>Everson do Prado Banczek</i>	
<b>CAPÍTULO 20</b> .....	<b>213</b>
CORROSÃO E BIOCORROSÃO EM AÇO CARBONO	
<i>Diana Magalhães Frazão</i> <i>Ivanilda Ramos de Melo</i> <i>Severino Leopoldino Urtiga Filho</i>	
<b>SOBRE A ORGANIZADORA</b> .....	<b>218</b>

## ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE CARBETO DE VANÁDIO NA MOAGEM E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO AISI 52100, PRODUZIDO POR METALURGIA DO PÓ

**Leandra Fernandes de Oliveira**

Universidade Federal de Itajubá - UNIFEI  
Itajubá – MG

**Bruna Horta Bastos Kuffner**

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI  
Itajubá – MG

**Daniela Sachs**

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI  
Itajubá – MG

**Gilbert Silva**

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI  
Itajubá – MG

**Geovani Rodrigues**

Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI  
Itajubá - MG

**RESUMO:** O Aço AISI 52100 é um aço ferramenta que após sua vida útil é refundido ou descartado. Uma das alternativas de reaproveitamento desse aço é a metalurgia do pó (MP). Neste trabalho, o aço foi moído em moinho de alta energia por 10, 20, 30, 40 e 50 horas, com e sem a adição de carbeto de vanádio (VC). Os pós foram caracterizados por sedigrafia e microscopia eletrônica de varredura (MEV) quanto ao tamanho e morfologia das partículas. O pó que apresentou menor granulometria passou por um tratamento de alívio de tensão em uma temperatura de 500 °C, sob vácuo por 1 hora e em seguida foi prensado na forma de pastilhas.

As pastilhas foram sinterizadas a 1200°C, sob vácuo por 30 minutos. Foram avaliados suas densidades, porosidades, durezas e módulos elásticos. Os resultados mostraram que o VC aumenta a eficiência em menores tempos de moagem e também aumenta a porosidade das amostras, apresentando menor densificação. Os valores de dureza e módulo elástico foram significativamente maiores nas amostras sem adição de VC.

**PALAVRAS-CHAVE:** Metalurgia Do Pó, Moagem de Alta Energia, Caracterização Microestrutural E Mecânica.

**ABSTRACT:** The AISI 52100 steel is a tool steel that after its useful life is remelted or discarded. One of this steel reuse of alternatives is the powder metallurgy (PM). In this work, the steel was ground in high-energy mill for 10, 20, 30, 40 and 50 hours with and without the addition of vanadium carbide (VC). The powders were characterized by serigraphy and scanning electron microscopy (SEM) for size and particle morphology. The powder that showed lower particle size underwent a stress relieving treatment at 500°C, under vacuum, by 1 h and was pressed into tablet form. The tablets were sintered at 1200°C, under vacuum by 0,5 h. Was evaluated their densities, porosities, hardness and elastic moduli. The results showed that the VC increases the grinding efficiency to lower

milling times and also increases the porosity of the samples, with less densification. The values of hardness and elastic modulus were significantly higher in samples without addition of VC.

**KEYWORDS:** Powder Metallurgy, High Energy Milling, Microstructural and mechanical characterization.

## 1 | INTRODUÇÃO

O aço AISI 52100 é um aço fortemente utilizado na fabricação de ferramentas para trabalho a frio, como brocas, alargadores, ferramentas para repuxos em tornos, ferramentas para extrusão a frio, ferramentas para madeira, etc (CREMONEZI, 2009). O mesmo apresenta alta resistência ao desgaste, suporta altas tensões de contato, mesmo em temperaturas elevadas não apresenta variação em suas dimensões iniciais (KUFFNER *et al.*, 2017). A composição química típica do aço AISI 52100 pode ser vista na Tabela 1 (KUFFNER *et al.*, 2015).

	<b>C</b>	<b>Cr</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Cu</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>P</b>	<b>S</b>
<b>MÁXIMO</b>	0,98	1,30	0,25	0,15	-	-	-	-	-
<b>MÍNIMO</b>	1,10	1,60	0,45	0,35	0,35	0,25	0,10	0,025	0,025

Tabela 1: Composição química do aço SAE 52100 (pp%).

O reaproveitamento do aço, em geral é uma solução simples e economicamente viável para prevenir a escassez do minério de ferro e diminuir os gastos das usinas siderúrgicas (WÜBBEKEA & HEROTHB, 2014). O reaproveitamento do aço AISI 52100, através da rota de metalurgia do pó, além de contribuir para uma menor agressão ao meio ambiente, transforma uma possível sucata do aço 52100 em material útil para a fabricação de outra peça.

A técnica de metalurgia do pó normalmente é dividida em três etapas, a moagem, a prensagem e a sinterização. Uma das técnicas que se destaca na etapa de moagem é o processo de moagem de alta energia, que proporciona a obtenção de pós nanocristalinos. A prensagem do pó, ou compactação pode ser dividida em prensagem uniaxial e prensagem isostática. Na uniaxial o pó é compactado em uma matriz rígida a qual sofre uma pressão na direção axial. Na isostática o pó é compactado em um molde flexível sobre o qual atua um fluido que transmite a pressão em todas as direções do material (BRAGA *et al.*, 2007).

A sinterização é uma etapa em que se define a microestrutura do material. Tal etapa consiste em um processo físico de consolidação do material por difusão no estado sólido, nesta etapa as partículas de pó adquirem uma estrutura sólida coerente, o que acarreta uma redução da área superficial específica, aumento da densidade e

da resistência mecânica (BRAGA *et al.*, 2007).

Na técnica de metalurgia do pó, materiais de alta dureza como alumina e carbetos podem ser adicionados na etapa de moagem para aumentar a eficiência da moagem. Adicionalmente, estes materiais de alta dureza aumentam a resistência mecânica das amostras sinterizadas.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho o aço AISI52100 foi moído por 10, 20, 30, 40 e 50 horas sem a adição de VC e com a adição de 3%.

### 2.1 Moagem

Foram moídos, sob atmosfera de argônio, 40 g do aço AISI 52100 sem adição de VC e com a adição de 1,2g de e 40 g do aço com adição de 1,2 g de carbetos de vanádio, utilizando um moinho de alta energia Yangzhou Nuoya Machinery Co., Ltda, modelo Noah Nqm-2 Palnetary Ball Mill, Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM/UNIFEI). Os parâmetros da moagem foram: 1:15 (relação massa/esfera) e velocidade de 400 rpm.

### 2.2 Tamanho de Partícula

Os ensaios de tamanho de partícula foram realizados em um equipamento Malvern modelo Mastersizer 2000 laboratório de caracterização estrutural (IEM/UNIFEI). Utilizou-se água destilada como fluido para dispersão do pó.

### 2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para o ensaio de microscopia eletrônica de varredura foi utilizado um microscópio da marca Carl Zeiss modelo EVO MA15 do laboratório de caracterização estrutural (IEM/UNIFEI). Onde foram analisadas a morfologia e a variação do tamanho das partículas dos pós do aço moído com e sem a adição de VC. A determinação da distribuição do VC nos pós foi determinada pela técnica de EDX.

### 2.4 Tratamento para alívio de tensão

Para proporcionar a obtenção das pastilhas no processo de prensagem, o pó com 50 horas de moagem foi previamente submetido a um tratamento térmico para alívio de tensão. O pó foi tratado a 500°C, sob vácuo, por uma hora utilizando um forno da marca EDG, modelo EDG 3P-S 3000 do Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM/UNIFEI).

## 2.5 Prensagem Uniaxial

As amostras (~4 g) foram prensadas uniaxialmente utilizando uma matriz metálica com diâmetro de 12 mm, em uma prensa marca Schulz do Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM/UNIFEI). A carga aplicada no ensaio foi de duas toneladas, a qual foi mantida por 30 segundos na amostra, sendo esse procedimento repetido três vezes para garantir uma compactação mais eficiente do pó.

## 2.6 Densidade

A densidade a verde foi medida utilizando a relação massa/volume. As medidas de densidade das pastilhas sinterizadas foram realizadas pelo método de Arquimedes. Para isso foi utilizada uma balança analítica Shimadzu, modelo AUY220 do Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM/UNIFEI).

## 2.7 Sinterização

A sinterização foi realizada apenas com os pós que apresentaram menor tamanho de partículas, ou seja, os pós moídos por 50 horas com e sem adição de VC. A sinterização foi realizada a 1200°C, sob vácuo por 30 minutos utilizando um forno da marca EDG, modelo EDG 3P-S 3000, do Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM/UNIFEI). Após o tratamento térmico, as amostras foram resfriadas no próprio forno.

## 2.8 Módulo Elástico

O ensaio para a determinação do módulo de elasticidade foi realizado na máquina da marca INSTRON, modelo 8801 do laboratório de ensaios destrutivos (IEM/UNIFEI). Após o ensaio de compressão, plotou-se a curva *TensãoxDeformação* das seis amostras sinterizadas.

## 2.9 Porosidade

A determinação da porosidade das amostras sinterizadas foi realizada utilizando microscopia óptica em um microscópio óptico metalúrgico da marca Janavert, modelo Infinity1, Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM/UNIFEI). A análise foi realizada em quatro amostras do aço AISI 52100, duas amostras sem adição de VC e duas com a adição de 3%VC. Para cada uma das amostras avaliou-se cinco campos diferentes, utilizando o software computacional Stream Basics.

## 2.10 Dureza

As medidas de dureza foram realizadas no laboratório de metalurgia e materiais (LMM/UNIFEI), utilizando um durômetro Jester – Otto Wolpert-Werke. No ensaio foi utilizada uma carga de 62,5kg e um indentador esférico de 2,5mm. Foram efetuadas 5 medidas de dureza em campos diferentes de cada amostra para se determinar a média dos resultados.

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Tamanho de Partícula

Por meio da análise do tamanho de partículas observou-se que o aço com maior tempo de moagem apresentou menor granulometria. Comparando o aço puro com o aço contendo 3% de VC, observou-se que aquele com adição de VC apresentou menor granulometria, para os mesmos tempos de moagem, principalmente nos tempos mais curtos.

A Tabela 2 mostra o tamanho das partículas e suas porcentagens de acordo com cada tempo de moagem e composição. Por meio dessa tabela observou-se que a diferença entre os tamanhos de partículas das amostras com e sem VC diminuiu nos maiores tempos de moagem, mas a fração volumétrica das partículas menores aumentou.

Tempo de moagem	Aço AISI 52100 puro	Aço AISI 52100 com 3% de vc
10 HORAS	<b>1642 <math>\mu\text{m}</math> – 55,8%</b> 722,5 $\mu\text{m}$ – 44,2%-	<b>451,6 <math>\mu\text{m}</math> – 61,7%</b> 9,72 $\mu\text{m}$ – 26,3% 2,808 $\mu\text{m}$ – 12,0%
20 HORAS	<b>73,67 <math>\mu\text{m}</math> - 96,6%</b> 9,87 $\mu\text{m}$ – 3,4%	<b>49,08 <math>\mu\text{m}</math> – 75,1%</b> 10,82 $\mu\text{m}$ – 24,9%
30 HORAS	<b>38,92 <math>\mu\text{m}</math> – 71,2%</b> 11,14 $\mu\text{m}$ – 28,8%	33,64 $\mu\text{m}$ – 46,5% <b>10,85 <math>\mu\text{m}</math> – 53,5%</b>
40 HORAS	42,11 $\mu\text{m}$ – 47,6% <b>10,89 <math>\mu\text{m}</math> – 50,8%</b> 3,51 $\mu\text{m}$ – 1,6%	37,53 $\mu\text{m}$ – 29,5% <b>10,59 <math>\mu\text{m}</math> – 63,8%</b> 3,22 $\mu\text{m}$ – 6,7%
50 HORAS	31,73 $\mu\text{m}$ – 17,6% <b>10,56 <math>\mu\text{m}</math> – 76,4%</b> 3,29 $\mu\text{m}$ – 6,0%	41,52 $\mu\text{m}$ – 23,9 % <b>10,41 <math>\mu\text{m}</math> – 60,3%</b> 3,02 $\mu\text{m}$ – 15,8%

Tabela 2: Tamanho e porcentagem das partículas obtidas através de granulometria a laser

### 3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens obtidas pela técnica de microscopia eletrônica de varredura para

o aço AISI 52100 puro mostraram que com 10 horas de moagem as partículas apresentaram uma morfologia acicular, com tamanho variando de 200  $\mu\text{m}$  a 1700  $\mu\text{m}$ , aproximadamente (Figura 1a). Com 20 horas de moagem, as partículas se modificaram para uma morfologia mais irregular, com tamanho variando de 5  $\mu\text{m}$  a 300  $\mu\text{m}$ , aproximadamente (Figura 1b).

Com 30, 40 e 50 horas a morfologia das partículas continuou irregular formando aglomerados, variando apenas o tamanho de partícula nesses tempos de moagem.

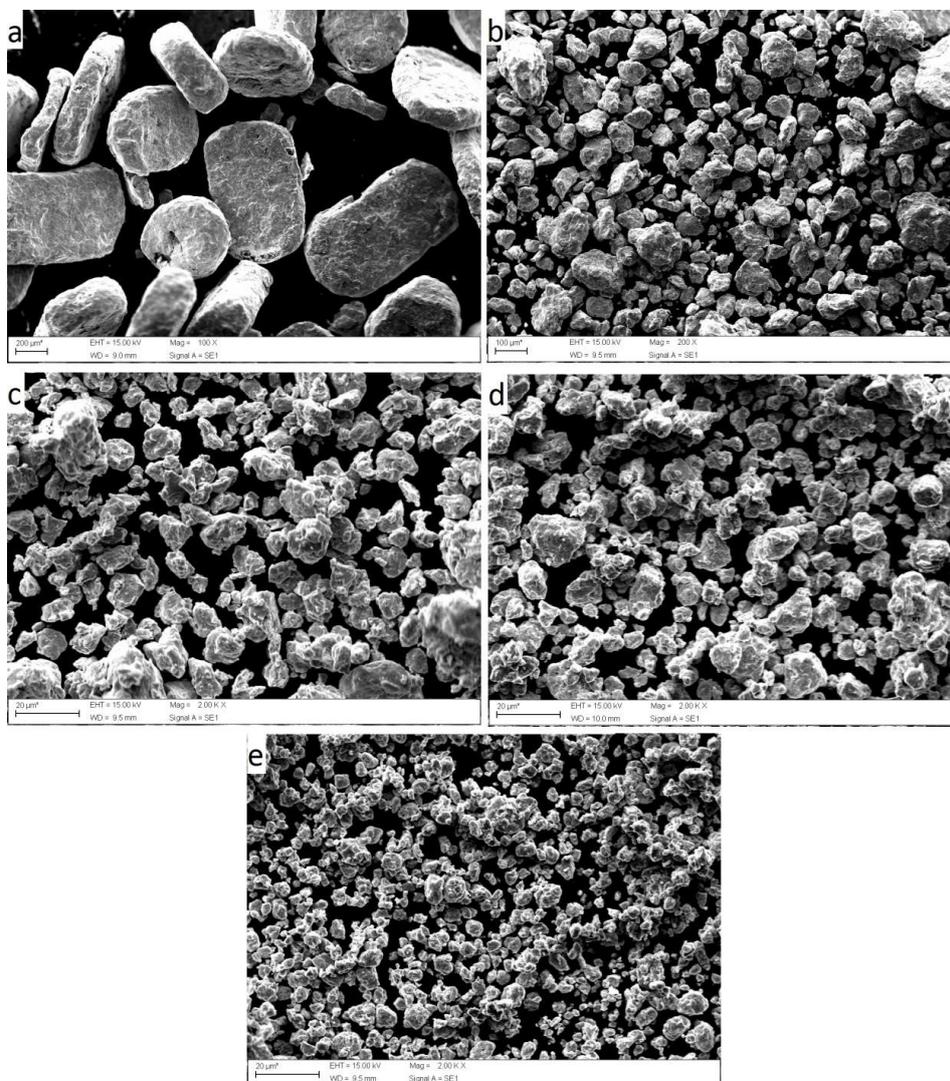


Figura 1: Micrografia do aço AISI 52100 puro, a) 10 horas de moagem; b) 20 horas de moagem; c) 30 horas de moagem; d) 40 horas de moagem; e) 50 horas de moagem.

Para o aço AISI 52100 com adição de 3% de VC observou-se que com 10 horas de moagem (Figura 2a) a morfologia das partículas também é acicular, como a do aço puro para o mesmo tempo de moagem, mas seu tamanho difere, variando de 10  $\mu\text{m}$  a 600  $\mu\text{m}$ , aproximadamente. A partir de 20 horas (Figura 2b) de moagem as partículas começaram a apresentar morfologia irregular, sendo que de 30 horas até 50 horas (Figura 2c, 2d e 2e) formaram-se aglomerados, variando apenas o tamanho de partícula nesses tempos de moagem.

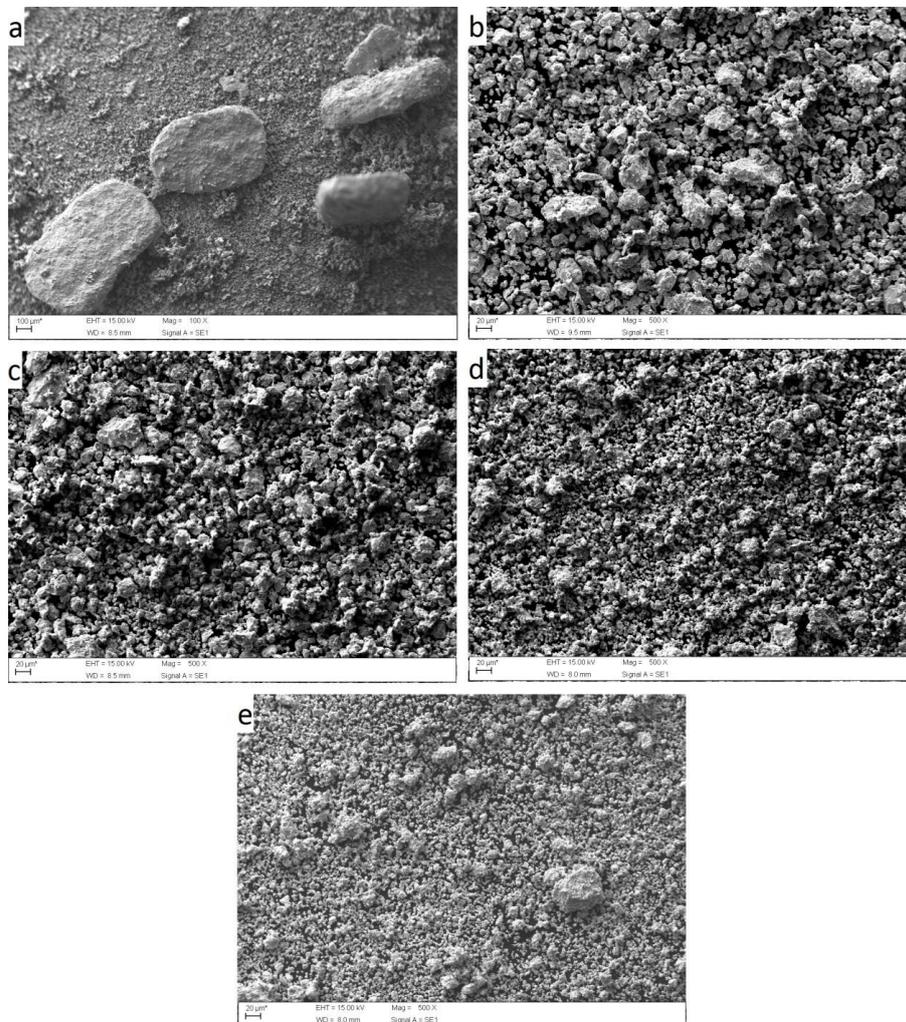


Figura 2: Micrografias do aço AISI 52100 com adição de 3% de VC. a) 10 horas de moagem; b) 20 horas de moagem; c) 30 horas de moagem; d) 40 horas de moagem; e) 50 horas de moagem.

Dessa maneira, notou-se que a adição de 3% de VC melhorou a eficiência da moagem do aço AISI 52100 (para menores tempos de moagem), comparado com o aço puro, como se viu também no ensaio de tamanho de partícula.

Por meio do EDX determinou-se os elementos químicos presentes (por meio de mapeamento) no aço AISI 52100 com 3% de VC. Como esperado, os elementos encontrados foram: ferro (aço), cromo (aço) e vanádio (oriundo do VC). Além disso, em todos os tempos de moagem o VC esteve bem homogêneo na amostra, ou seja, apresentou uma boa dispersão. A Figura 3 mostra a distribuição do ferro, do cromo e do VC no aço após 50 horas de moagem.

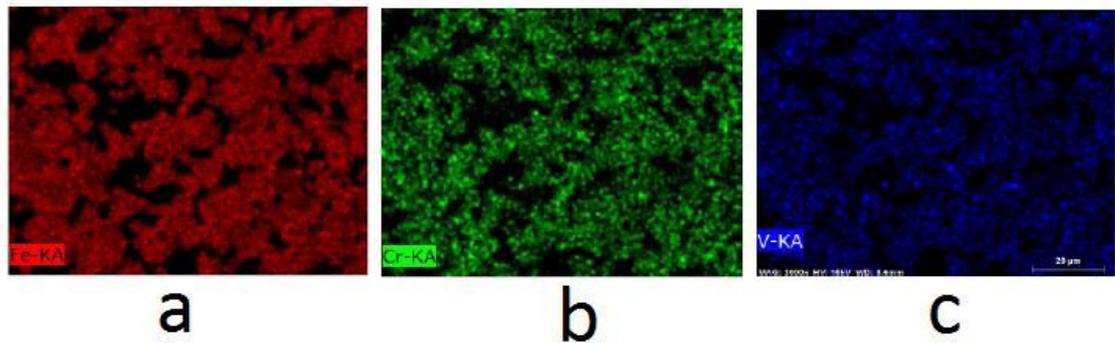


Figura 3: Mapeamento via EDS dos pós do aço AISI 52100 com adição de 3% de VC após 50 horas de moagem, destacando: a) Ferro; b) Cromo; c) Vanádio.

### 3.3 Densidades à verde e por Arquimedes

Os resultados mostraram que a densidade a verde foi de  $4,56 \text{ g/cm}^3$  para o aço puro e de  $4,43 \text{ g/cm}^3$  para o aço com adição de VC. Após a sinterização a densidade foi de  $7,26 \text{ g/cm}^3$  e  $6,67 \text{ g/cm}^3$ , para o aço puro e com VC, respectivamente.

### 3.4 Porosidade das amostras sinterizadas

Os resultados da análise de porosidade das amostras, utilizando microscopia óptica, do aço sem e com a adição de VC são apresentados na Figura 4 e na Tabela 3.

Os resultados mostraram que as amostras com VC apresentam maior porosidade residual se comparadas com as amostras do aço puro. Tal resultado já era esperado, pois a densidade das amostras com VC também foram menor. Além disso, na amostra de aço puro, a porosidade é menos acentuada e os poros estão na faixa de  $5 \mu\text{m}$ . No aço com VC, os poros estão na faixa de  $35 \mu\text{m}$ .

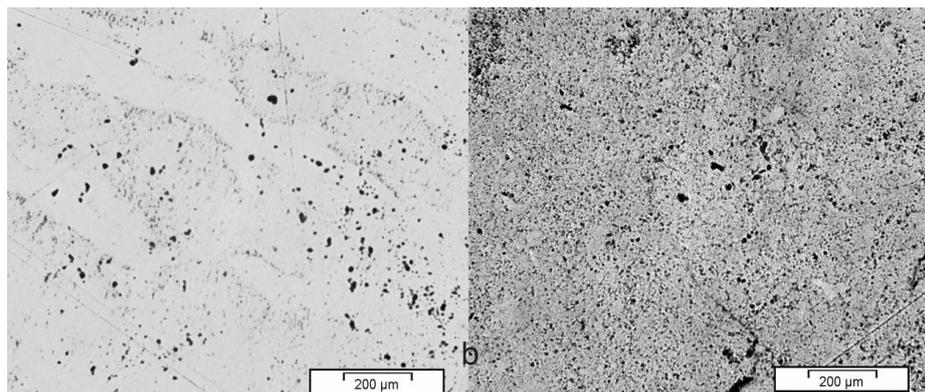


Figura 4: Micrografia do aço AISI 52100 após sinterização, a) aço puro e b) aço com adição de 3% de VC.

Os resultados mostraram que as amostras com VC apresentam maior porosidade residual se comparadas com as amostras do aço puro. Tal resultado já era esperado, pois a densidade das amostras com VC também foram menor. Além disso, na amostra de aço puro, a porosidade é menos acentuada e os poros estão na faixa de  $5 \mu\text{m}$ . No aço com VC, os poros estão na faixa de  $35 \mu\text{m}$ .

A Tabela 3 mostra os valores de porosidade encontrados para ambos os materiais. O aço AISI 52100 puro apresentou uma média de porosidade de 10,12 %, enquanto o aço com 3% de VC apresentou uma média de 16,29 %. Certamente a inserção de 3% de VC inibe a difusão entre as partículas do metal fazendo com que haja uma maior porosidade.

Medida	Porosidade (%): aço AISI 52100 puro	Porosidade (%): aço AISI 52100 com 3% de vc
1	09,63	28,95
2	12,33	06,16
3	02,00	12,94
4	16,00	15,80
5	06,75	16,87
6	13,16	19,08
7	05,87	10,82
8	09,51	11,10
9	10,89	28,37
10	15,02	12,77
<b>MÉDIA</b>	<b>10,12</b>	<b>16,29</b>
<b>DESVIO PADRÃO</b>	<b>4,34</b>	<b>7,44</b>

Tabela 3: Porcentagem de poros para o aço AISI 52100 puro e com 3% de VC.

### 3.5 Dureza das amostras sinterizadas

As amostras de aço sem adição de VC apresentaram um valor médio de dureza de 281,6 HV, enquanto as amostras produzidas com adição de 3% de VC apresentaram um valor médio de 173,2 HV. Ambos os valores são altos, o que era esperado devido à densidade das amostras, a qual foi relativamente alta.

### 3.6 Módulo Elástico das amostras sinterizadas

Por meio do ensaio de compressão das amostras sinterizadas foi possível construir as curvas *tensãoxdeformação* das mesmas, obtendo-se o módulo de elasticidade (E). A figura 5 mostra as curvas de 3 amostras do aço AISI 52100 puro e de 3 amostras do aço AISI 52100 com 3% de carbeto de vanádio, respectivamente.

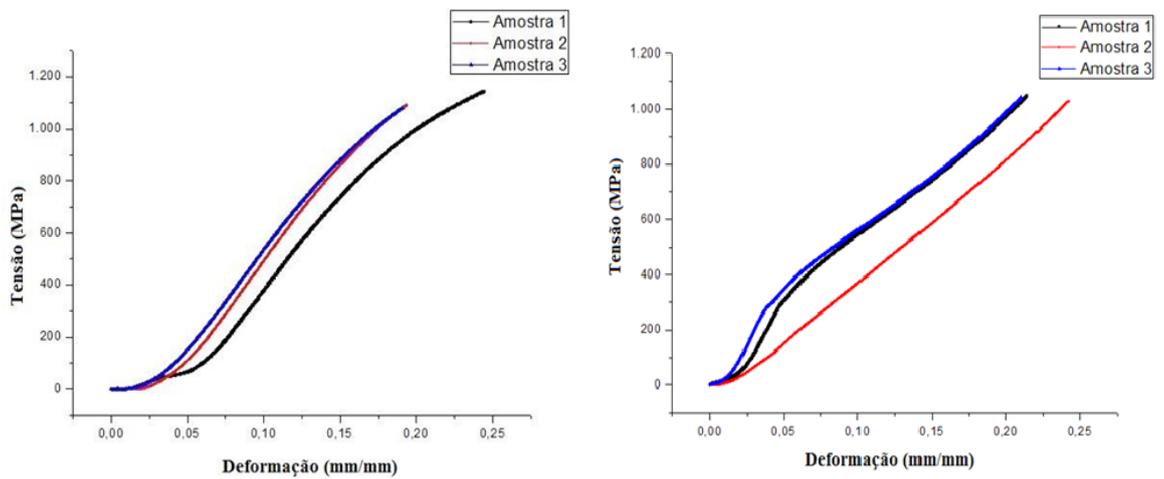


Figura 5: Curvas tensão x deformação do aço AISI 52100 puro (à esquerda) e com 3% de VC (à direita).

O módulo de elasticidade médio obtido para as amostras sem e com VC foram de 8,10 e 2,01 GPa respectivamente. Para o aço AISI 52100 com adição de VC, a média do módulo elástico foi de 2,01 GPa. Comparando as duas médias obtidas, tem-se uma redução de aproximadamente 75% no valor do módulo elástico das amostras puras, o que pode ter sido afetado pela grande diferença de porosidade entre as amostras.

#### 4 | CONCLUSÃO

A inserção do VC propiciou um significativo aumento na eficiência de moagem. Entretanto, este aumento na eficiência foi observado apenas para baixos tempos de moagem. Com adição de VC obteve-se amostras com porosidades elevadas o que ocasionou uma redução nos valores de microdureza e módulo elástico quando comparado às amostras sinterizadas sem a adição de VC.

#### 5 | AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq e a FAPEMIG que financiaram a bolsa de estudos e a execução deste projeto de pesquisa.

#### REFERÊNCIAS

BRAGA, N. D. A; FERREIRA, N. G; CAIRO. C. A. A. **Obtenção de Titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó.** Revista Quim. Nova, Vol. 30, No. 2, 450- 457, 2007.

CREMONEZI, A; *et al.* **A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental.** Ed. São Paulo: Metallum eventos técnicos e científicos 2009.

KUFFNER, B.H.B.; DIOGO, W. S. ; AMANCIO, D. A. ; RODRIGUES, G. ; SILVA, G. **Evaluation of**

**the milling efficiency increase of AISI 52100 steel using niobium carbide addition through high energy ball milling.** Rem: Revista Escola de Minas, v. 68, p. 295-300, 2015.

KUFFNER B.H.B.; SILVA, G.; RODRIGUES, C.A.; RODRIGUES, G. **Study of the AISI 52100 Steel Reuse Through the Powder Metallurgy Route Using High Energy Ball Milling.** Materials Research-Ibero-american Journal of Materials, v. 21, p. 1-10, 2017.

WÜBBEKEA, J.; HEROTHB, T. **Challenges and political solutions for steel recycling in China.** Resources, Conservation and Recycling, V 87, p. 1–7, 2014.

## INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DO PROCESSO DE SOLDAGEM INNERSHIELD NAS CARACTERÍSTICAS DA SOLDA DE UM AÇO ESTRUTURAL ASTM – A36

### **Waldemir dos Passos Martins**

Instituto Federal do Maranhão – Campus Monte Castelo – Departamento de Mecânica e Materiais.

São Luís – MA.

### **Paulo Victor Cunha Caetano**

Instituto Federal do Maranhão – Campus Monte Castelo – Departamento de Mecânica e Materiais.

São Luís – MA.

### **Valdemar Silva Leal**

Instituto Federal do Maranhão – Campus Monte Castelo – Departamento de Mecânica e Materiais.

São Luís – MA.

### **Valter Alves de Meneses**

Instituto Federal do Maranhão – Campus Monte Castelo – Departamento de Mecânica e Materiais.

São Luís – MA.

**RESUMO:** Este trabalho apresenta a influência dos parâmetros do processo de soldagem Innershield, também conhecido como processo de soldagem com arame tubular autoprotetido (Flux Cored Arc Welding – Self Shielded/ FCAW-SS), nas características da solda do aço estrutural ASTM A-36. São variados os parâmetros de tensão e corrente do arco e a velocidade de soldagem a fim de se determinar suas influências sobre a largura, a penetração, reforço do cordão e a dureza da Zona Fundida (ZF) e Zona Termicamente Afetada (ZTA). As medições geométricas dos cordões de solda são

realizadas em macrografias obtidas da seção transversal da solda, por meio de estereoscopia óptica, e as análises da microestrutura através da microscopia óptica. As medições de dureza são realizadas com microdurômetro na seção transversal dos cordões. A taxa de deposição, em kg/h, é determinada pela pesagem dos corpos de prova antes e depois da deposição da solda. Com este estudo verifica-se o comportamento estável do processo de soldagem Innershield, com bom acabamento superficial e penetração satisfatória.

**PALAVRAS-CHAVE:** FCAW-SS, microestrutura, dureza, geometria do cordão.

**ABSTRACT:** This work presents the influence of the parameters of the Innershield welding process, also known as Flux Cored Arc Welding (FCAW-SS), on the structural characteristics of the ASTM A-36 structural steel. The arc voltage, current parameters and the welding speed varied in order to determine their influence on the width, penetration, reinforcement of the weld bead and the hardness of the melted zone and Thermal Affected Zone. The geometric measurements of the weld beads made in macrographs obtained from the cross section of the weld by means of optical stereoscopy, and the microstructure analyzes by optical microscopy. The geometric measurements of the weld beads made in macrographs obtained from the cross section

of the weld by means of optical stereoscopy, and the microstructure analyzes by optical microscopy. Hardness measurements are performed with a micro hardness test in the cross section of the weld beads. The deposition rate, in kg/h, is determined by weighing the specimens before and after the deposition of the welding. This study shows the stable behavior of the Innershield welding process, with good surface finish and satisfactory penetration.

**KEYWORDS:** FCAW-SS, microstructure, hardness, weld bead geometry.

## 1 | INTRODUÇÃO

O grande avanço tecnológico ocorrido nas últimas décadas tem contribuído consideravelmente no desenvolvimento de novos materiais. Dentre estes materiais os aços ainda se destacam como os mais utilizados e comercializados mundialmente. Entretanto, uma das principais características para comercialização de um aço é a sua soldabilidade, fortemente influenciado pelo teor de carbono presente em sua composição química (Fedele, 2002; Modenesi, 2012).

O processo de soldagem FCAW (Flux Cored Arc Welding), além da ótima aparência da solda e da alta qualidade do metal depositado, apresenta-se como uma excelente alternativa na soldagem dos aços estruturais, capaz de proporcionar ganhos na produtividade com um mínimo de investimento em relação a outros processos, visto que os princípios de funcionamento e os equipamentos do processo FCAW são semelhantes aos usados no processo com arame sólido (Gas Metal Arc Welding – GMAW), também conhecido como MIG/MAG (Metal Inert Gas/Metal Active Gas) (Modenesi, 2012; Bracarense, 2009).

O FCAW acumula as vantagens da alta taxa de deposição e alto rendimento do GMAW, aliadas à alta versatilidade da soldagem do processo com eletrodos revestidos (Shielded Metal Arc Welding – SMAW), fazendo com que o FCAW, apresente flexibilidade e produtividade superiores ao MIG/MAG devido à alta densidade de corrente, proporcionado pela forma tubular do eletrodo.

A soldagem FCAW, dada a sua excelente taxa de deposição, alcançando até 11 kg/h quando comparada à soldagem com eletrodo revestido (Machado, 1996), é de grande utilização na construção naval, na qual se tem grandes extensões de chapas a serem unidas e em posições fora da plana (Machado, 1996).

O uso do processo Innershielded (FCAW-SS) na soldagem de estruturas metálicas ainda é pouco conhecida e pode ser melhorada, por meio do aumento da taxa de deposição do metal de adição; porém a complexidade de resultados indesejáveis que podem ocorrer em razão da variação, sem um estudo científico, de valores da tensão, da velocidade de alimentação do arame e da distância bico de contato-peça (DBCP), pode resultar em riscos de não-conformidades da solda. Portanto, este trabalho apresenta uma avaliação da influência dos parâmetros de soldagem que conduzem a

uma soldagem Innershield sem comprometimento das características metalúrgicas e das propriedades mecânica da junta soldada.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

Como material de base foi utilizado o aço de classificação ASTM Grau A36 (NBR 6648/6650/7007), correspondendo ao aço do tipo estrutural, em forma de chapas com dimensões de 200 mm x 100 mm x 10 mm (comprimento x largura x espessura), com bisel de 30° para junta em “V”, como mostra a Figura 1. Aos pares, essas peças geraram os corpos de prova com chanfro de 60°, como mostrado na Figura 2. A composição química e propriedades mecânicas do material são apresentadas na Tabela 1.

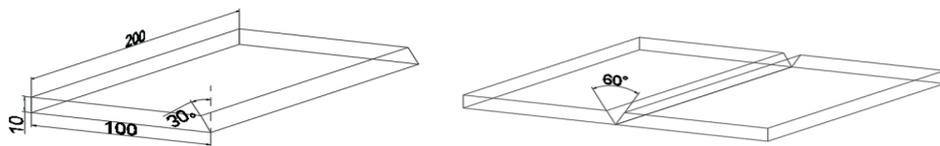


Figura 1 – Esquema ilustrativo das chapas biseladas para formação dos chanfros.

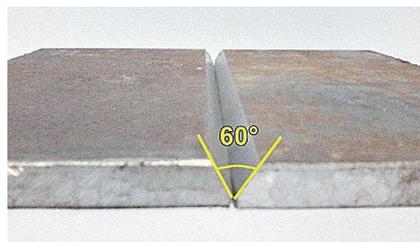


Figura 2 – Chapas biseladas com chanfro em angulo de 60°.

Composição	C	P	S	Si	Cu
% Máximo	0,26	0,04	0,05	0,40	0,20
Propriedade Mecânica	<b>LE (MPa)</b> 250 (mín.)	<b>LR (MPa)</b> 400 – 550	<b>Alongamento</b> 20 %	<b>Ceq = 0,27</b>	

Tabela 1 – Composição química e propriedades mecânicas do aço ASTM A36.

As características do consumível (ASME SFA A-5.20: E71T-11, diâmetro 1,6 mm) são apresentadas na Tabela 2. O arame tubular autoprottegido E71T -11 é indicado

para soldagem simples ou multipasse no modo de transferência spray e comumente utilizado em aços de baixo e médio teor de carbono até 3/4”.

<b>Composição</b>	<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>Al</b>	<b>P</b>	<b>S</b>
E71T-11	0,25	0,40	0,70	1,60	-	-
Propriedade Mecânica	<b>LE (MPa)</b> 500	<b>LR (MPa)</b> 630	<b>Alongamento</b> 23 %		<b>Ceq = 0,37</b>	

Tabela 2 – Composição química (% em peso) e propriedades mecânicas do arame tubular

## 2.2 Equipamentos

Foi utilizada uma fonte de soldagem modelo ESAB LAI 400 e ângulo de soldagem da tocha a 90° de corrente nominal/soldagem (A): 300/400 – 300 e tensão em carga convencional (V): 34 – 29.

Os demais equipamentos utilizados serviram para a preparação das amostras a serem analisadas metalograficamente, entre eles:

1. Para retirada dos corpos de prova da junta soldada foi utilizada uma serra de fita marca S. Ramos, modelo 260 e os cortes foram executados em sentido transversal ao cordão da solda;
2. Para preparação das amostras foi utilizado uma lixadeira metalográfica marca Arotec, modelo Aropol E usando uma sequência de lixas de 80 a 1200 meshes;
3. Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados em um microdurômetro digital de bancada HMV SHIMADZU, MODELO MICROHARDNESS TESTER HV – 1000 com indentador piramidal de diamante.

## 2.3 Métodos

As soldagens foram realizadas na posição plana, junta de topo, sentido puxando, modo de transferência por curto-circuito, como mostra a Figura 3. A fonte de soldagem foi operada no modo “tensão constante” e ângulo de soldagem da tocha de 90°. Variou-se a velocidade de alimentação do arame e consequentemente a corrente de soldagem.

O processo de soldagem foi mecanizado objetivando-se boa repetibilidade dos parâmetros de soldagem. O Objetivo foi alcançado com a utilização de um suporte para a tocha de alimentação do arame tubular, fixado em uma máquina de corte do tipo MR 36 (tartaruga), de fabricação da White Martins, com os metais de base dispostos em um gabarito fixo na mesa de soldagem.

A DBCP foi mantida constante em 16 mm. Ensaios preliminares foram feitos e serviram para selecionar os cordões de solda com melhores características dimensionais e de acabamento (homogeneidade do cordão, quantidade de respingos e forma da escória) que se adaptaram ao passe de raiz, enchimento e acabamento.

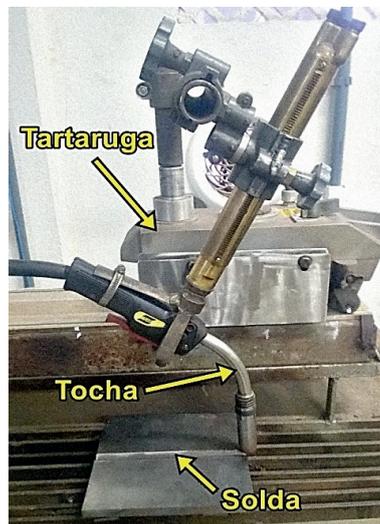


Figura 3 – Foto do arranjo utilizado para realização das soldagens em “V”.

Após o ensaio preliminar, novos ensaios de deposição foram realizados para que se ajustasse essa condição a condição real de soldagem e proporcionasse juntas soldadas livres de descontinuidades. Os corpos de prova soldados (CPs) podem ser vistos na Figura 4 e seus parâmetros na Tabela 3.

As chapas com chanfro em “V” foram ancoradas com cantoneiras na parte inferior, abaixo da raiz do cordão de solda, como mostrado segundo esquema da Figura 5. Esse procedimento visa garantir a restrição das chapas e evitar deformações do conjunto durante a solidificação dos cordões de solda. Foram utilizadas ainda chapas como cobre-junta no início do conjunto para auxiliar na abertura e manutenção do arco. Na figura 6, temos esquema de ancoragem das chapas.

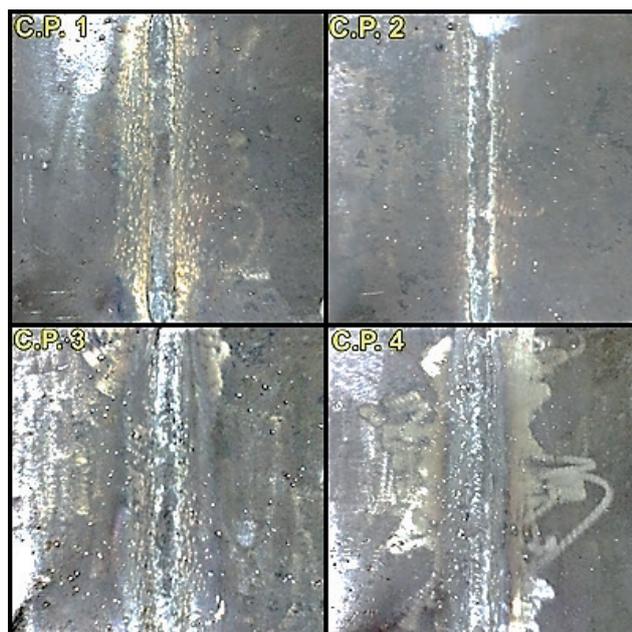


Figura 4 – Foto da chapa soldada durante os testes preliminares.

	CP1	CP2	CP3	CP4
<b>Raiz</b>	19 V/145 A 140 mm/min	19 V/145 A 140 mm/min	18,8 V/160 A 160 mm/min	18,8 V/160 A 150 mm/min
<b>Enchimento 1</b>	22 V/240 A 120 mm/min	22 V/244 A 120 mm/min	22 V/232 A 140 mm/min	19,6 V/180 A 150 mm/min
<b>Enchimento 2</b>	-	-	-	22 V, 172 A; 140 mm/min;
<b>Reforço na Raiz</b>	17,2 V/144 A 110 mm/min	17,2 V/144 A 110 mm/min	-	-

Tabela 3. Parâmetros de Soldagem.

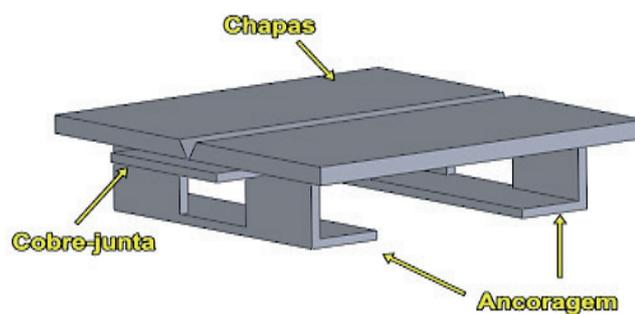


Figura 5 – Esquema ilustrativo das chapas com chanfro em “V”



Figura 6 – Visão de topo e inferior das chapas chanfradas com esquema de ancoragem.

A preparação metalográfica dos corpos de prova para análise microscópica foi realizada de maneira convencional, por lixamento com lixas de granulometria variando de 80 a 1200 mesh e polimento com alumina de 1 micron. O ataque químico foi feito com Nital a 2% e a análise microscópica realizada por microscopia óptica, objetivando avaliar qualitativamente a microestrutura do passe de acabamento na região da zona fundida (ZF).

Para o ensaio de microdureza foi adotado o método Vickers, sendo o ensaio realizado conforma a norma ASTM E384, onde os corpos de prova para este ensaio foram os mesmos usados na análise metalográfica. Em cada corpo de prova foram traçados 7 pontos de impressão aleatória de dureza na ZF, ZTA e MB como mostra o esquema ilustrativo da Figura 7.

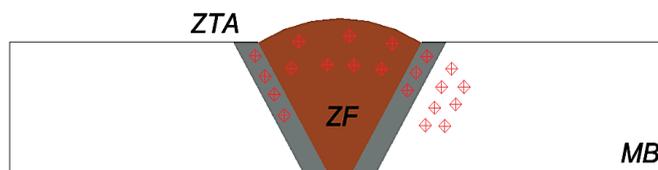


Figura 7 – Esquema ilustrativo das juntas soldada para ensaio de microdureza.

As propriedades geométricas dos cordões foram avaliadas de acordo com o mostrado na Figura 8. As características geométricas do metal depositado são definidas pela largura ( $l$ ), reforço ( $r$ ) e a ZTA, medidos a partir da seção transversal da solda e que têm influência significativa sobre as suas propriedades mecânicas.

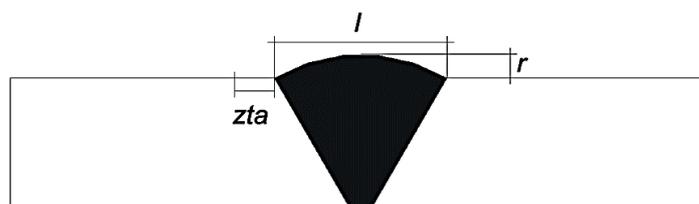


Figura 8 – Características geométricas do cordão de solda

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1 Energia de Soldagem

A Tabela 4 mostra os resultados das energias de soldagem obtidas no ensaio final dos corpos de prova soldados.

	CP1	CP2	CP3	CP4
<b>Raiz</b>	19 V/145 A	19 V/145 A	18,8 V/160 A	18,8 V/160 A
	140 mm/min	140 mm/min	160 mm/min	150 mm/min
	1,377	1,377	1,316	1,403
<b>Enchimento 1</b>	22 V/240 A	22 V/244 A	22 V/232 A	19,6 V/180 A
	120 mm/min	120 mm/min	140 mm/min	150 mm/min
	3,080	3,131	2,552	1,646

<b>Enchimento 2</b>	-	-	-	22 V, 172 A 140 mm/min 1,892
<b>Reforço na Raiz</b>	17,2 V/144 A 110 mm/min 1,576	17,2 V/144 A 110 mm/min 1,576	-	-

Tabela 4. Energia de Soldagem em KJ/mm.

Durante a soldagem, tentou-se manter a energia de soldagem a mais baixa e constante possível para o passe de raiz e foi variada nos demais passes para se obter características ideais de enchimento e acabamento como determinado nos ensaios preliminares.

Os cordões de solda resultantes nos CPs tiveram boa aparência e boas dimensões e não se constatou a falta de fusão, penetração, porosidade, inclusões de escória e mordeduras. Apesar da solda ter sido realizada de forma mecanizada e existir geração de respingos oriundos do processo Innershilded, o arco se manteve estável durante toda soldagem visto que esta é de grande importância e pode influenciar nas propriedades mecânicas dos conjuntos soldados uma vez que modificações de seus valores podem induzir a variações na morfologia do cordão de solda (penetração, largura e altura do reforço) e também na estrutura de solidificação devido às alterações provocadas no gradiente térmico na poça de fusão.

### 3.2 Material depositado

Com os parâmetros de soldagem e a massa dos corpos de prova antes e depois da soldagem, pode-se calcular a massa real de arame depositado. Na tabela 5, vemos as massas depositada em grama (g). Observa-se que, independentemente das variações de corrente e tensão nos passes de raiz, enchimento e acabamento a quantidade de material depositado variou de 55 a 69 gramas (em 200 mm).

CP	Raiz		P1		P2		Ref/Raiz		Massa (g)		Dif. (g)
	U	I	U	I	U	I	U	I	Antes	Depois	
<b>1</b>	19	145	22	240	-	-	17,2	144	2979	3044	65
<b>2</b>	19	145	22	244	-	-	17,2	144	2964	3019	55
<b>3</b>	18,8	160	22	232	-	-	-	-	2976	3045	69
<b>4</b>	18,8	160	19,6	180	22	172	-	-	2938	3007	69

Tabela 5. Massa depositada em grama

Simbologia: CP = Corpo de prova; P1,P2 = Passe de enchimento/acabamento; Ref/Raiz = Reforço na raiz; Dif.(g) = diferença em gramas. U = Tensão em Volts; I = Corrente em Ampères.

Nessas condições, a taxa de deposição obtida (calculada em função da densidade do arame) se encontra dentro dos valores estabelecidos pelo fabricante, que é de 0,95 Kg/h a 2,35 Kg/h, sendo que a maior taxa obtida neste trabalho foi de 1,6046 Kg/h. Taxa de deposição é sinônimo de velocidade de alimentação do arame e é determinada pela corrente utilizada.

### 3.3 Microestrutura

A microscopia óptica foi empregada para a análise qualitativa da microestrutura da ZF, ZTA e MB e a classificação dos microconstituintes seguiu o sistema adotado pelo IIW (Instituto Internacional de Soldagem). As Figuras 9 e 10 exibem o comportamento microestrutural do MB, ZF e ZTA respectivamente. Pode-se observar que a microestrutura do MB exibiu basicamente uma matriz de ferrita (em branco) com veios de perlita (tom escuro). A ferrita é a solução sólida de carbono em ferro alfa e origina-se na zona crítica, durante o resfriamento, por transformação alotrópica do ferro gama durante a laminação. Essa é sua forma estável à temperatura ambiente. A perlita é formada por finas lamelas justapostas de ferrita e cementita mais ou menos paralelas.

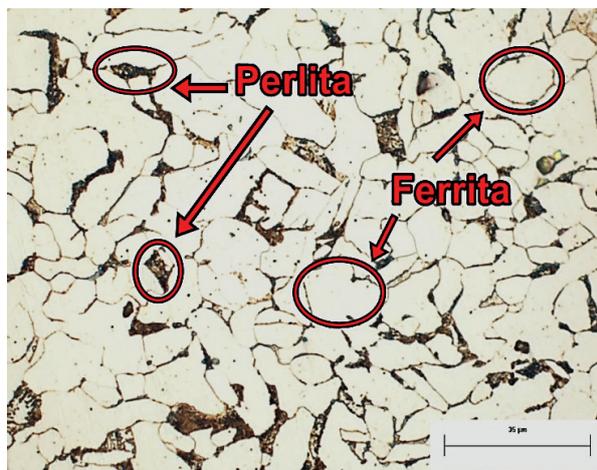


Figura 9 – Microestrutura do MB.

Na figura 10, temos a microestrutura do ZF e da ZTA. A ZF se constitui basicamente de ferrita primária (PF), perlita (P), ferrita de segunda fase alinhada (FS(A)) e ferrita acicular (AF). A ZTA apresenta ferrita de contorno de grão PF(G) e ferrita de segunda fase alinhada (FS(A)) em termos de classificação IIW e presentes em todos os corpos ensaiados.

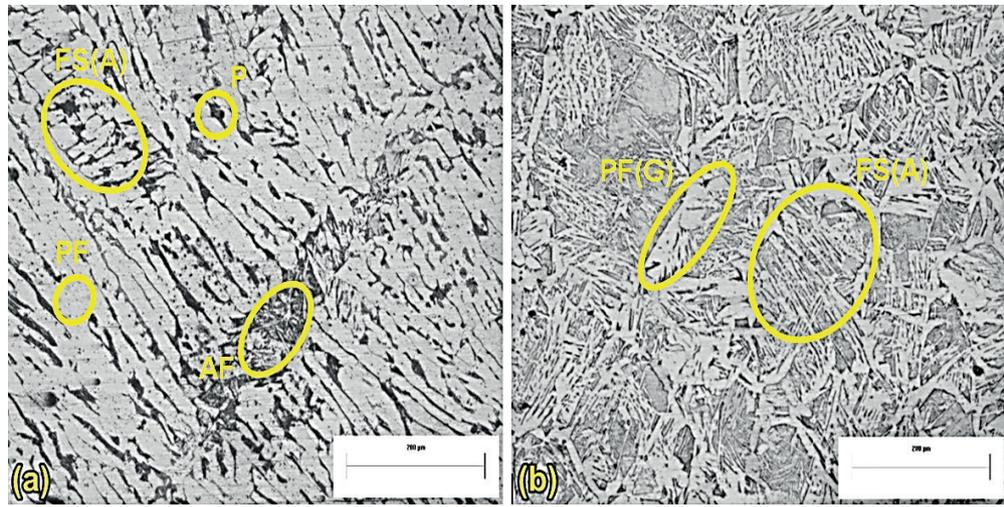


Figura 10 – Microconstituintes. (a) ZF. (b) ZTA.

A ferrita se encontra em grãos claros e a perlita em forma lamelar e em grãos escuros tanto na ZF, ZTA e MB, existindo em tamanhos de grão diferentes. A presença de apenas ferrita e perlita pode ser justificada pelo fato do aço ter sido resfriado lentamente, fator de formação desses microconstituintes concordando com Araújo (2005) e Bubnoff (2002).

A presença da AF na ZF está relacionada a presença de elementos de liga formador e estabilizador deste microconstituente, como o Mn, oriundo da composição química do arame eletrodo e ao maior carbono equivalente do consumível como visto por também por Maciel (1998). A AF constitui-se como microconstituente mais desejável para prevenir trincas devido o menor tamanho de grão e os contornos de alto ângulo favorecerem uma boa resistência mecânica.

A elevação na energia de soldagem decorrente dos passes subsequentes ao de raiz promoveram aumento de PF(G). Com a elevação da temperatura mantida praticamente constante a energia de soldagem elevou o percentual de PF(G), havendo em ambos os casos a ocorrência da redução no percentual de AF, por isso não são verificadas nas microestruturas das ZTA apresentadas, sendo isto uma consequência da redução da taxa de resfriamento da ZF com a elevação dos parâmetros de corrente e tensão, onde as taxas lentas de resfriamento induzem a difusão do carbono que promove a nucleação de ferrita primária nos contornos dos grãos gerando PF(G).

### 3.4 Microdureza

A Figura 11 mostra a tendência do comportamento da microdureza nas diferentes regiões do chanfro “V”. Esta tendência mostra que a dureza da ZF foi maior do que a dureza nas demais regiões.

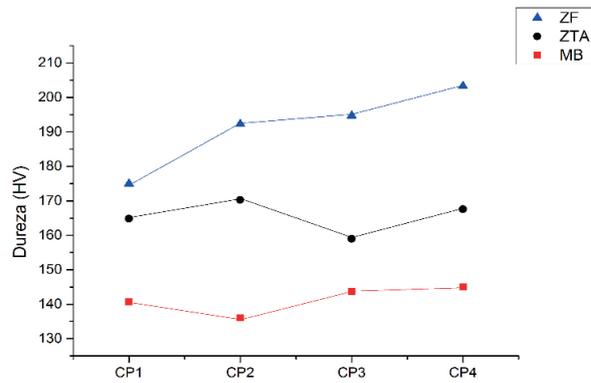


Figura 11. Perfil de microdureza média dos corpos de prova ensaiados.

Com as energias de soldagem empregadas e com a soldagem multipasse houve um refinamento de um passe pelo subsequente, proporcionando uma taxa de resfriamento baixa e, com isto levando ao aumento da dureza e aumento na resistência mecânica da junta, o que é desejável nos aços A36, cujo principal objetivo é possuir alta resistência aliada a boa tenacidade.

Com o aumento da energia de soldagem e a consequente diminuição da taxa de resfriamento, há a tendência da formação de uma ZTA maior, com grãos grosseiros, porém apresentando microconstituintes de menor dureza (Bubnoff, 2002). Em aços de baixo carbono, comprovam-se a redução da dureza com o aumento dessa energia e o crescimento dos grãos. Desta análise conclui-se que é primordial o controle do aporte térmico na soldagem multipasse.

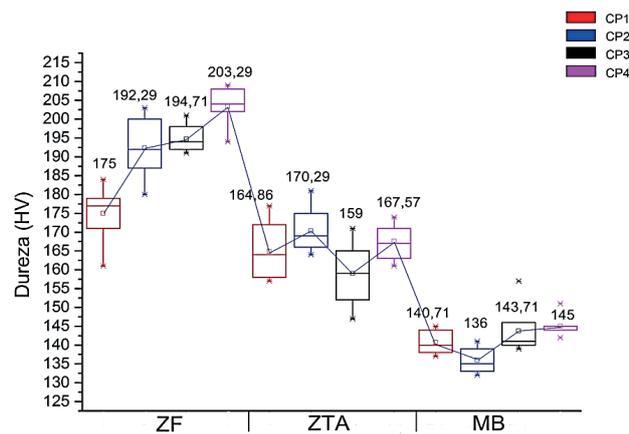


Figura 12. Perfil de microdureza média e desvio padrão dos corpos de prova ensaiados.

### 3.5 Geometria do cordão de solda

As medidas dos cordões de solda são mostradas na Tabela 6. Na Figura 13, temos as geometrias dos cordões de acordo com a estereoscopia óptica. As medições

geométricas foram realizadas utilizando o software Image J.

Os cordões de solda, visualizados longitudinalmente, apresentaram uma sanidade satisfatória, com poucos respingos. Tendo analisado a geometria das amostras, são observadas consideráveis diferenças nas dimensões dos cordões de solda, sendo que de acordo com o aumento da corrente, a largura, a penetração e o reforço da solda aumentaram gradativamente.

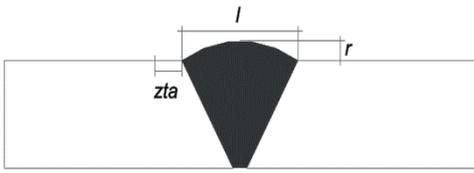
	CP	l (mm)	r (mm)	zta (mm)
	CP1	16,20	2,32	3,60
	CP2	14,05	1,22	4,20
	CP3	13,00	0,93	3,70
	CP4	14,41	1,84	3,71

Tabela 6. Geometria do cordão de solda

Quanto à geometria do cordão de solda, a altura e largura decresceram à medida que a velocidade de soldagem aumentou. A penetração se mostrou adequada para as condições de soldagem impostas. A largura da ZTA aumentou à proporção que a corrente e tensão aumentaram, concordando com os resultados apresentados por Myers (2016).

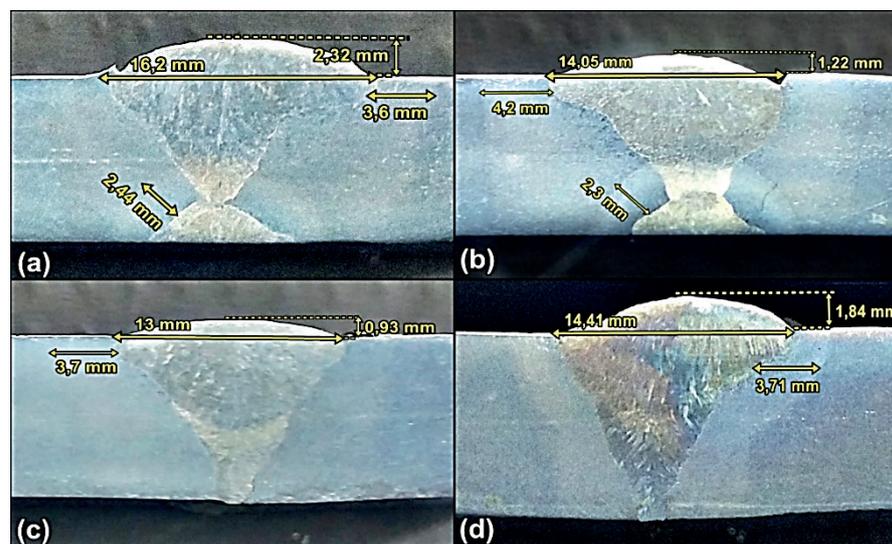


Figura 13. Perfil de geométrico do cordão de solda. (a) CP1; (b) CP2; (c) CP3; (d) CP4

#### 4 | CONCLUSÕES

- O processo de soldagem Innershilded apresentou um comportamento estável, gerando soldas com bom acabamento superficial, boa aparência e penetração satisfatória.
- A zona fundida apresentou maior perfil de dureza, sendo isto atribuído a sua

menor taxa de resfriamento e refinamento da microestrutura.

- O processo de mostrou muito bom na realização do passe de raiz, entretanto, o inconveniente está na necessidade de limpeza cuidadosa para que se evite inclusões de escórias.
- Dificuldades foram encontradas com o preenchimento do chanfro no processo mecanizado.
- Quanto à geometria do cordão de solda a largura decresceu à medida que velocidade de soldagem cresceu. A altura também diminuiu com o aumento da tensão do arco e aumento da velocidade de soldagem.
- O tamanho da ZTA aumentou à proporção que a corrente e tensão aumentaram.

## 5 | AUTORIZAÇÃO/RECONHECIMENTO

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

Araújo, M. R. V. et al. **Microstructural analysis of submerged-arc weldment in low-carbon steel by scanning electron microscopy**. Brazilian Journal of Morphological Sciences, Campinas, v. 22, n. (Suppl.), p. 355-356, 2005.

Arêvalo, H. D. H. **Desenvolvimento e Avaliação de Calorímetros por Nitrogênio Líquido e Fluxo Contínuo para Medição de Aporte Térmico**. Soldag. Insp. São Paulo, Vol.17, Nº. 3, p.236-250, Jul/Set 2012.

Bracarense, A. Q., Modonesi, P. J., Marques, P. V. **Soldagem – Fundamentos e tecnologia**. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2009. 362 p.

Bubnoff, D. V., Ventrela, V.A. **Efeito da tensão do arco elétrico em soldagem por arame tubular com eletrodo aws e-81t1-ni1 na microestrutura do metal de solda**. Cbecimat. 2002.

Fedele, R. **Soldagem de tubulações: metalurgia, procedimentos e desafios**. Metalurgia & Materiais, v.58, n.52. 2002.

Machado, Ivan Guerra. **Soldagem & Técnicas Conexas: Processos**. Porto Alegre. Editado pelo autor, 1996.

Maciel, Theophilo Moura, Freire Júnior, Raimundo Carlos Silverio, Silva, Paulo Guedes da. **Efeito do Carbono Equivalente sobre a Presença de Trincas a Frio em Juntas Soldadas de Aços ARBL**, 8º Congresso Chileno de Ingenieria Mecanica, Vol. 1, 1998, Pag. 575-578.

Modenesi, P.J., Marques, P.V., Santos, D.B. **Introdução à metalurgia da soldagem**. UFMG. Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais. Belo Horizonte. 2012. Disponível em: <http://demet.eng.ufmg.br/wp-content/uploads/2012/10/metalurgia.pdf>, acessado em 17/06/2018.

Myers, Tom. **Innershield Wire FCAW-S Welding Guide**. Disponível em: <https://m.lincolnelectric.com/assets/global/Products/ConsumableFlux-CoredWires-Self-Shielded-Innershield-InnershieldNR-203MP/c32400.pdf>, acessado em 17/06/2018.

## CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DO AÇO INOXIDÁVEL 17-4 PH NITRETADO UTILIZADO NA INDÚSTRIA DE PETRÓLEO E GÁS

### **Ane Caroline Celestino Silva**

Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza (CEETEPS), Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba (FATEC), Discente do Curso de Tecnologia em Processos Metalúrgicos. Pindamonhangaba – São Paulo.

### **Lucas da Silva Vicente**

Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza (CEETEPS), Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba (FATEC), Discente do Curso de Tecnologia em Processos Metalúrgicos. Pindamonhangaba – São Paulo.

### **Christian Egídio da Silva**

OneSubsea S/A - Depto Desenvolvimento e Qualidade de Fornecedores. Taubaté – São Paulo.

### **Cristina de Carvalho Ares Elisei**

Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza (CEETEPS), Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba (FATEC), Docente do Curso de Tecnologia em Processos Metalúrgicos. Pindamonhangaba – São Paulo.

### **Cirlene Fourquet Bandeira**

Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda(UniFOA), Docente do Mestrado Profissional em Materiais (MEMAT). Volta Redonda – Rio de Janeiro.

### **Sérgio Roberto Montoro**

Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza (CEETEPS), Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba (FATEC), Docente do Curso de Tecnologia em Processos Metalúrgicos. Pindamonhangaba – São Paulo.

Fundação Oswaldo Aranha, Centro Universitário de Volta Redonda(UniFOA), Docente do Mestrado Profissional em Materiais (MEMAT). Volta Redonda – Rio de Janeiro.

**RESUMO:** Neste trabalho será apresentada a caracterização microestrutural do aço inoxidável 17-4 PH martensítico destinado à indústria petroquímica. Este foi endurecido por precipitação, via tratamento térmico de solubilização. Posteriormente, passou pelo processo de tratamento superficial de nitretação líquida, provedor de nitrogênio, elevando a dureza superficial do material e resistência à corrosão. Para a caracterização morfológica utilizou-se técnicas metalográficas, que consiste em etapas de preparação de amostra, onde se realiza lixamento e polimento para a remoção das imperfeições superficiais; ataque químico corrosivo com a finalidade de revelar os microconstituintes do metal e microscopia ótica a fim de examinar a superfície da amostra. **PALAVRAS-CHAVE:** aço inoxidável 17-4 PH, caracterização, petroquímica, metalografia.

**ABSTRACT:** In this work the microstructural characterization of stainless steel 17-4 PH martensitic for the petrochemical industry will be presented. This was hardened by precipitation, via solubilization heat treatment. Subsequently, it underwent the surface treatment process

of liquid nitriding, nitrogen supply, raising the surface hardness of the material and resistance to corrosion. For the morphological characterization, metallographic techniques were used, which consists of stages of sample preparation, where sanding and polishing are carried out to remove surface imperfections; corrosive chemical attack with the purpose of revealing the microconstituents of the metal and optical microscopy in order to examine the surface of the sample.

**KEYWORDS:** stainless steel 17-4 PH, characterization, petrochemical, metallography.

## 1 | INTRODUÇÃO

De acordo com Oliveira *et al* (2013), na indústria petroquímica são utilizados equipamentos metálicos, feitos em aço-carbono de alta liga, estes são fundamentais no auxílio do transporte de petróleo e seus derivados. Esses componentes extraídos do pré-sal contribuem com o aceleração do processo corrosivo nos equipamentos de trabalho tornando-se inevitável a perda e espessura do mesmo. Devido à necessidade de obter-se mais controle da taxa de corrosão nos equipamentos, novas tecnologias são estudadas e desenvolvidas na fabricação de aços inoxidáveis, minimizando custo de manutenção e perda total dos equipamentos.

Os aços inoxidáveis martensíticos segundo Colpaert (2008) são considerados equivalentes aos aços utilizados para tempera e revenimento sendo eles ao carbono ou ligados, contendo a principal diferença no teor de cromo que é o elemento responsável por produzir alta temperabilidade, abaixamento da temperatura de início da formação de martensita e aumentando a resistência do amolecimento no revenimento. O processo de austenitização dos inoxidáveis martensíticos ocorre em temperaturas elevadas (de 925 a 1070°C), para que haja uma completa dissolução dos carbonetos presentes no aço a fim de obtermos uma austenita uniforme.

Através de análises metalográficas no aço podem-se medir características micros e macroestruturais, testar hipóteses e características do material, realizando a investigação de causas estruturais deste comportamento. É importante distinguir o objetivo da avaliação, realizar medidas de uma característica apenas ou determinar hipóteses sobre está característica (COLPAERT, 2008).

O estudo do aço inoxidável 17- 4PH visa caracterizar a morfologia estrutural do material e a uniformidade da camada nitretada aplicada como revestimento contra corrosão e endurecimento superficial.

## 2 | METODOLOGIA

O material estudado é uma peça usinada de secção cilíndrica em aço inoxidável

17-4PH nitretada com 50 mm de diâmetro e 20 mm de espessura, dividido em varias partes para a realização de uma varredura na amostra a fim de identificar se o processo gerou uma uniformidade da camada e se não surgiram defeitos na mesma. Conforme ilustrado na Figura 1.

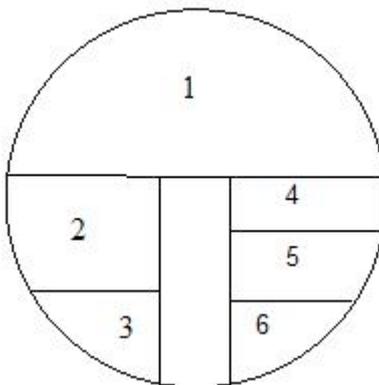


Figura 1 – Esquema do corte das amostras.

Fonte: os autores

Amostra 1 – Foi realizado um corte para analisar todo contorno da amostra. Este teve a finalidade de macrografia para detectar se é possível a visualização da camada macrograficamente e a uniformidade na mesma.

As amostras (2, 3, 4, 5, 6) foram cortadas como ilustra a Figura 1, para a realização de varredura total da peça caracterizando possíveis não uniformidades, defeitos da camada e se haveria diferença na camada da borda ate o centro da amostra.

Os testes foram realizados no Laboratório de Metalografia da FATEC Pindamonhangaba. As amostras foram seccionadas nas direções longitudinais e transversais, em uma maquina de corte metalográfica, CUT OFF 2 Arocor 40 da Arotec com disco de corte abrasivo para materiais duros e refrigeração adequada, em seguida foram realizados embutimentos a quente na PRE 40 Mi, Arotec de 35mm de diâmetro com sistema de aquecimento e refrigeração digital.

O lixamento foi realizado em lixadeira circular automática Aropol 2V da Arotec com refrigeração em água, lixas d'água comuns de carbetto de silício (SiC) granulométricas de 180, 240, 320, 400, 600, 800, 1200, 1500, 2000. O processo de polimento foi realizado em uma politriz Aropol 2V da Arotec com refrigeração em água destilada com abrasivo alumina 1 $\mu$ m (Arotec) e 0,03 $\mu$ m (Pantec). Posteriormente foram lavadas com água destilada, álcool etílico e secadas a ar quente.

O ataque químico para revelação microestrutural foi efetuado com reagente Marble indicada para aços inoxidáveis durante 5s, este reagente tem por objetivo a revelar a camada nitretada além da estrutura da matriz do aço, conforme recomendação do Metals Hand Book, para as análises metalográficas baseado nas normas ASTM E 3-95 6 – “Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens” e ASTM E 407-937 – “Standard Practice for Microetching Metals and Alloys” para a especificação

da microestrutura.

### 3 | RESULTADOS

A composição química e estrutura de um aço são responsáveis pela sua caracterização de suas propriedades, estes podem ser feitos por diversos métodos e técnicas de análise química. Técnicas metalográficas são utilizadas para a caracterização micro e macroestrutural.

Segundo Coalpaert (2008), a maior parte das características estruturais determinantes para o desempenho dos metais esta na faixa de 10 mm até 1 mm, faixa coberta por diversas técnicas metalográficas, sendo assim a importância desta análise para desenvolvimento e controle das características do aço.

O aço inoxidável 17-4PH, possui a família de aços inoxidáveis martensíticos, capaz de oferecer uma ampla gama de propriedades mecânicas elevadas (até 1400 MPa) e boa resistência a corrosão, através de diferentes ciclos de tratamento térmicos. Material muito utilizado nas indústrias de petroquímica, aeronáutica, naval, nuclear, cirúrgica, entre outras. Abaixo na tabela 1 informa-se a composição química do aço.

%	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Nb	S	P
Min.	-	-	-	3,00%	15,0%	-	3,00%	5 x C	-	-
Max.	0,07%	0,70%	1,50%	5,00%	17,0%	0,60%	5,00%	0,45	0,030%	0,040%

Tabela 1 – composição química do aço inoxidável 17-4PH.

Fonte: EN 100088-3.

Após o ataque químico, com a análise metalográfica por microscopia óptica conseguiu-se a visualização da superfície do aço e percebeu-se que o ataque realizado foi bem-sucedido, pois o mesmo possibilitou a revelação da estrutura em a morfologia do inox, bem como também o tratamento superficial realizado.

Com a revelação através de ataque químico, observamos que de fato a estrutura do aço é martensítica, como está apresentada na Figura 2, sendo possível identificar que o tratamento superficial realizado através de nitretação que possui três regiões diferentes, conforme apresentado na Figura 3.



Figura 2 – Revelação microestrutural do inoxidável 17-4 PH, em aplicação de 100X, ataque químico corrosivo Marble.

Fonte: os autores

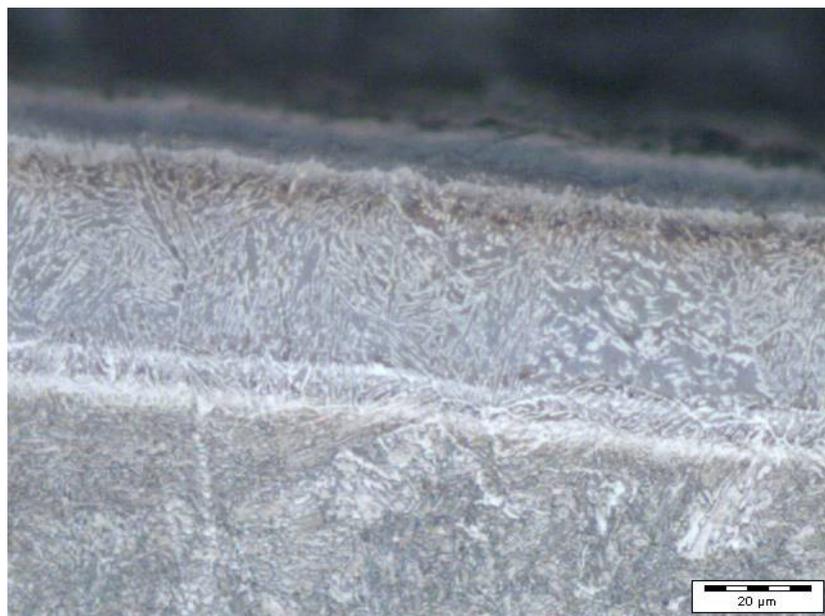


Figura 3 - Micrografia do aço inoxidável 17-4PH, ampliação de 500X, ataque químico corrosivo Marble.

Fonte: os autores

#### 4 | DISCUSSÃO

Os aços inoxidáveis martensíticos podem ser considerados equivalentes aos aços carbono ou ligados, para tempera ou revenimento, com diferença principal no teor de cromo.

Devido ao alto teor de cobre nesta liga de inoxidável 17-4PH, o material apresenta uma excelente resistência corrosão, similar aos aços inoxidáveis austeníticos. A microestrutura deste aço o torna insensível a corrosão intergranular e altamente

resistente a corrosão por fadiga e corrosão sob tensão.

No tratamento de envelhecimento e solubilização, os compostos intermetálicos à base de cobre, níobio, são dissolvidos na matriz austenítica, seguido de um resfriamento brusco para evitar a precipitação destes intermetálicos, formando assim uma martensita de baixa dureza.

Segundo Colpaert (2008), grande parte do endurecimento deste aço ocorre durante o processo de envelhecimento, ocorrendo algumas precipitações na estrutura martensítica em sua microestrutura. Conforme ilustrado na Figura 4.

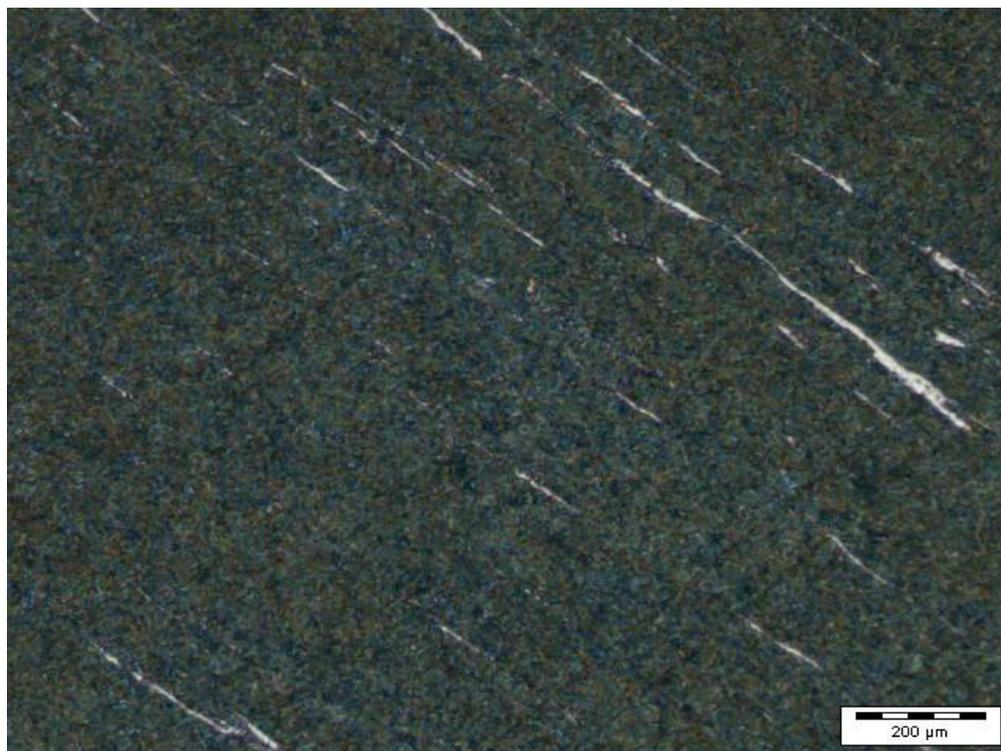


Figura 4 – Precipitados na estrutura martensítica, ampliação de 50X, ataque químico corrosivo Marble.

Fonte: os autores

O tempo e a temperatura do tratamento são de suma importância nos ciclos de envelhecimento, pois os precipitados responsáveis pelo envelhecimento possuem pequenas dimensões sendo pouco eficiente.

## 5 | CONCLUSÃO

A partir do resultado obtido pelo experimento realizado concluiu-se que o reagente de ataque químico corrosivo Marble apresentou bom resultado revelando a microestrutura e morfologia do material estudado.

Após análise das imagens capturadas pelo microscópio óptico foi possível identificar que o processo de tratamento superficial realizado por nitretação líquida gerou uma camada relativamente uniforme, com subcamadas, formada por três

regiões diferentes, com características distintas.

A dureza dessas subcamadas identificadas na superfície de nitretação, podem apresentar diferentes durezas e para analisá-las com mais profundidade deve-se utilizar equipamento de microdureza para caracterizá-las adequadamente. Como este trabalho ainda está em andamento posteriormente as amostras serão submetidas a microdureza, conforme a norma DIN 50 190 – *Hardness depth of heat-treated parts – Determination of the effective depth of carburized and hardened cases*.

## REFERÊNCIAS

AÇOS VILLARES. **Aços Inoxidáveis V630 (17-4PH/ UNS S17400/ WNr. 1.4542)**. catálogo. São Paulo. n.1, 03/2007.

ALVES JR, C. **Nitretação a Plasma- Fundamentos e Aplicações**. 1ª ed. EDUFRRN, 2001.

ASM HANDBOOK. Stainless steel casting alloys: Metallographic and microstructures. **Metallography and microstructures**. 5º ed. Editoa Handbook ASM, 1992.

ASTM E 407-93. **Standard Practice for Microetching Metals and Alloys**. USA: ASTM International; 1997.

ASTM E3-95. **Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens**. USA: ASTM International, 1995.

COLPAERT, H. Aços Inoxidáveis. **Metalografia de produtos siderúrgicos comuns**. 4º ed. São Paulo: Editora Blucher, 2008. cap.16. p. 521 – 545.

DIN 50 190. **Hardness depth of heat-treated parts – Determination of the effective depth of carburized and hardened cases**. Germany: DIN, 1979.

SILVA, S. A. Ensaio de Dureza. In: Souza, S.A. **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos Teóricos e Práticos**. 5ª ed. São Paulo: Blucher, 1982. cap.4. p. 103-136.

## PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO BAIXO CARBONO APÓS PROCESSO DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

**Vanessa Moura de Souza**

UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Porto Alegre – Rio Grande do Sul

**Vinicius Martins**

IFSul – Instituto Federal Sul Rio-Grandense

Sapucaia do Sul – Rio Grande do Sul

**RESUMO:** O conhecimento das propriedades mecânicas é de suma importância para as questões de escolha de materiais. Em processos e projetos, determinados componentes de máquinas e estruturas metálicas se encontram mecanicamente solicitados, a análise destes permite a obtenção das condições de trabalho desejadas. Deste modo, é necessário identificar os valores de tensão e deformação que levarão a peça a uma falha. Este trabalho objetiva caracterizar o processo de deformação plástica de um aço AISI 1045 antes e após um processo de trefilação para uma redução em área de seção transversal. As curvas de escoamento real, convencional e de Hollomon, obtidas por meio de ensaios experimentais de tração e compressão para amostras jateadas e trefiladas caracterizaram o material utilizado. Os resultados sugerem as características das condições analisadas, assim como as propriedades intrínsecas do objeto de estudo. Além disso, as equações encontradas poderão

ser utilizadas para alimentação de softwares de simulação computacional para descrever e/ou otimizar o processo de trefilação em questão.

**PALAVRAS-CHAVE:** AISI 1045, tração, compressão, trefilação, curva escoamento.

**ABSTRACT:** The knowledge of mechanical properties is of paramount importance when choosing materials as certain machinery components and steel structures are mechanically requested on projects. A well-defined process has better engine and tooling efficiency; lower manufacturing costs; and consequently, greater energy efficiency in production, operating with industrial and economic focus on sustainability. This way, it is necessary to identify the tension and deformation values that could lead a mechanical piece to fail. This paper aims to characterize the plastic deformation process of an AISI 1045 steel before and after drawing processing it for a reduction in cross-sectional area. The true flow, conventional and Hollomon curves obtained by traction and compression tests with blasted and wire drawn samples characterize the used material. The results suggest the characteristics of the studied conditions, as well as the intrinsic properties of the object of study, demonstrating the increased resistance that the material acquires after the plastic deformation process. Furthermore, the found equations may be used

as input for computational simulation software to help describing and optimizing the wire drawing process.

**KEYWORDS:** AISI 1045, traction, compression, wire drawing, flow curve.

## 1 | INTRODUÇÃO

Durante um processo de deformação plástica a frio, materiais metálicos têm suas propriedades mecânicas alteradas devido ao escoamento dos planos cristalinos, conhecido como encruamento (BRESCHIANI FILHO et al, 2011). Este fenômeno é inerente à conformação mecânica massiva e está presente na fabricação de barras de aço trefiladas, que serão utilizadas, por exemplo, em amortecedores de automóveis (SOUZA, 1986). A evolução dos processos de fabricação, bem como a crescente competitividade e a necessidade de se evitar a perda de matéria-prima, requer que os fenômenos envolvidos sejam controlados. Desta forma, evitam-se custos desnecessários e o desperdício de energia para que se melhorem as propriedades da peça (SCHAEFFER, 2004). Um conhecimento mais aprofundado dos parâmetros e das características do material permitirá a produção de barras de aço com menores perdas e, portanto, evitando-se custos elevados, por meio da redução de consumo energético, permitindo uma fabricação mais sustentável.

Neste trabalho serão levantadas as curvas de escoamento de barras de um aço de médio teor de carbono, AISI 1045, que são utilizadas na produção de componentes da indústria. A importância do tema está referenciada no aumento de resistência ao escoamento e da resistência à ruptura em barras de aço do material estudado, submetidas a um processo de trefilação, com uma redução de área de seção transversal conhecida.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia deste trabalho está dividida em cinco etapas fundamentais: pesquisa bibliográfica, aquisição das barras de aço no processo industrial, usinagem dos corpos de prova, realização dos ensaios e análise/tratamento dos dados. O método experimental foi realizado com a coleta de corpos de prova do aço AISI 1045 antes e após o processo de trefilação para efetuar ensaios de tração, compressão.

### 2.1 Preparação das Amostras

As amostras foram retiradas a partir de duas barras de aço de 1 metro de comprimento de um processo industrial de trefilação combinada em duas diferentes regiões, jateada e trefilada, conforme apresentado no processo de trefilação

combinada na Figura 1 (SOUZA, 2011). Foram ensaiados 3 corpos de prova para cada condição.

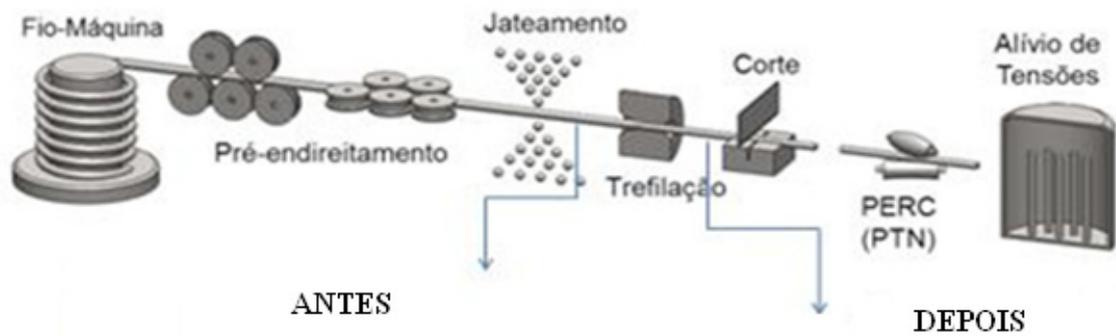


Figura 1. Processo de trefilação combinada

Os corpos de prova cilíndricos utilizados no ensaio de tração foram preparados de acordo com a norma ABNT:NBR 6152 (ABNT, 1992), na Figura 2 têm-se as dimensões utilizadas. A área útil considerada foi de 122,72 mm<sup>2</sup>, considerando o diâmetro inicial de 12,5 mm com altura inicial de 75 mm de comprimento.

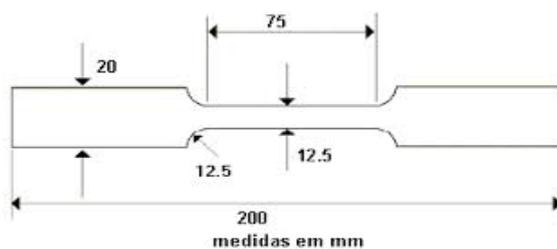


Figura 2. Corpo de prova de ensaio de tração

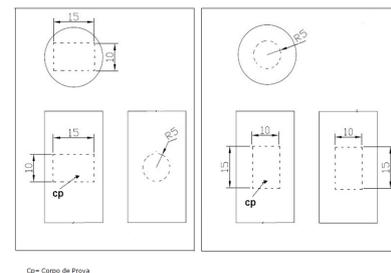


Figura 3. Corpo de prova de ensaio de compressão

Os corpos de prova para compressão foram dimensionados conforme Norma ASTM: E9 (ASTM, 2000), esquematizados na Figura 3, onde a área útil considerada foi de 78,54 mm<sup>2</sup>, considerando o diâmetro inicial de 10 mm com altura inicial de 15 mm de comprimento.

## 2.2. Equipamento

O equipamento utilizado para a realização dos ensaios foi uma máquina universal de ensaios EMIC®. Os experimentos foram conduzidos com taxa de carregamento de 5 mm/min em um ambiente com temperatura ambiente de 23°C. (±1). A Tabela 1 apresenta a descrição da máquina utilizada.

Equipamento	EMIC DL100t
Capacidade	10.000(Kgf)/100kN
Acionamento	Eletromecânico
Velocidade (mm/min)	250

Tabela 1. Características técnicas do equipamento

## 2.3. Ensaio de Tração e Ensaio de Compressão

No ensaio de tração as amostras foram fixadas no dispositivo acoplado à máquina, no qual o sistema fez a aplicação de forças crescentes de tração; de maneira contínua até a ruptura do corpo de prova. O material foi alongado sob tração uniaxial a uma velocidade constante. A carga necessária para alongar o corpo de prova foi registrada em função do tempo e do alongamento, obtendo-se, desta forma, uma curva do material ensaiado, sendo a força é registrada em Newtons e o aumento de comprimento em milímetro.

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1. Ensaio de Tração

Os resultados obtidos demonstram valores médios de tensão máxima de 630 MPa no ensaio de tração e chegaram a 930 MPa em compressão, Figura 4. A região de deformação elástica difere entre os dois testes devido às diferenças no método de aquisição dos dados de deslocamento dos corpos de prova, a fixação da amostra ao aparelho pode ter sido um dos fatores que acarretou valores diferentes para o ensaio de compressão (SPIM; GARCIA; SANTOS, 2012).

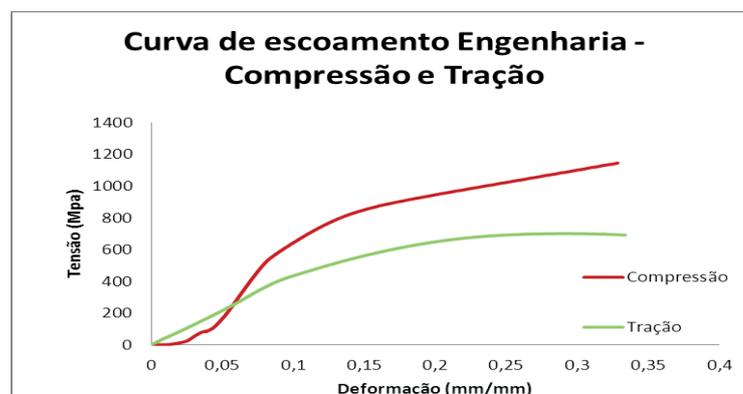


Figura 4. Curva de escoamento Engenharia - Compressão e tração

A Figura 5 demonstra a comparação entre as curvas tensão-deformação real e de engenharia para a amostra jateada no ensaio de tração, já a Figura 6 apresenta

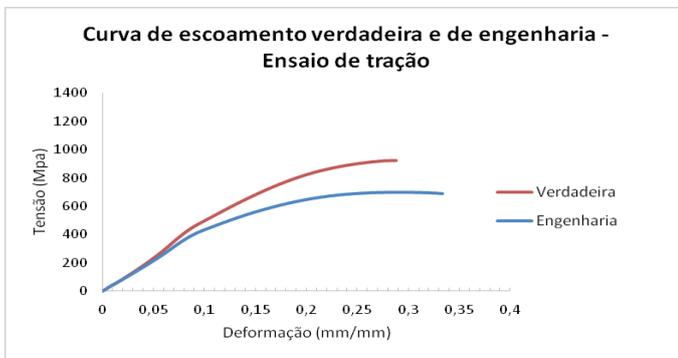


Figura 5. Curva de escoamento verdadeira e de engenharia - Ensaio de tração

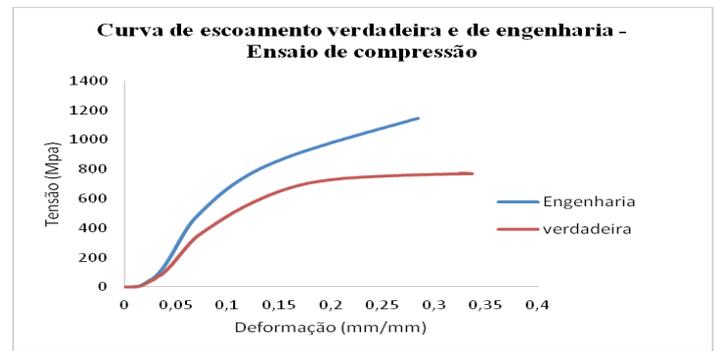


Figura 6. Curva de escoamento verdadeira e de engenharia - Ensaio de compressão

a comparação entre essas curvas para a amostra jateada no ensaio de compressão.

Neste comparativo pôde-se verificar que a curva de engenharia para o ensaio de tração localiza-se abaixo da curva real, já para o ensaio de compressão, esse comportamento apresenta-se de forma inversa. De acordo com Dieter (1996), a deformação verdadeira é válida somente até o ponto anterior ao início da estricção, onde o carregamento é máximo e as deformações excedem significativamente a deformação de engenharia calculada.

Na Figura 7 são apresentadas as curvas de escoamento para os três corpos de prova jateados ensaiados em tração.

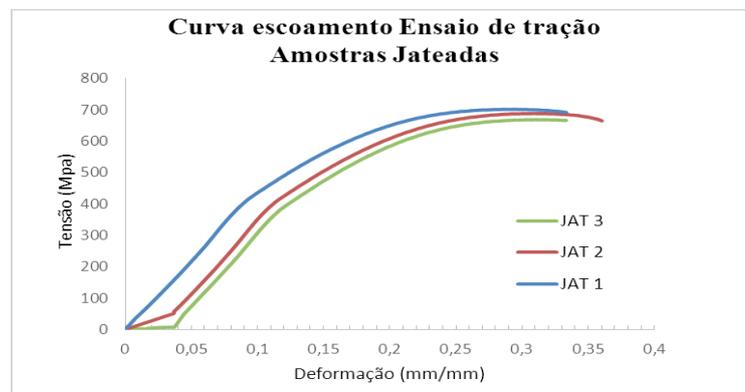


Figura 7. Curva de escoamento das amostras jateadas - Ensaio de tração

Conforme Spim, Garcia e Santos (2012), os mesmos materiais não apresentarão diagramas iguais, devido aos fatores que influenciam nos resultados como composição, imperfeições microscópicas, fabricação, taxa de carga e temperatura utilizada no teste. Entretanto, considerando o mesmo processo de fabricação, velocidade e temperatura dos ensaios, os valores obtidos nas amostras jateadas apresentam similaridade nos valores obtidos.

Conforme apresentado na Tabela 2 verificam-se as propriedades mecânicas das amostras jateadas analisadas por meio do ensaio de tração.

Ensaio de tração - curva de engenharia				
Propriedade	Resistência Escoamento (0,2%)	Resistência Mecânica	Módulo de elasticidade	Alongamento uniforme
Unidade	MPa	Mpa	GPa	%
Jateada1	407,4	701,4	214	33%
Jateada2	400,9	688,1	241	37%
Jateada3	383,0	668,5	221	39%
Média	397,1	686,0	225	36%
Desvio	10	14	12	2%

Tabela 2. Propriedades mecânicas das amostras jateadas - Ensaio de tração

A resistência de escoamento condiz com a determinação da ASTM (ASTM, 2000), de 310 a 485 MPa. Este valor representa a mudança da zona elástica para a plástica, quando o fenômeno não é bem definido, considera-se na deformação de 0,002 mm/mm. Os resultados obtidos nas amostras jateadas, apresentaram uma média de 686 MPa, que também estão no alcance dos valores esperados para aços médio carbono que estão na faixa de 585 a 690MPa.

O módulo de elasticidade ou de Young pode ser considerado como a rigidez, ou uma resistência do material à deformação elástica, em que é válida a Lei de Hooke. Nas amostras encontrou-se o valor médio de 225 GPa, ligeiramente acima do que se espera de um aço de médio teor de carbono que é 200GPa. Quanto ao alongamento uniforme obteve-se a média de 36%, valor superior quando comparado à literatura, que está na faixa de 16% (ASTM, 2000). Quando comparado aos valores sugeridos por Chiaverini (1990), aços de médio carbono 1050 apresentam alongamento na faixa de 10 a 30%, os resultados obtidos são coerentes.

O corpo de prova obtido após o ensaio de tração das amostras jateadas apresentou fratura dúctil, Figura 8, percebe-se que o aço rompeu de forma dúctil pelo perfil “taça” na região de fratura. Este tipo de fratura pode se formar na superfície do corpo de prova após o limite de carregamento e que como consequência atingiu o limite de resistência à fratura do material. A fratura dúctil é caracterizada por uma extensa deformação plástica, diferente da deformação mínima obtida em matérias frágeis (ASKELAND; PHULÉ, 2008).



Figura 8. Amostra jateada - fratura dúctil.

A Figura 9 apresenta que a amostra trefilada atingiu uma deformação em torno de 13% do seu tamanho inicial de 75 mm, sem romper o corpo de prova.



Figura 9. Amostra trefilada após ensaio de tração.

### 3.2. Ensaios de Compressão

Na Figura 10 são apresentadas as curvas de escoamento para o ensaio de compressão para as amostras jateadas.

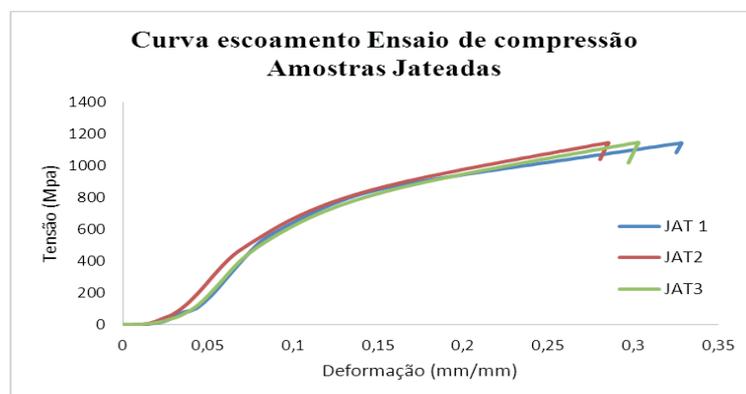


Figura 10. Curva de escoamento das amostras jateadas - Ensaio de compressão

A resistência mecânica para o material alcança um valor médio de 1131 MPa e os valores de alongamento máximos são de 31% e a resistência ao escoamento atingiu um valor médio de 556 MPa, conforme Tabela 3.

Ensaio de compressão - curva de engenharia				
Propriedade	Resistência Escoamento (0,2%)	Resistência Mecânica	Módulo de elasticidade	Alongamento uniforme
Unidade	MPa	MPa	GPa	%
Jateada 1	536	1126	214	33%
Jateada 2	555	1138	241	29%
Jateada 3	579	1130	221	30%
Média	556	1131	225	31%
Desvio	18	5	12	2%

Tabela 3. Propriedades mecânicas das amostras jateadas – ensaio de compressão

Tanto os valores de resistência mecânica quanto de resistência ao escoamento apresentam diferenças em relação aos valores encontrados na amostra jateada para o ensaio de tração, para a resistência ao escoamento a diferença foi em torno de 28% e para a resistência mecânica a diferença foi de 39%. Estas diferenças são devidas às características intrínsecas de cada ensaio, além disso, este valor também se deve à forma como se dá a medição em relação ao fenômeno de estricção, que ocorre apenas no ensaio de tração.

Na Figura 11 são apresentadas as curvas de escoamento para o ensaio de compressão para as amostras trefiladas, conforme Tabela 4.

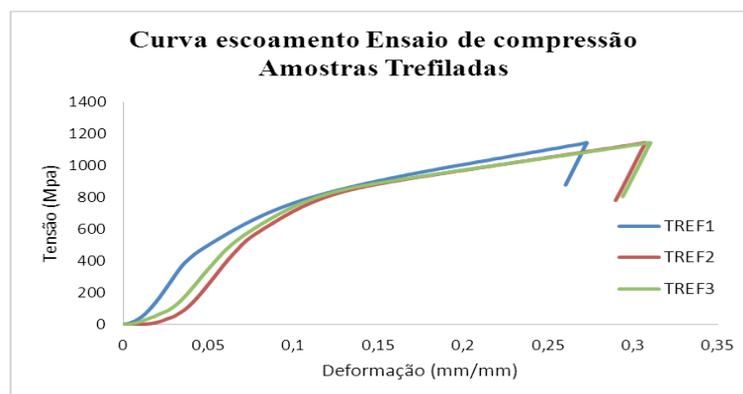


Figura 11. Curva de escoamento das amostras trefiladas - Ensaio de compressão

Ensaio de compressão - curva de engenharia				
Propriedade	Resistência Escoamento (0,2 %)	Resistência Mecânica	Módulo de elasticidade	Alongamento uniforme
Unidade	MPa	Mpa	GPa	%
Trefilada 1	673	1146	214	27%
Trefilada 2	615	1148	241	31%
Trefilada 3	647	1149	221	31%
Média	645	1148	225	27%
Desvio	24	1	12	2%

**Tabela 4.** Propriedades mecânicas das amostras trefiladas

Na comparação dos resultados das amostras jateadas e trefiladas para o ensaio de compressão, observaram-se valores (Tabela 3 e Tabela 4) de 556 MPa e 645MPa, respectivamente, para os valores de resistência ao escoamento. Para a resistência mecânica encontrou-se um valor de 1131 MPa para a jateada e 1148 MPa para a trefilada. O processo de encruamento proporcionou um ganho de resistência ao escoamento de 13% para esta redução em trefilação, o que significa que este processo de fabricação garante um ganho de resistência ao material. O metal mais encruado apresenta maiores limites de escoamento, maior dureza e menor alongamento e estrição. À medida que a resistência se eleva pelo encruamento a ductilidade decresce (BRESCIANI FILHO et al, 2011). A resistência mecânica para ambas as condições analisadas não apresentou diferenças significativas.

### 3.3. Equação de Hollomon

Para obter a equação de Hollomon, que descreve a resistência ao escoamento ( $K_f$ ) como função da deformação verdadeira no processo de deformação a frio, utilizaram-se os dados obtidos na Tabela 5.

Ensaio	Linearização		Ensaio	Linearização	
	C	N		C	N
Jateada 1	1045	0,23	Trefilada 1	1038	0,17
Jateada 2	1140	0,26	Trefilada 2	963	0,15
Jateada 3	1127	0,28	Trefilada 3	930	0,13
Média	1104	0,26	Média	977	0,15
Desvio	52	0,03	Desvio	55	0,02

**Tabela 5.** Dados obtidos na linearização de tensão e deformação

O coeficiente de encruamento médio encontrado foi de 0,26 para os materiais jateados e 0,15 para os trefilados. Esta medida também pode ser considerada como o valor da ductilidade, uma vez que ele indica a deformação verdadeira para a qual se inicia a estrição do metal, o que significa um valor de 26% de alongamento

para jateados e 15% para os trefilados. O que se justifica, visto que materiais mais endurecidos apresentam menos ductibilidade. Segundo Helman e Cetlin (2006), os valores estão de acordo para aços de médio teor de carbono,  $n = 0,26$ .

Já o parâmetro C, valor indicativo da tensão de escoamento máxima obtido, foi de 1104 MPa para o material jateado e 977 MPa para o material trefilado. As equações de escoamento de Hollomon encontradas para o material analisado são apresentadas na Tabela 6.

Amostras Jateadas	$K_f = 1104 \cdot \Phi^{0,26}$
Amostras Trefiladas	$K_f = 977 \cdot \Phi^{0,15}$

**Tabela 6.** Equações de Hollomon para as amostras analisadas

## 4 | CONCLUSÕES

Este estudo voltou-se para a avaliação do comportamento e das propriedades mecânicas de um aço AISI 1045, antes e após o processo de trefilação, o qual foi submetido a uma redução de 11% da área de seção transversal. Foram analisados aspectos da caracterização e do ganho de resistência mecânica, antes e após o processo de deformação plástica.

Diante dos resultados experimentais obtidos e a partir das discussões apresentadas é possível concluir que o material objeto deste estudo apresentou coeficiente de elasticidade, resistência mecânica e coeficiente de encruamento condizente com a literatura, além disso, estas equações poderão ser utilizadas futuramente para alimentação de softwares de simulação computacional para descrever ou otimizar o processo de trefilação em questão.

## REFERÊNCIAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. - Materiais metálicos: Ensaio de tração à temperatura ambiente. **NBR 6152**. Rio de Janeiro, 1992.

ASKELAND, Donald R.; PHULÉ, Pradeep P. **Ciência e engenharia dos materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2008.

ASTM – American Society for Testing and Materials, Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. **ASTM:E9 – 89<sup>a</sup>**. West Conshohocken, PA. United States, 2000.

BRESCIANI FILHO, E. et al. **Conformação Plástica dos Metais**. Volume 1. São Paulo: UPUSP, 2011.

CHIAVERINI, Vicente. **Tecnologia Mecânica – Processo de fabricação e tratamento**, Volume 3, 2ªEd. New York: McGraw-Hill, 1990.

DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. 4ªed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1996.

HELMAN, H. e CETLIN, P. R. **Fundamentos da Conformação Mecânica dos Metais**. 2ªed. São Paulo: Artiliber, 2006.

SCHAEFFER, Lirio. **Conformação mecânica**. 2ª ed. Porto Alegre: Imprensa Livre Editora, 2004.

SOUZA, Sergio Augusto de - **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos**. 5ª Ed. São Paulo, Blucher, 1986.

SOUZA, Tomaz Fantin de. **Simulação computacional de um processo de trefilação para produção de barras redondas de aço AISI 1045**. Dissertação de mestrado em Engenharia na área de Processos de Fabricação. Porto Alegre: UFRGS, 2011.

SPIM, J.A.; GARCIA, A.; SANTOS, C.A. **Ensaio dos materiais**. 2ª Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

## COMPORTAMENTO ESTRUTURAL DAS MATRIZES METÁLICAS DO SISTEMA FE-CU-NB OBTIDAS POR PRENSAGEM A QUENTE

### Hellen Cristine Prata de Oliveira

Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP,  
Rede Temática em Engenharia de Materiais –  
REDEMAT, Ouro Preto/MG, Brasil.

### Marcello Filgueira

Universidade Estadual do Norte Fluminense –  
UENF, Centro de Ciência e Tecnologia – CCT,  
Laboratório de Materiais Avançados – LAMAV,  
Campos dos Goytacazes/RJ, Brasil.

**RESUMO:** O presente trabalho tem como objetivo estudar as ligas metálicas 56,66%Cu – 28,33%Fe – 15%Nb; 50%Cu – 25%Fe – 25%Nb; 43,34%Cu – 21,67%Fe – 35%Nb e 36,33%Cu – 18,33%Fe – 45%Nb, observando o comportamento da estrutura quando se adiciona nióbio nas ligas, devido a possibilidade de substituição de cobalto pelo nióbio em matriz metálica para atuar como ligante em ferramentas diamantadas. Os pós metálicos foram misturados e então prensados a quente a 800°C/35MPa/3 min, ocorrendo a sinterização. Realizaram-se nestes sinterizados difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura e microanálise por espectroscopia dispersiva de energia a fim de avaliar a microestrutura resultante do processo de sinterização das matrizes metálicas e a efetividade da sinterização entre os elementos Fe, Cu e Nb. Foi determinado também a densidade relativa, a porosidade e a dureza HV5. Os resultados

mostraram que com o aumento do teor de nióbio nas ligas metálicas há um favorecimento na formação de soluções sólidas, o que implica na melhora das propriedades mecânicas e físicas.

**PALAVRAS-CHAVE:** sistema Fe-Cu-Nb, caracterização estrutural, MEV/EDS.

**ABSTRACT:** The present work aims to study the alloy Cu 56.66% - 28.33% Fe - 15% Nb; 50% Cu - 25% Fe - 25% Nb; Cu 43.34% - 21.67% Fe - 35% Nb and Cu 36.33% - 18.33% Fe - 45% Nb, observing the behavior of the structure when adding the niobium alloys, due to the possibility of substituting the cobalt by niobium in the metallic matrix to act as a binder for diamond tools. The metallic powders were mixed and then hot-pressed at 800 ° C / 35MPa / 3 min, sintering occurs. Were held in these sintered XRD, SEM and EDS to evaluate the microstructure resulting from the process of sintering metal matrix and the effectiveness of the sintering between Fe, Cu and Nb elements. Also it was determined the relative density, porosity and hardness HV5. The results showed that with the increase of the niobium content alloys there is a bias in the formation of solid solutions, which implies improved mechanical properties.

**KEYWORDS:** system Fe-Cu-Nb, structural characterization, SEM/EDS.

## 1 | INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó é uma técnica de conformação mecânica relativamente recente. Uma das suas principais utilizações está no uso de pós metálicos para produção de matrizes metálicas. Geralmente esse processo é usado quando a metalurgia convencional não é capaz de atender aos requisitos, como temperatura de processo e porosidade, requerida para o processo e produto final. Essa rota de processamento dos pós consiste basicamente das etapas de preparação dos pós, compactação dos mesmos e sinterização. A sinterização sob pressão (ou prensagem a quente) é uma técnica comumente utilizada para a produção de matrizes para ferramentas de corte diamantadas (UPHADHYAYA, 2009).

A escolha da matriz metálica adequada a cada aplicação depende de uma série de fatores, como a escolha dos ligantes, da técnica de sinterização e propriedades mecânicas e físicas adequadas. Devido às complexas condições de operação nas quais as ferramentas diamantadas são expostas, matrizes metálicas ligantes de diferentes composições são normalmente usadas. Ligantes à base de cobre, de bronze, de cobalto, de tungstênio, o composto carбето de tungstênio, bem como outras combinações, são largamente utilizados nas ferramentas usadas nas operações de desmonte e beneficiamento de rochas abrasivas (OLIVEIRA, 2010; DEL VILLAR *et al.*, 2001).

Por muitos anos o cobalto tem sido usado no processamento das ferramentas diamantadas, por isso, quase a totalidade das ferramentas diamantadas comerciais é feita utilizando como ligante o Co, e em grandes quantidades, pois combina compatibilidade química com o diamante nas temperaturas de processamento, uma adequada retenção do diamante e excelente resistência ao desgaste após processamento ou operação de corte. Apesar de promover elevada aderência para com o diamante, o cobalto é altamente tóxico e caro quando comparado com pós facilmente encontrados no mercado brasileiro (Fe e Cu) (SHIBUTA, 1983; DEL VILLAR *et al.*, 2001; OLIVEIRA *et al.*, 2007).

Assim sendo, o desenvolvimento de novas ligas metálicas para a adesão de diamantes com base na introdução de nióbio (Nb), visando à substituição do Co em ligas do sistema Fe-Cu no uso direto em ferramentas de corte do setor de rochas ornamentais e construção civil, é de grande relevância na área científica. Além do mais, o Brasil detém cerca de 98% das reservas de Nb no mundo, sendo estratégico o uso deste metal em mais esta aplicação importante na indústria nacional (OLIVEIRA, 2010).

No presente trabalho, foram estudadas as matrizes metálicas ligantes para ferramentas diamantadas do sistema Fe-Cu-Nb variando os teores de 15 a 45%Nb em peso: 28,34%Fe – 56,66%Cu – 15%Nb; 25%Fe – 50%Cu – 25%Nb; 21,67%Fe – 43,33%Cu – 35%Nb; 18,34%Fe – 36,66%Cu – 45%Nb. Este trabalho avalia o comportamento estrutural da adição de Nb, em substituição ao Co no sistema Fe-Cu-

Co, visando o uso como matriz ligante em ferramentas diamantadas, variando o teor de Nb de 15 a 45% em peso.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

No presente trabalho, foram estudadas as matrizes metálicas ligantes do sistema Fe-Cu-Nb variando os teores de 15 a 45%Nb em peso, de acordo com as seguintes composições:

- 28,34%Fe – 56,66%Cu – 15%Nb
- 25%Fe – 50%Cu – 25%Nb
- 21,67%Fe – 43,33%Cu – 35%Nb
- 18,34%Fe – 36,66%Cu – 45%Nb

De acordo com as composições apresentadas para a liga Fe--Cu–Nb, foram misturados os pós de ferro atomizado, com tamanho médio de partícula de 50  $\mu\text{m}$  e cobre atomizado, com tamanho médio de partícula de 67  $\mu\text{m}$ , provenientes da empresa Metal Pó. Enquanto que o nióbio, que sofreu hidrogenação – moagem – desidrogenação, com tamanho médio de partícula de 45  $\mu\text{m}$  (325 mesh), foi cedido gentilmente pelo Departamento de Engenharia de Materiais – Escola de Engenharia de Lorena – DEMAR-EEL-USP.

As misturas dos pós foram realizadas durante 30 minutos em um misturador industrial para metais e diamantes, fabricado pela *Pyramid*. A sinterização dos pós metálicos foi feita por prensagem a quente (Metalurgia do Pó), usando os parâmetros de sinterização: 35MPa / 800°C / 3 min.

A análise difratométrica (DRX) das amostras pesquisadas foram efetuadas em um difratômetro do tipo comercial, marca *Shimadzu*, modelo XRD 7000, disponível no LAMAV/CCT/UENF. A varredura foi feita variando  $2\theta$  de 30 a 100°, com passo ( $\Delta\theta$ ) de 0,03 s e tempo de 0,5 s, usando a radiação de Cu- $K_{\alpha}$ .

A determinação dos picos dos difratogramas e a identificação das fases presentes nas matrizes metálicas foram realizadas com o auxílio do banco de dados cristalográficos do JCPDS (*Joint Committee of Powder Diffraction Standards*) e CIF (*Crystallograph Standart*), além de comparar os dados das distâncias interplanares referente aos planos cristalográficos encontrados na literatura.

A análise da microestrutura das matrizes metálicas foi realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca Shimadzu, modelo SSX-550, disponível no LAMAV/CCT/UENF, sendo as imagens geradas a partir de elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE). Foi avaliada a efetividade da sinterização através dos componentes estruturais, porosidade e segregação.

Com o auxílio de um espectrômetro por dispersão de energia (EDS), acoplado ao microscópio eletrônico de varredura SSX-550, foi realizada a microanálise pontual

e em linha, obtendo informações sobre a presença de fases e soluções sólidas, e a distribuição dos elementos químicos presentes através do mapeamento por raios X característicos dos constituintes metálicos.

As medidas da Dureza Vickers (HV5) das matrizes metálicas foram realizadas utilizando uma carga de 5kgf durante 15 segundos para cada endentação, utilizando o duromêtro da marca *Otto Wolpert Werk* modelo dia testor 2 Rc pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos/DEMET/UFOP.

A densidade relativa ( $\rho_r$ ) foi obtida pela razão entre a densidade aparente e a densidade teórica do material.

A porosidade é uma estimativa da quantidade de poros existentes nos materiais, que se obtém a partir da diferença entre 100 e a densidade relativa do material ( $100 - \rho_r$ ). A análise da porosidade revela o quanto poroso está o material, sendo que está também pode ser observada pela microestrutura e pela diminuição das propriedades mecânicas (OLIVEIRA, 2010).

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 mostra os difratogramas obtidos das ligas Fe-Cu-Nb, onde o teor de Nb varia: 15, 25, 35 e 45% em peso, sendo identificadas as fases Cu, Nb e solução sólida Fe (Fe( $\alpha$ )).

Verifica-se a sobreposição dos picos à medida que a concentração de Nb é aumentada, sendo observado junto ao *background* o possível início da formação das fases secundárias: FeNb; Fe<sub>2</sub>Nb; Fe<sub>7</sub>Nb<sub>6</sub>; Fe<sub>a</sub>Nb<sub>b</sub>; CuFe.

Com o aumento de elemento Nb na liga, faz com que a rede CCC da fase Nb fique saturada e se transforme para a rede HCC, formando a fase Laves  $\epsilon$  (Fe<sub>2</sub>Nb) e, conseqüentemente, até mesmo para a rede CFC de fase metaestável, dependendo da quantidade de elemento adicionado, formando soluções sólidas como Fe<sub>7</sub>Nb<sub>6</sub> (fase  $\mu$ ) e Fe<sub>a</sub>Nb<sub>b</sub>.

As alterações na estrutura das fases são sensíveis, sendo reveladas a partir da concentração de 25%Nb, devido à instabilidade das fases, mostrando que o processo de transformação CCC  $\rightarrow$  HCC  $\rightarrow$  CFC ocorre à medida que a concentração de Nb é aumentada (LIN *et al.*, 1999).

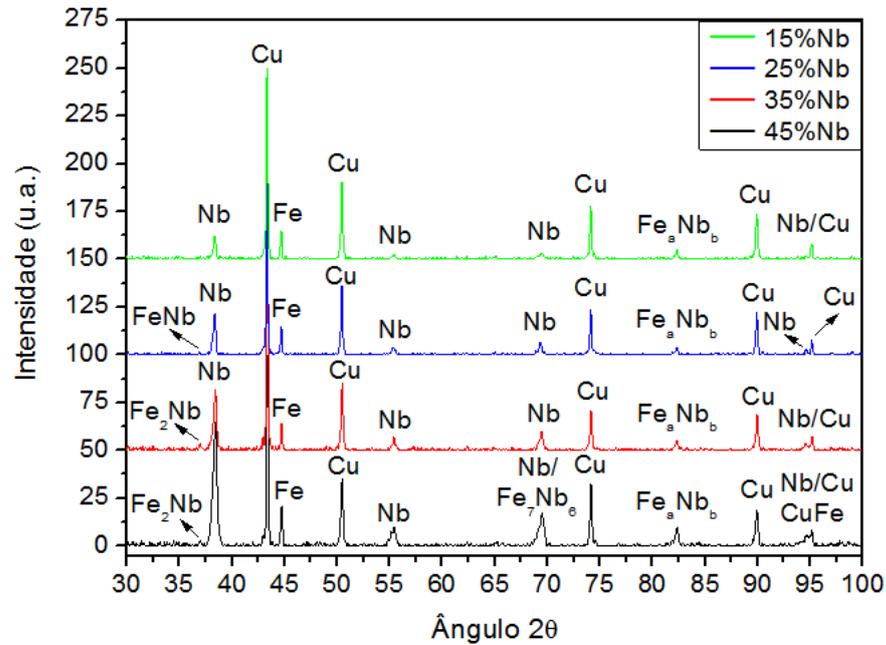


Figura 1 – Difratogramas obtidos das ligas de Fe-Cu-Nb, onde o teor de Nb varia: 15, 25, 35 e 45% em peso.

Para maiores teores de Nb na liga, 45% em peso, o difratograma revelou uma sobreposição de fases, em torno do ângulo de 95°, coexistindo as soluções Nb/Cu/CuFe. Sabe-se que a formação da solução secundária de Cu em Fe promove o aumento de algumas propriedades mecânicas do material (TANDON e JOHNSON, 1998) e em regiões ricas em Cu a presença de cristais de ferrita na liga Fe-Cu (REN *et al.*, 2007).

A ausência de solução sólida entre Cu e Nb para as ligas com Nb se deve a insolubilidade de Nb em Cu, uma vez que a solubilidade do Cu em Nb é de aproximadamente 1,3%, para a temperatura de trabalho 800°C (LI *et al.*, 1998).

Portanto, o baixo limite de solubilidade entre os elementos Fe, Cu e Nb, faz com que a interação entre estes elementos para a formação de novas fases seja pequena. Para todas as ligas a base de Nb, houve a formação da solução sólida rica em Fe( $\alpha$ ), de estrutura cristalina CCC; da fase dúctil rica em Cu de estrutura cristalina CFC e da fase rica em Nb com rede cristalina CCC.

De acordo com os estudos termodinâmicos e cinéticos para este intervalo de temperatura e, também, pelo aspecto dos difratogramas, nota-se que o efeito termodinâmico não foi suficientemente intenso para promover em quantidades consideráveis fases metaestáveis oriundas da difusão entre os elementos das ligas.

As micrografias da Figura 2 obtidas por MEV representam a morfologia das ligas à base de Nb estudadas. Foi realizada microanálise pontual por EDS para identificar as fases presentes nas matrizes metálicas.

Para todas as ligas metálicas à base de Nb a estrutura é sempre a mesma: fases sólidas de Fe( $\alpha$ ) e Nb em forma de partículas dispersos na matriz dúctil de Cu, sem nenhuma presença visual de soluções sólidas, a não ser pelas pequenas manchas escuras na matriz de Cu (REN *et al.*, 2007) e nas interfaces das partículas de Fe/Nb.

À medida que se adiciona Nb na liga, ocorre uma mistura heterogênea maior para os elementos Fe e Nb, formando partículas dispersas pela matriz de Cu, de forma arredondada, revelando ainda a interação, possivelmente, entre estes através, e somente, da interface destas partículas.

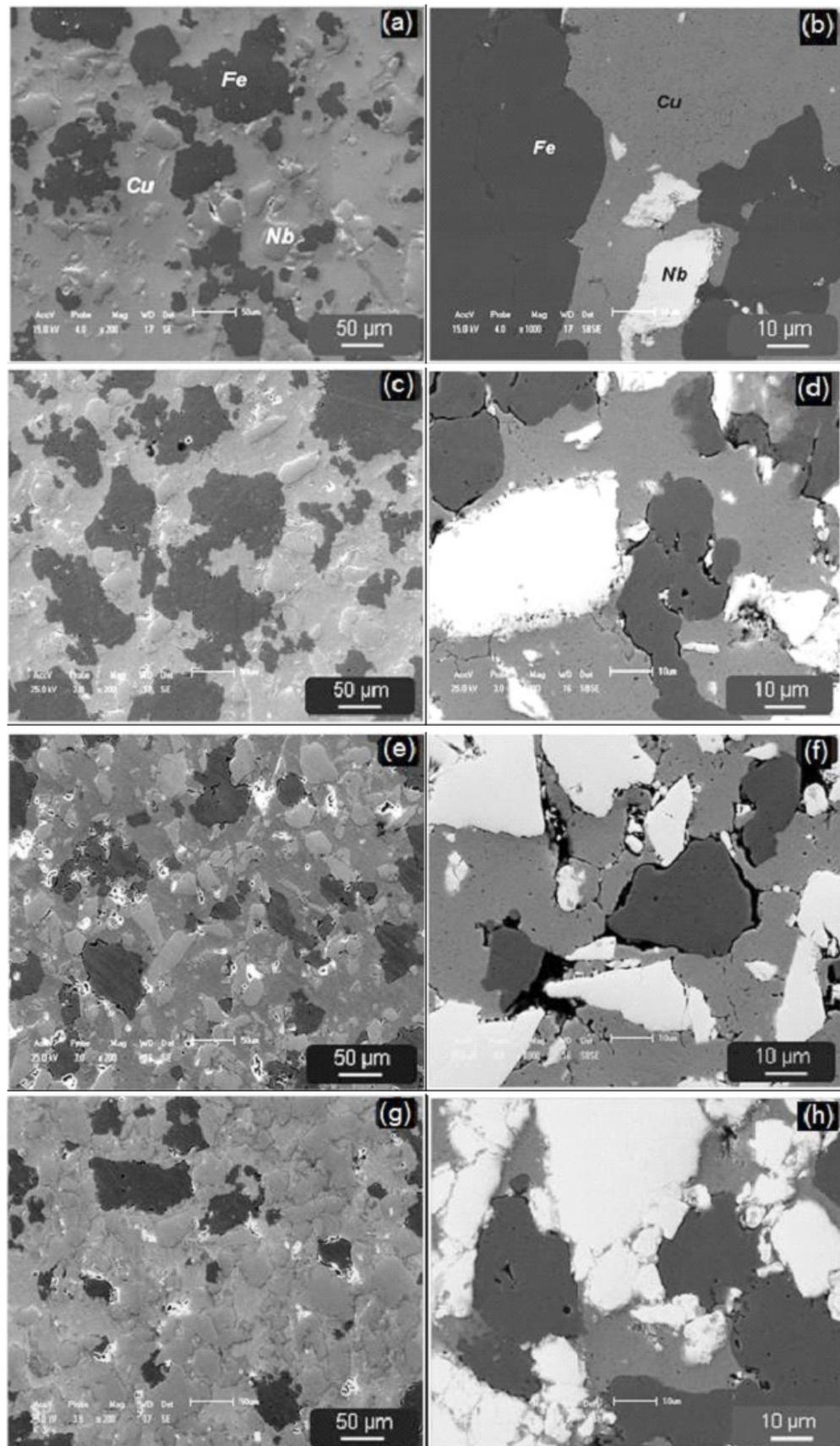


Figura 2 – Microestrutura das ligas de Fe-Cu-Nb obtidas por MEV, onde o teor de Nb varia: (a,b) 15, (c,d) 25, (e,f) 35 e (g,h) 45% em peso. Ampliação: (a, c, e, f) 200x; (b, d, f, h) 1000x.

Verifica-se também a presença de poros esféricos e irregulares em maior quantidade para as ligas com 15 e 35%Nb, uma vez que a distribuição heterogênea da porosidade em torno da partícula de Fe( $\alpha$ ) pode estar relacionada à distribuição insatisfatória de Fe no Cu. Para teores de Nb com 25 e 45%, é observada uma pequena presença de poros esféricos indicando o estágio final e efetividade da sinterização do estado sólido.

Portanto, para as ligas com 15%Nb a 45%Nb, verificou a distribuição de forma heterogênea dos elementos Fe, Cu e Nb, formando partículas bem distintas entre si e, não foi observável difusão alguma entre os elementos para posterior formação de solução sólida. Isso mais uma vez confirma a difícil interação entre estes elementos para a formação de novas fases sólidas.

A Figura 3 mostra a análise por EDS ao longo de uma linha, sendo apresentada a variação de intensidade de emissão característica de raios X para a liga metálica, sendo observada grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a aglomeração e a insolubilidade dos elementos Fe, Cu e Nb na liga com 15%Nb.

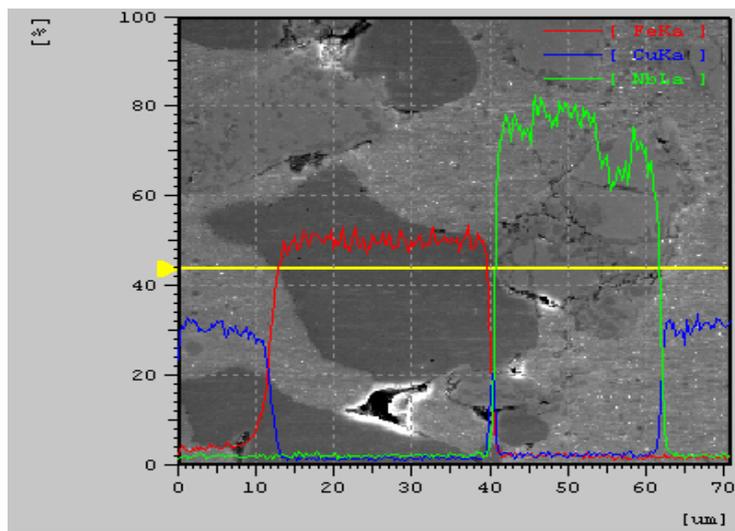


Figura 3 – Região analisada com aumento de 1000x (SE) obtida por MEV com a sobreposição das intensidades de emissão característica de raios X ao longo da linha para a liga 28,34%Fe – 56,66%Cu – 15%Nb.

A Figura 4 mostra a microestrutura referente à liga metálica 28,34%Fe – 56,66%Cu – 15%Nb da obtida por MEV em elétrons SE com o aumento de 200x e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb desta liga, as quais comprovam a presença dos elementos Cu (em maior quantidade) Fe e Nb, observando a dispersão dos elementos, comprovando a distribuição heterogênea dos elementos na liga.

Pela sobreposição dos elementos mapeados, as regiões em azul correspondem à fase dúctil Cu, enquanto que as colorações em vermelho e verde são Fe e Nb respectivamente. Não foi possível identificar regiões onde estariam presentes as

soluções sólidas, uma vez que para esta liga é quase ausente a formação das mesmas, conforme análises de difração de raios X.

Portanto, para a liga com 15%Nb, verificou a distribuição de forma heterogênea dos elementos Fe, Cu e Nb, formando partículas bem distintas entre si e, não foi observável difusão alguma entre os elementos para posterior formação de solução sólida.

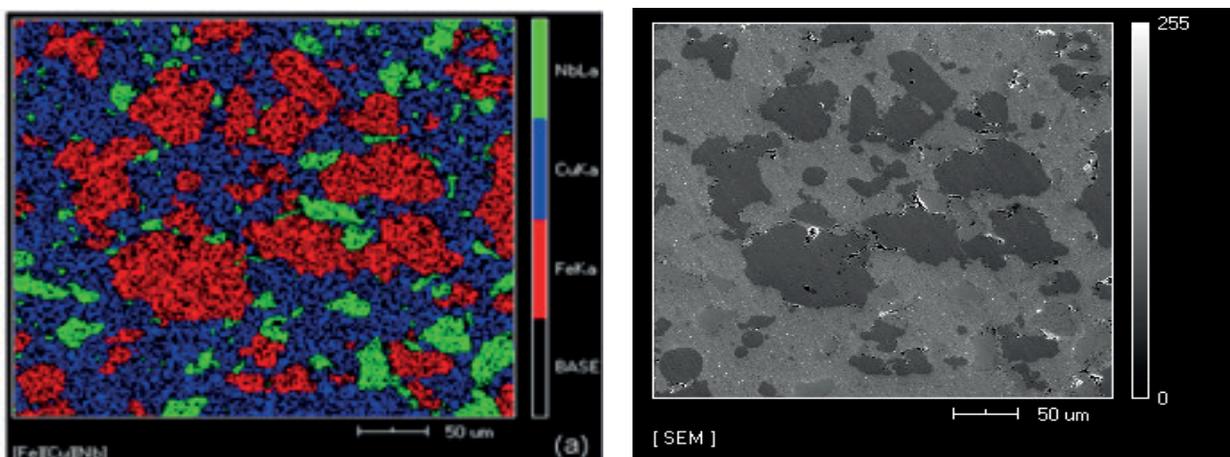


Figura 4 – Região analisada e o mapeamento por emissão característica de raios X da liga dos elementos Fe, Cu e Nb da liga 28,34%Fe – 56,66%Cu – 15%Nb.

A Figura 5 mostra a análise por EDS ao longo de uma linha, sendo apresentada a variação de intensidade de emissão característica de raios X para a liga metálica, sendo observada grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a presença das partículas de forma heterogênea e a insolubilidade dos elementos nesta liga com 25%Nb.

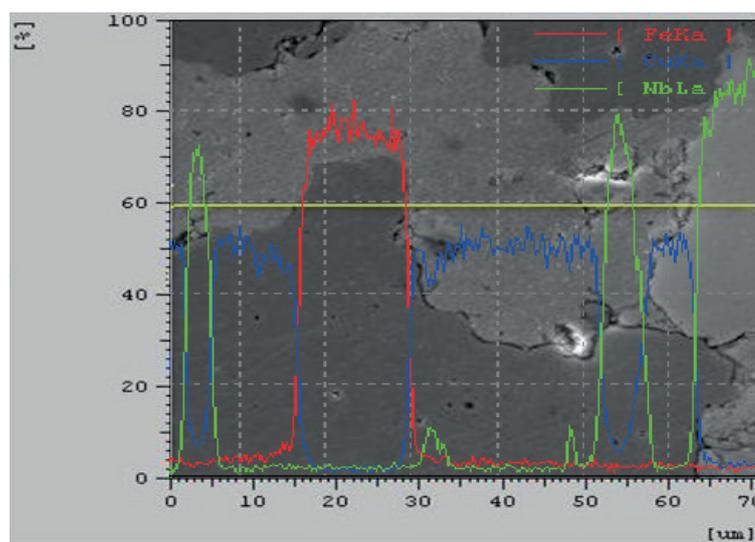


Figura 5 – Região analisada com aumento de 1000x (SE) obtida por MEV com a sobreposição das intensidades de emissão característica de raios X ao longo da linha para a liga 25%Fe – 50%Cu – 25%Nb.

Não foi possível visualizar interações entre Fe e Cu neste tipo de análise, mas para Nb e Cu, nos intervalos dos picos relativos ao Nb de 31 a 35  $\mu\text{m}$  e 48 a 49  $\mu\text{m}$ , foi observada, possivelmente devido a presença de partículas de Cu

Conclui-se que para cada região de partículas de Fe, Cu e Nb não foram observados nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea do elemento em sua respectiva partícula

A Figura 6 mostra a microestrutura referente à liga metálica 25%Fe – 50%Cu –25%Nb da obtida por MEV em elétrons BSE com o aumento de 200x e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb desta liga, as quais comprovam a presença dos elementos Cu (em maior quantidade) Fe e Nb, observando a dispersão dos elementos, comprovando a distribuição heterogênea dos elementos na liga.

Pela sobreposição dos elementos mapeados, não foi possível identificar regiões onde estariam presentes as soluções sólidas, uma vez que para esta liga é quase ausente a formação das mesmas, conforme análises de difração de raios X.

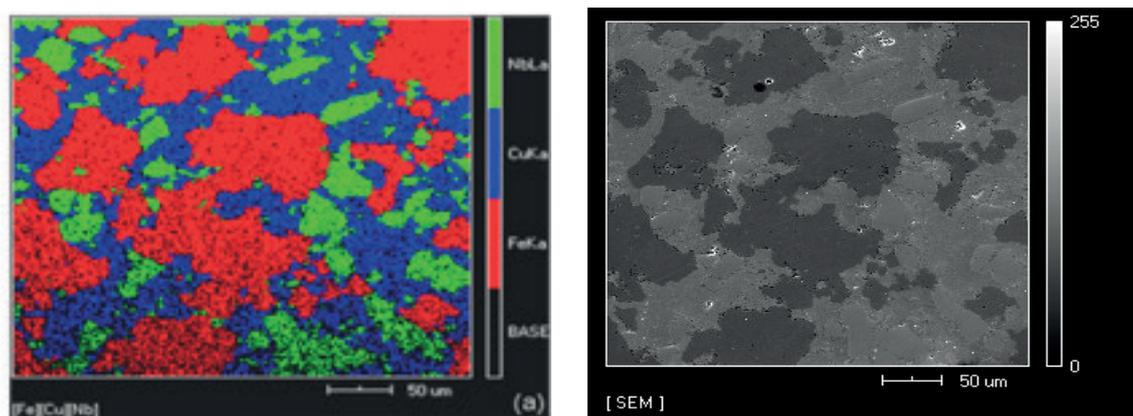


Figura 6 – Região analisada e o mapeamento por emissão característica de raios X da liga dos elementos Fe, Cu e Nb da liga 25%Fe – 50%Cu –25%Nb.

Portanto, para a liga com 25%Nb foi verificado a distribuição de forma heterogênea dos elementos Fe, Cu e Nb, formando partículas distintas entre si.

A análise por EDS ao longo de uma linha, Figura 7, apresenta a variação de intensidade de emissão característica de raios X para a liga metálica, sendo observada grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a presença das partículas de forma heterogênea e a insolubilidade dos elementos nesta liga com 35%Nb.

A distribuição heterogênea dos elementos pode ser notada na liga com 35%Nb, a qual mostra a interação entre os elementos, revelando os locais ao longo da linha em que houve a formação de regiões ricas em Fe, Cu e Nb. Somente na faixa de 62 a 63  $\mu\text{m}$  para o Cu que houve uma leve sobreposição de picos, coincidindo esta área com a de Fe, pois corresponde possivelmente à matriz de Cu com a presença de ferrita (REN *et al.*, 2007).

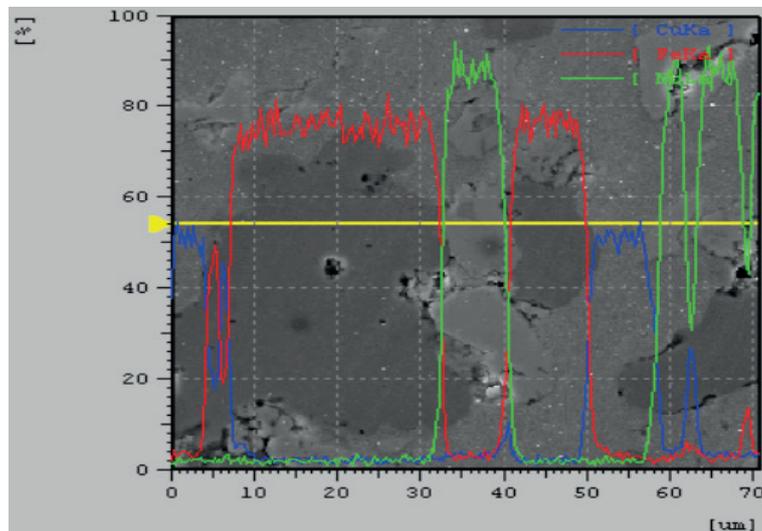


Figura 7 – Região analisada com aumento de 1000x (SE) obtida por MEV com a sobreposição das intensidades de emissão característica de raios X ao longo da linha para a liga 21,67%Fe – 43,33%Cu – 35%Nb.

Em nenhum momento observou-se a sobreposição de intensidades dos elementos Fe, Cu e Nb o que sugere a baixa solubilidade entre os mesmos para a formação de soluções sólidas. Conclui-se que para cada partícula de Fe, Cu e Nb não foram observados nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea do elemento em sua região respectiva.

A Figura 8 mostra a microestrutura referente à liga metálica 21,67%Fe – 43,33%Cu – 35%Nb da obtida por MEV em elétrons SE com o aumento de 200x e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb desta liga, as quais comprovam a presença dos elementos Cu, Fe e Nb, observando a dispersão dos elementos, comprovando a distribuição heterogênea dos elementos na liga.

Pela sobreposição dos elementos mapeados, não foi possível identificar regiões onde estariam presentes as soluções sólidas, uma vez que para esta liga é quase ausente a formação das mesmas, conforme análises de difração de raios X.

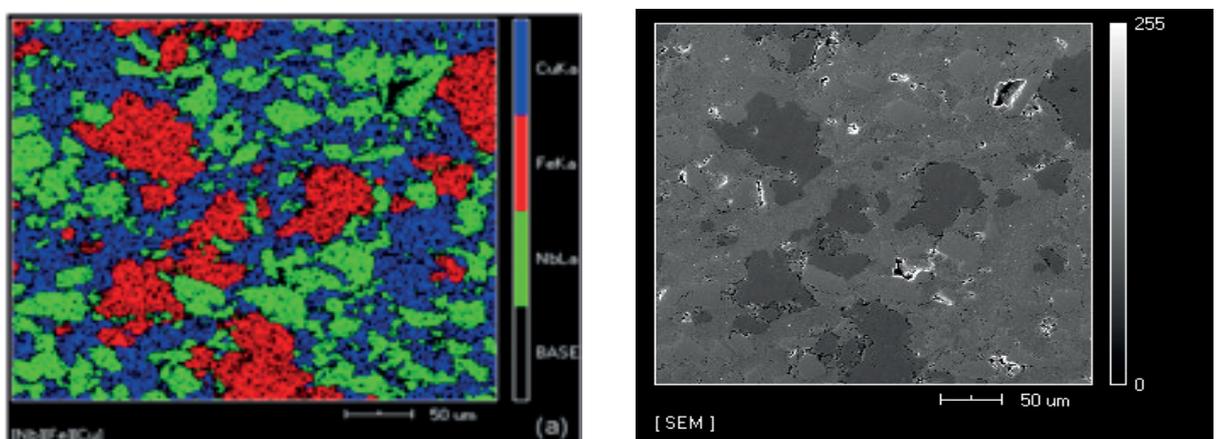


Figura 8 – Região analisada e o mapeamento por emissão característica de raios X da liga dos elementos Fe, Cu e Nb da liga 21,67%Fe – 43,33%Cu – 35%Nb.

Verificou-se para a liga com 35%Nb a distribuição de forma heterogênea dos elementos Fe, Cu e Nb, formando partículas bem distintas entre si e, não foi observável difusão alguma entre os elementos para posterior formação de solução sólida.

Pela Figura 9, a análise por EDS ao longo de uma linha apresenta a variação de intensidade de emissão característica de raios X para a liga metálica com 45%Nb, sendo observada grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a presença das partículas de forma heterogênea e a insolubilidade dos elementos nesta liga.

A distribuição heterogênea dos elementos pode ser notada na liga com 45%Nb, a qual mostra a interação entre os elementos, revelando os locais ao longo da linha em que houve a formação de regiões ricas em Fe, Cu e Nb.

Observa-se que para a faixa de Nb de 17 a 18  $\mu\text{m}$ , o pico é de menor intensidade e há uma queda da intensidade referente ao Fe e ausência de Cu. O local corresponde a uma pequena partícula de Nb que ficou preso na partícula de Fe durante a preparação metalográfica, impedindo a união das partículas de Fe para a formação de uma única partícula, gerando uma fenda ao longo desta como se fosse uma interface bem pronunciada.

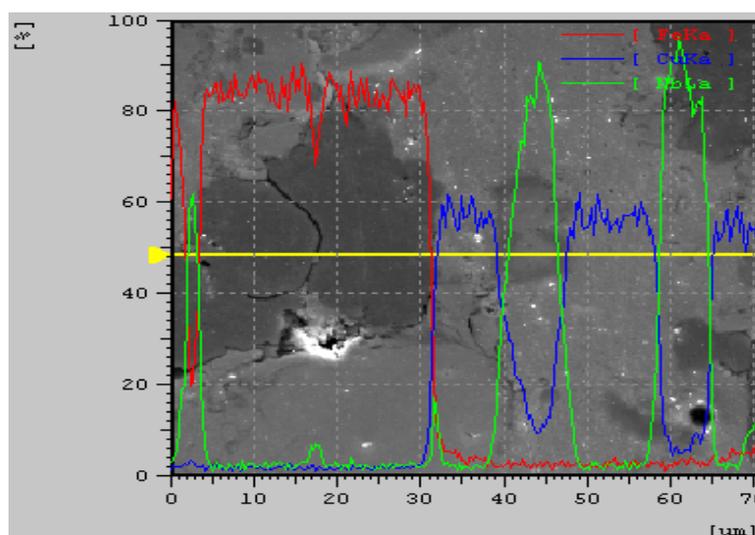


Figura 9 – Região analisada com aumento de 1000x (SE) obtida por MEV com a sobreposição das intensidades de emissão característica de raios X ao longo da linha para a liga 18,34%Fe – 36,66%Cu – 45%Nb.

No intervalo do pico relativo ao Nb de 32 a 33  $\mu\text{m}$ , a contagem do elemento é mais baixa em relação aos demais picos e coincide com a área determinada para o pico de contagem mais intenso de Cu (32 e 44  $\mu\text{m}$ ). Provavelmente nesta região deve ter ocorrido uma leve difusão pela interface das partículas de Cu para a partícula de Nb, uma vez que o Nb é imiscível no Cu. O mesmo pode ser observado para a partícula de Nb na faixa de 38 a 48  $\mu\text{m}$ , em que sua interface é de contraste bem distinta, e os picos relativos ao Cu não são muito bem definidos para aquele espaço relativo ao contorno.

Acima de 67  $\mu\text{m}$ , para o Fe, percebe-se um leve aumento no pico da intensidade acompanhada pelo aumento da contagem de Nb e posteriormente de Cu. Pode ser que há uma interação entre os elementos Fe, Cu e Nb formando uma possível solução sólida.

Conclui-se que para cada região de partículas de Fe, Cu e Nb não foram observados nenhuma grande diferença na contagem dos elementos, comprovando a distribuição homogênea do elemento em sua respectiva partícula. Também se pode dizer que há uma pequena interação entre os elementos Fe, Cu e Nb.

A Figura 10 mostra a microestrutura referente à liga metálica 18,34%Fe – 36,66%Cu – 45%Nb da obtida por MEV em elétrons SE com o aumento de 200x e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb desta liga, as quais comprovam a presença dos elementos Nb (em maior quantidade) Cu e Fe, havendo a dispersão dos elementos e comprovando a distribuição heterogênea dos elementos na liga.

Pela sobreposição dos elementos mapeados, não foi possível identificar regiões onde estariam presentes soluções sólidas, detectadas pelas análises de raios X, uma vez que as quantidades formadas são muito pequenas para serem observadas por este método.

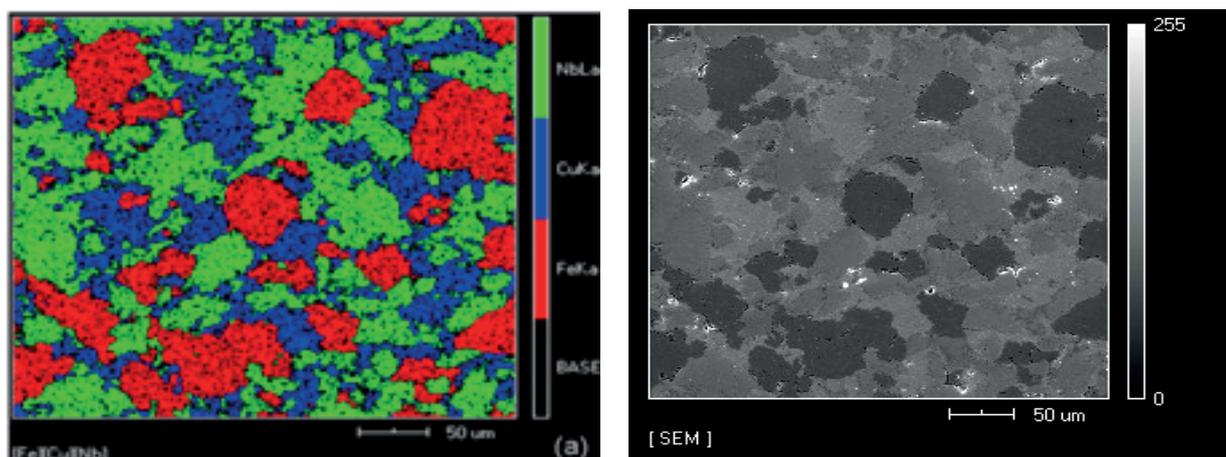


Figura 10 – Região analisada e o mapeamento por emissão característica de raios X da liga dos elementos Fe, Cu e Nb da liga 18,34%Fe – 36,66%Cu – 45%Nb.

Para a liga com 45%Nb foi verificado a distribuição de forma heterogênea dos elementos Fe, Cu e Nb, formando partículas bem distintas entre si e, foi observável uma pequena interação entre os elementos Cu e Nb durante a microanálise em linha.

Como mostram os resultados da análise pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), a distribuição dos elementos Fe, Cu e Nb nas ligas Fe-Cu-Nb é uniforme, com a presença de partículas ricas em elementos, comprovando a distribuição heterogênea dos elementos na liga. Isso mais uma vez confirma a difícil interação entre estes elementos para a formação de novas fases sólidas.

A Tabela 1 mostra resumidamente a densidade relativa ( $\rho_r$ ), porosidade (P) e

dureza Vickers (HV5) para cada matriz metálica.

Em relação às amostras, a liga com 15 e 25%Nb apresentaram resultados bons para a densidade relativa, atingindo um valor de 96,68 e 90,65%, respectivamente. Todas as amostras apresentaram uma densidade relativa satisfatória, sendo a menor para a liga com 35 e 45%Nb devido a maior presença de poros em sua estrutura. O que pode ser confirmado pelos valores de porosidade.

<b>Matrizes Metálicas</b>	<b><math>\rho_r</math> (%)</b>	<b>P (%)</b>	<b>HV5 (kgf/mm<sup>2</sup>)</b>
28,34%Fe - 56,66%Cu - 15%Nb	96,68	3,32	98,46
25%Fe - 50%Cu - 25%Nb	90,65	9,35	99,38
21,67%Fe - 43,33%Cu - 35%Nb	86,83	13,17	92,20
18,34%Fe - 36,66%Cu - 45%Nb	86,72	13,28	98,95

Tabela 1 – Propriedades físicas e dureza HV5 das matrizes metálicas pesquisadas.

O valor inferior das ligas com 45 e 35%Nb, referente à densidade relativa, indica a ocorrência da porosidade durante a sinterização, como pode ser visto em maiores detalhes no MEV. Esta relação entre poros e densificação pode ser explicada pelo fato de que o principal mecanismo de transporte de massa para a densificação são basicamente limitados pela fase rica em Cu. As quantidades presentes de partículas sólidas induzem uma alta deformação que agem aumentando a força motriz para a densificação (DEL VILLAR *et al.*, 2001). Caso que não foi bem-sucedido para estas duas ligas.

Em relação à dureza HV5, pode-se verificar que a liga com 35%Nb apresentou o pior resultado (92,20 kgf/mm<sup>2</sup>) quando comparada às demais. Isto se deve a grande presença de poros em sua estrutura.

Uma possível explicação para a variação dos valores de dureza das matrizes metálicas é devido à formação de soluções sólidas de Fe-Nb. A liga com 15%Nb apresenta em sua estrutura uma pequena participação de solução sólida Fe<sub>a</sub>Nb<sub>b</sub> devido à baixa porcentagem de Nb na composição da matriz metálica e imiscibilidade do mesmo no Fe. Ao aumentar para 25%Nb, a quantidade de solução sólida aumenta, uma vez que com o acréscimo de Nb a rede cristalina fica saturada com átomos de Fe, sofrendo transformações de fases gerando mais soluções sólidas.

A partir de 35%Nb, ocorre um decréscimo no valor da dureza, o que pode estar relacionado à baixa densidade devido à presença de porosidade, e no caso de 45%Nb, a quantidade de poros diminui e aumenta as soluções sólidas de Fe-Nb e CuFe.

## 4 | CONCLUSÕES

5. As matrizes metálicas Fe–Cu–Nb apresentaram estruturas similares, com partículas da fase rica em ferro, Fe( $\alpha$ ), partículas da fase Nb embebidos na fase dúctil Cu.
6. À medida que aumenta a quantidade de Nb na matriz metálica, a quantidade de Fe e Cu diminuem, favorecendo a formação das fases secundárias, como FeNb, Fe<sub>2</sub>Nb, Fe<sub>a</sub>Nb<sub>b</sub> e Fe<sub>7</sub>Nb<sub>6</sub>.
7. A distribuição dos elementos metálicos Fe, Cu e Nb nas matrizes são heterogêneos, indicando difícil interação entre estes elementos para a formação de novas fases sólidas.
8. Foi observada a presença de poros esféricos indicando o estágio final e efetividade da sinterização das matrizes metálicas.
9. Os valores de densidade relativa são proporcionais à porosidade e estas influenciam diretamente na dureza do material, fazendo com que a matriz com 15 e 25%Nb apresentassem os melhores resultados.

## AGRADECIMENTOS

UFOP/REDEMAT, CAPES e CNPq.

## REFERÊNCIAS

- DEL VILLAR, M.; MURO, P.; SÁNCHEZ, J.M.; ITURRIZA, I.; CASTRO, F. Consolidation of diamond tools using Cu-Co-Fe based alloys as metallic binders. **Powder Metallurgy**. v.44, n 1, p. 82-90, 2001.
- LIN, D.; ROBINSON, M.B.; RATHZ, T.J.; WILLIAMS, G. Liquidus Temperatures and Solidification Behavior in the Copper-Niobium System. **Acta Materialia**, v.46, n.11, p. 3849-3855. 1998.
- LI, C.; LIU, J.B.; YANG, G.W.; LIU, B.X. Formation of a face-centered-cubic metastable phase in the Fe–Nb system by solid-state reaction. **Journal of Alloys and Compounds**, 283, p. 225–230. 1999.
- OLIVEIRA, H.C.P. **Influência de Adições de Nióbio no Sistema Ferro-Cobre para Atuar como Matriz Ligante em Ferramentas Diamantadas**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Campos dos Goytacazes – RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense. UENF, 2010. 232 p. CDD: 671.37.
- OLIVEIRA, L.J.; BOBROVNITCHII, G.S.; FILGUEIRA, M. Processing and Characterization of Impregnated Diamond Cutting Tools Using a Ferrous Metal Matrix. **International Journal Refractory Metals and Hard Materials**. v.25, p. 328-335, 2007.
- REN, H.; WANG, H.; LIU, Z.; AN, Z. Nanometer Stripe Microstructure of Supersaturated Solid Solution in Fe-Cu Alloy. **Journal of Iron and Steel Research**, International. v. 14, n. 1, p. 64-68. 2007.
- SHIBUTA, D.; *et al.* Mitsubishi Metal Corporation. **Recovery of Diamond from Diamond Tool Scrap**. Japanese Patent. 1983.
- TANDON, R.; JOHNSON, J. **Powder Metal Technologies and Applications**. 7. ed. 1998, 565 p.

UPHADHYAYA, G. S. **Sintering fundamentals**. 2. ed. Laubisrutirst, Suíça. Trans Tech Publications, 2009, 145 p.

## ESTUDO DO EFEITO DA VIBRAÇÃO NA SOLIDIFICAÇÃO DA LIGA 356.0

**Laura Ferrazza Kirch**

Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Pato Branco - Paraná

**Amanda Yuki Shimosaka**

Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Pato Branco - Paraná

**Dalmarino Setti**

Universidade Tecnológica Federal do Paraná  
Pato Branco - Paraná

**RESUMO:** A vibração na solidificação de ligas de alumínio resulta em refino de grão, microestrutura mais homogênea e contribui na degaseificação. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da vibração na solidificação da liga de alumínio 356.0. No estudo foi utilizado um corpo de prova com módulo de Chvorinov variando entre 0,375 e 0,837 cm. Moldes com dois corpos de prova foram confeccionados em areia cura-frio e vazados a 750 °C. A solidificação ocorreu de forma estática e com vibração de frequência 60 Hz e amplitude 0,05 mm. A caracterização foi realizada por meio de microdureza Vickers e Microscopia Ótica. As condições de vibração mecânica utilizadas neste estudo (frequência de 60 Hz e amplitude 0,05 mm) resultaram no decréscimo da microdureza Vickers para todos os módulos de Chvorinov avaliados. A microestrutura do eutético Al-Si apresentou mudança de morfologia nas

amostras submetidas a vibração, e na altura de 24 mm (módulo 0,596 cm) este efeito foi mais pronunciado.

**PALAVRAS-CHAVE:** Fundição; Solidificação; Vibração; Ligas Alumínio.

**ABSTRACT:** Vibration in the solidification of aluminum alloys results in grain refining, more homogeneous microstructure and contributes to the degassing. The objective of this work was to evaluate the effect of vibration on the solidification of 356.0 aluminum alloy. In the study, a test specimen with a Chvorinov modulus ranging from 0.375 to 0.837 cm was used. Molds with two specimens were made in cold-cure sand and cast at 750 °C. The solidification occurred statically and with 60 Hz of frequency and amplitude of 0.05 mm. The characterization was performed using Vickers microhardness and Optical Microscopy. The mechanical vibration conditions used in this study (frequency of 60 Hz and amplitude of 0.05 mm) resulted in the decrease of Vickers microhardness for all Chvorinov modules evaluated. The microstructure of the Al-Si eutectic showed a change in morphology in the samples submitted to vibration, and at 24 mm height (module 0.596 cm) this effect was more pronounced.

**KEYWORDS:** Casting; Solidification; Vibration; Aluminum Alloys.

## 1 | INTRODUÇÃO

A liga de alumínio 356.0 utilizada neste estudo é aplicada na produção de diferentes componentes mecânicos (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1990), devido a suas propriedades mecânicas. Além de ser excelente para a fundição e soldagem, possui também boa resistência a corrosão (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1990). Devido ao grande campo de aplicação muitos estudos vêm sendo realizados para análises sobre o efeito da vibração nas propriedades deste material (ABU-DHEIR N. et al, 2005, JIAN X. et al, 2005, JIAN X. et al, 2006, JIANG W. et al, 2014, KOCATEPE K., 2007, LIMMANEEVICHTR et al, 2009, LÜ S. et al, 2012, PILLAI, 1972, PILLAI et al, 2004, TAGHAVI et al, 2009, WU S. et al, 2012). Estudos referentes à liga 356.0 (JIAN X. et al, 2005, JIAN X. et al, 2006, JIANG W. et al, 2014, KOCATEPE K., 2007, LIMMANEEVICHTR et al, 2009, LÜ S. et al, 2012, PILLAI et al, 2004, TAGHAVI et al, 2009) sob vibração na solidificação tem mostrado aumento na dureza e nas propriedades mecânicas.

No estudo feito por Taghavi *et al.* (2009) para vibração em frequências maiores que 50Hz, por mais de 15 minutos, houve um aumento na densidade da liga e um refino de grão de até 53% (TAGHAVI et al, 2009).

Quando a aplicação da vibração é magnética com 55 Hz de frequência, encontra-se um tamanho médio de grão na fase primária do silício relativamente mais fina e globular, porém esta alteração ocorre apenas em temperaturas de vazamento superiores a 630°C (LIMMANEEVICHTR et al, 2009).

Quando ocorre a variação do módulo de *Chvorinov* em conjunto com a aplicação da vibração na frequência de 100 Hz e tratamento térmico T6, propriedades como resistência a tração, ao escoamento, alongamento e dureza foram consideravelmente melhoradas (JIANG W. et al, 2014). Com condições de frequência de 100 Hz e amplitudes variando de 18-199  $\mu\text{m}$ , há um refino de grão gradativo até a amplitude limite de 149 $\mu\text{m}$  (ABU-DHEIR N. et al, 2005). A partir desta amplitude limite, os grãos se tornam mais grosseiros devido a aglomeração (ABU-DHEIR N. et al, 2005).

Outro aspecto relatado na literatura, é que ligas de Al-Si submetidas a vibração com baixa frequência (JIAN X. et al, 2006) ou vibração ultrassônica (PILLAI, 1972) apresentam microestruturas modificadas, similares a modificação realizada quimicamente com sódio ou estrôncio (JIAN X. et al, 2006). A modificação da estrutura gera um aumento das propriedades mecânicas acompanhado de um aumento da ductilidade.

Conforme os resultados relatados na literatura, a utilização de vibração durante a solidificação da liga 356.0 é um recurso de processamento que permite várias opções para melhorar propriedades mecânicas. Deste modo, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o efeito da vibração na solidificação da liga de alumínio 356.0.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

A composição química da liga utilizada neste estudo é apresentada na Tabela 1.

Elemento	Si	Mg	Cu	Fe	Al
(% wt.)	7,10	0,30	0,15	0,33	91,80

Tabela 1 – Composição química da liga utilizada

O molde foi fabricado em areia cura frio para prolongar a taxa de resfriamento de modo a permitir maior interferência da vibração no fundido. Uma plataforma vibratória horizontal com frequência e 60 Hz e amplitude de 0,05mm foi utilizada para vibrar o molde. Dois moldes foram utilizados, um para o fundido submetido a vibração e outro para o vazamento estático. Cada molde forneceu dois corpos de prova em formato de tronco de cone, cada um com 50 mm de altura, diâmetros de 15 mm e 35 mm nas partes de baixo e de cima, respectivamente, como pode ser visto na Figura 1.

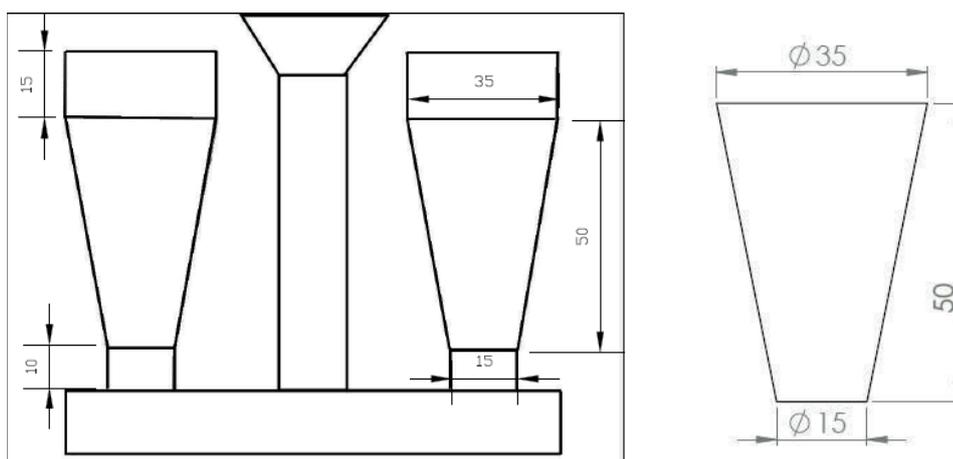


Figura 1 - Dimensões corpo de prova

A fusão da liga ocorreu em um forno tipo cadinho com resistência elétrica, ambos envoltos por manta de fibra de vidro para proteção e isolamento. Termopares tipo “J” foram utilizados para garantir a temperatura do fundido em 750°C para o vazamento. Nos corpos de prova submetidos a vibração, o molde foi posto na plataforma vibratória e então vazados. Nos corpos de prova sem vibração, o molde foi vazado em uma superfície plana.

Após a desmoldagem e limpeza os corpos de prova foram usinados para o diâmetro de 12 mm. Foram preparados cinco corpos de prova correspondentes às alturas de 10 mm, 17 mm, 24 mm, 37 mm e 44 mm em relação ao menor diâmetro do corpo de prova.

Os corpos de prova foram embutidos em baquelite e preparados por lixamento

e polimento. O ataque químico foi feito com ácido fluorídrico (HF) com concentração de 0,5% por aproximadamente 1 minuto. Os corpos de prova foram avaliados por Microscopia Ótica (MO) com o equipamento MEIJI.

Foram realizados ensaios de microdureza Vickers (HV) carga de 1000 gf (9,8N) em cada um dos corpos de prova. O equipamento utilizado foi microdurômetro marca TIME modelo TH710.

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 2 apresenta os resultados da microdureza Vickers para as diferentes alturas dos corpos de prova com e sem vibração.

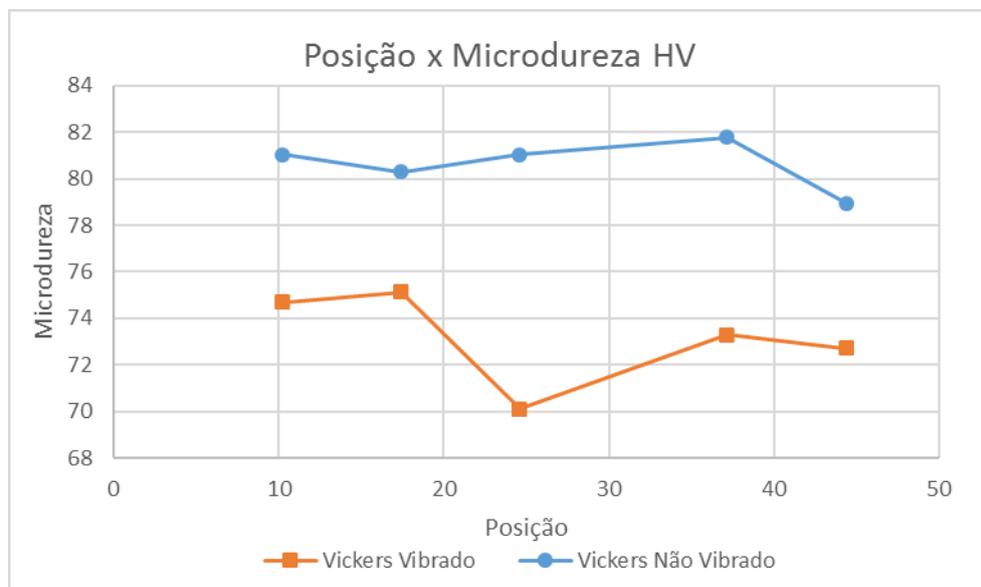


Figura 2 - Microdureza Vickers nas diferentes alturas (módulos de *Chvorinov*) avaliados

Nos corpos de prova com vibração a microdureza Vickers apresentou valor médio que variou de 75 a 73 HV do menor para o maior módulo para as amostras vibradas e de 81 a 79 HV para as amostras não vibradas. Deve-se observar que nas amostras submetidas a vibração, o menor valor de microdureza (70 HV) foi obtido na altura 24 mm (módulo de *Chvorinov* de 0,596 cm) que fica próxima ao centro do corpo de prova. Para as amostras não vibradas o menor valor de microdureza (79 HV) corresponde a maior altura que corresponde a menor taxa de solidificação.

As condições de vibração utilizadas neste estudo (frequência de 60 Hz e amplitude 0,05 mm) resultaram no decréscimo da microdureza Vickers para todas as alturas avaliadas, diferentes do que foi relatado em outros estudos (JIANG W. et al, 2014, 2009, LÜ S. et al, 2012, PILLAI et al, 2004). Como a vibração fornece energia para o corpo de prova, as taxas de solidificação das amostras vibradas são de fato menores do que a dos corpos de prova não vibrados, o que poderia ser uma das razões para a menor microdureza obtida nestas amostras.

As Figuras 2, 3 e 4 apresentam as microestruturas obtidas para os corpos de prova vibrados e não vibrados para as alturas de 10, 24 e 44 mm respectivamente.

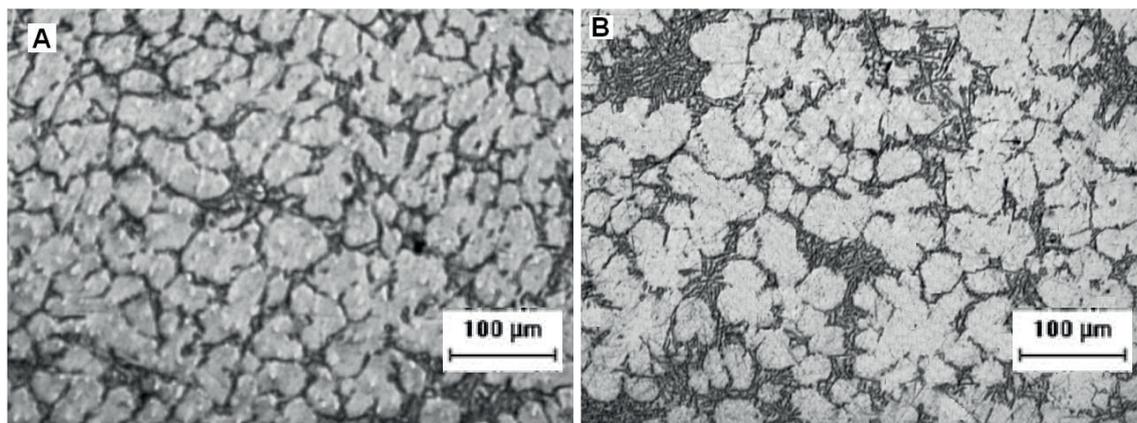


Figura 3 - (A) Corpo de prova Não Vibrado; (B) Corpo de prova Vibrado. Altura de 10 mm.

Na altura de 10 mm a microestrutura dos corpos de prova submetidos a vibração não apresentaram um refinamento microestrutural pronunciado como o observado em outros trabalhos (ABU-DHEIR N. et al, 2005, JIANG W. et al, 2014, LIMMANEEVICHTR et al, 2009, LÜ S. et al, 2012, PILLAI et al, 2004, TAGHAVI et al, 2009). A amostra não vibrada apresenta-se com uma microestrutura um pouco mais refinada, se pode inferir que o efeito da taxa de solidificação nesta altura foi mais efetivo do que a vibração, o que justifica o maior valor de microdureza apresentado pela amostra não vibrada. Porém podem-se observar na amostra vibrada algumas regiões com formato arredondado. Estruturas com forma globular e aspecto de rosetas foram relatadas em outros trabalhos que utilizaram vibração na liga 356.0 (JIAN X. et al, 2006, JIAN X. et al, 2008).

Na altura de 24 mm o efeito da vibração se torna mais pronunciado e se pode observar muitas regiões em que a fase eutética ( $\alpha$ -Al e Si) apresenta formato globular com aspecto de rosetas como relatado em Jian *et al.* (2006). Ainda de acordo com estes autores esta mudança na forma do eutético não está associada apenas ao refinamento, mas poderia indicar que a nucleação do eutético é independente das dendritas primárias vizinhas (JIAN X. et al, 2006).

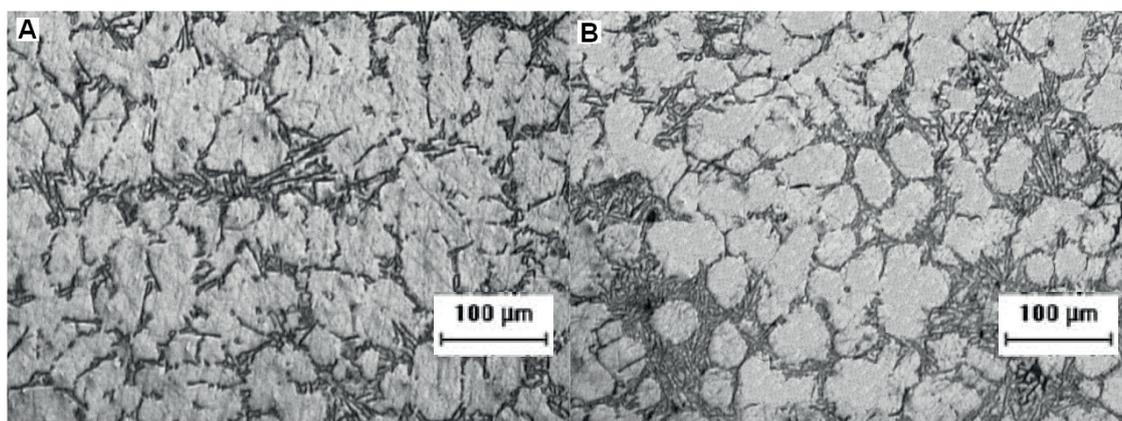


Figura 4 - (A) Corpo de prova Não Vibrado; (B) Corpo de prova Vibrado. Altura de 24 mm.

Na altura de 24 mm se observa no corpo de prova vibrado o menor valor de microdureza, o que é consistente quando se observa a microestrutura, pois ligas que sofrem modificação da fase eutética com aspecto fibroso tem sua ductilidade aumentada, com a conseqüente redução da dureza.

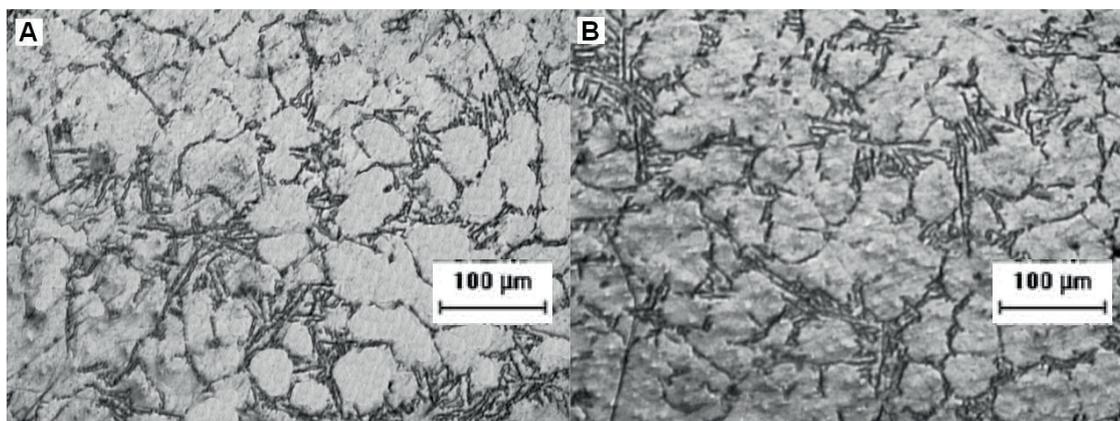


Figura 5 - (A) Corpo de prova Não Vibrado; (B) Corpo de prova Vibrado. Altura de 44 mm.

Na altura de 44 mm não se observa diferença entre a microestrutura do corpo de prova vibrado em relação ao corpo de prova solidificado estaticamente. As microestruturas apresentadas nesta altura se apresentam mais grosseiras em relação às demais seções do corpo de prova avaliadas, resultado de uma menor taxa de solidificação, pois é a região de maior módulo de *Chvorinov* em relação as demais alturas avaliadas.

De acordo Chirita *et al.* (2009) a vibração pode ser benéfica, bem como prejudicial, dependendo de fatores como nível de aceleração (frequência e amplitude) e características da liga e do molde utilizados, o que justifica a realização de estudos para que os mecanismos envolvidos possam ser esclarecidos.

#### 4 | CONCLUSÕES

Os resultados obtidos a partir da caracterização com Microdureza Vickers e Microscopia Ótica utilizados para avaliar o efeito da vibração mecânica na solidificação da liga de alumínio 356.0 permitem ressaltar os seguintes pontos conclusivos:

As condições de vibração mecânica utilizadas neste estudo (frequência de 60 Hz e amplitude 0,05 mm) resultaram no decréscimo da microdureza Vickers para todos os módulos de *Chvorinov* avaliados.

Os parâmetros de vibração utilizados neste experimento foram adequados para promover uma mudança na morfologia do eutético Al-Si, a qual apresenta forma

globular e aspecto de rosetas, a altura de 24 mm ou módulo de *Chvorinov* de 0,596 cm, foi a que apresentou este comportamento de forma mais pronunciada.

## REFERÊNCIAS

ABU-DHEIR N., KHRAISHEH M., SAITO K., MALE A., **Silicon morphology modification in the eutectic Al-Si alloy using mechanical mold vibration.** *Materials Science and Engineering A*, v. 393, p 109-117, 2005.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS, **Metals Handbook**, v. 2, p 619, 1990.

CHIRITA, G.; STEFANESCU, I.; SCARES, D.; SILVA, F. S. **Influence of vibration on the solidification behaviour and tensile properties of an Al-18 wt%Si alloy.** *Materials and Design*, v. 30, n. 5, p. 1575-1580, 2009.

HANNA M.D., SHU-ZU L., HELLAWEEL A., **Modification in the Aluminum Silicon System.** *Metallurgical Transactions A*, v. 15, p 459-469, 1984.

JIAN X., XU H., MEEK T.T., HAN Q.; **Effect of power ultrasound on solidification of aluminum A356 alloy.** *Materials Letters*, v. 59, p 190-193, 2005.

JIAN X., MEEK T.T., HAN Q., **Refinement of eutectic silicone phase of aluminum A356 alloy using high-intensity ultrasonic vibration.** *Scripta Materialia*, v. 54, p 893-896, 2006.

JIANG W., FAN Z., CHEN X., WANG B., WU H., **Combined effects of mechanical vibration and wall thickness on microstructure and mechanical properties of A356 aluminum alloy produced by expendable pattern shell casting.** *Materials Science and Engineering A*, v. 619, p 228-237, 2014.

KOCATEPE K., **Effect of low frequency vibration on porosity of LM25 and LM6 alloys.** *Materials and Design*, v. 28, p 1767-1775, 2007.

LIMMANEEVICHITR C., PONGANANPANYA S., KAJORNCHAIYAKUL J., **Metallurgical structure of A356 aluminum alloy solidified under mechanical vibration: An investigation of alternative semi-solid casting routes.** *Materials and Design*, v. 30, p 3925-3930, 2009.

LÜ S., WU S., DAI W., LIN C., AN P., **The indirect ultrasonic vibration process for rheo-squeeze casting of A356 aluminum alloy.** *Journal of Materials Processing Technology*, v. 212, p 1281-1287, 2012.

PILLAI N.R., **Effect of low frequency mechanical vibration on structure of modified Aluminum-Silicon Eutectic.** *Metallurgical Transactions*, v. 3, p 1313-1316, 1972.

PILLAI, R.M., BIJU KUMAR K.S., PAI B.C., **A simple inexpensive technique for enhancing density and mechanical properties of Al-Si alloys.** *Journal of Materials Processing Technology*, v. 146, p 338-348, 2004.

TAGHAVI F., SAGHAFIAN H., KHARRAZI Y.H.K., **Study on the effect of prolonged mechanical vibration on the grain refinement and density of A356 aluminum alloy.** *Materials and Design*, v. 30, p 1604-1611, 2009.

WU S., ZHONG G., AN P., WAN L., NAKAE H., **Microstructural characteristics of Al-20Si-2Cu-0.4Mg-1Ni alloy formed by rheo-squeeze casting after ultrasonic vibration treatment.** *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 22, p 2863-2870, 2012.

## ESTUDO SOBRE O PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO DAS MATRIZES METÁLICAS DE FE-CU-25%NB E FE-CU-25%CO DURANTE A PRENSAGEM A QUENTE

### **Hellen Cristine Prata de Oliveira**

Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP,  
Rede Temática em Engenharia de Materiais –  
REDEMAT, Ouro Preto/MG, Brasil.

### **Adriano Corrêa Batista**

Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP,  
Rede Temática em Engenharia de Materiais –  
REDEMAT, Ouro Preto/MG, Brasil.

### **Luis Guerra Rosa**

Universidade de Lisboa – UL, Instituto Superior  
Técnico – IST, Área Científica de Projeto  
Mecânico e Materiais Estruturais, Departamento  
de Engenharia Mecânica, Lisboa, Portugal.

### **Paulo Santos Assis**

Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP,  
Rede Temática em Engenharia de Materiais –  
REDEMAT, Ouro Preto/MG, Brasil.

**RESUMO:** O processo de sinterização promove a densificação e a evolução da microestrutura do material, com conseqüente aumento expressivo da dureza e resistência mecânica. Entretanto, poucos estudos mostram a influência da pressão e temperatura durante a sinterização por prensagem a quente. Neste sentido, este trabalho busca avaliar as alterações microestruturais e propriedades com a variação de pressão e temperatura e o tipo de sinterização sofrida pelos pós metálicos durante a sinterização por prensagem a quente. Para isso, foram estudadas 2 amostras, alterando

os parâmetros de sinterização: 25%Fe-50%Cu-25%Nb e 25%Fe-50%Cu-25%Co. As amostras foram analisadas pelo MEV/EDS com o intuito de verificar a morfologia e presença de poros, bem como a interação entre os constituintes metálicos de cada amostra através das análises de EDS em linha. Foram também determinadas a densidade relativa, porosidade e dureza Vickers (HV5). Ao final do estudo concluiu-se que as ligas compostas pelo elemento nióbio sofreram sinterização ativada em conjunto com a sinterização por fase líquida. Para as ligas de cobalto foi observada a sinterização por fase líquida. O aumento na severidade nas condições de sinterização (pressão e temperatura) conduziu a uma melhora nas propriedades físicas e mecânicas das ligas, o que indica que esses parâmetros estão diretamente relacionados aos mecanismos de difusão no processo de sinterização, melhorando as propriedades e difusividade entre os elementos. **PALAVRAS-CHAVE:** prensagem a quente, parâmetros de sinterização, microestrutura.

**ABSTRACT:** The sintering process promotes densification and the evolution of the microstructure of the material, with consequent significant increase in hardness and mechanical strength. However, few studies show the influence of pressure and temperature during sintering by hot pressing. In this sense, this

work aims to evaluate the microstructural changes and properties with the variation of pressure and temperature and the type suffered by sintering metal powders during sintering by hot pressing. For this, two samples were studied by changing the sintering parameters: 25% Fe-50% Cu-25% Nb and 25% Fe-50% Cu-25% Co. Samples were analyzed by SEM / EDS in order to check the morphology and the presence of pores, as well as the interaction between the metallic constituents of each sample by the EDS analysis in line. They also determined the relative density, porosity and Vickers hardness (HV5). At the end of the study it was concluded that niobium alloy composite element by sintering activated suffered together with the liquid phase sintering. For cobalt alloys were observed by liquid phase sintering. The increase in the severity of the sintering conditions (temperature and pressure) led to an improvement in physical and mechanical properties of the alloys, which indicates that these parameters are directly related to the mechanisms of diffusion in the sintering process, improving the properties and diffusivity between elements.

**KEYWORDS:** hot pressing, sintering parameters, microstructure.

## 1 | INTRODUÇÃO

A sinterização é um processo termodinâmico fora do equilíbrio, no qual um sistema de partículas vem a adquirir uma estrutura sólida coerente, através da atuação de mecanismos de transporte de matéria, resultando na redução de energia livre do sistema através do crescimento de contatos entre as partículas, redução do volume dos poros e alteração da geometria dos poros. Através da sinterização é promovida a densificação e a evolução da microestrutura do material, com consequente aumento expressivo da dureza e resistência mecânica (THUMMLER, 1993; FANG, 2010).

A principal força motriz do processo de sinterização vem da alta energia superficial dos pós metálicos. A sinterização por fase única ocorre em três estágios, sem distinção clara entre eles: estágio inicial, estágio intermediário e estágio final.

O estágio inicial da sinterização é caracterizado pelo crescimento do pescoço formado no contato entre os pós. O estágio intermediário corresponde ao arredondamento dos poros e início do processo de crescimento dos grãos. E o estágio final ocorre quando os poros se tornam esferas fechadas, impedindo o crescimento dos grãos. Apesar disso, não existe uma teoria universal que possa ser aplicada a todos os processos de sinterização, sendo esses extremamente suscetível a alterações de acordo com os elementos presentes (FANG, 2010).

O processo de Sinterização por Fase Sólida ocorre quando não é atingida a temperatura de fusão de nenhum dos elementos e sem a presença de pressão externa no sistema. Nestes casos, a resistência mecânica é essencial, mas a necessidade de densificação é mínima (UPHADHYAYA, 2009).

A Sinterização por Fase Líquida é o processo de sinterização no qual um dos elementos do sistema propicia a formação de uma fase líquida durante o processo

de sinterização. Assim nestes casos, o pó utilizado é composto por mais de um componente, onde um dos quais tem baixo ponto de fusão em relação ao componente majoritário da mistura (GOMES, 1993).

Devido à sinterização por fase líquida apresentar tempos e temperatura mais baixos, mas sem deixar de atingir o grau de densificação desejada, a grande maioria dos sinterizados produzidos na indústria vem utilizando essa técnica (KLEIN, 2004).

Neste tipo de sinterização, a evolução da microestrutura revela estágios do processo que vem sendo dividido em processo de rearranjo, processo de solução/precipitação e processo final (GERMAN, 2014).

A sinterização ativada consiste na modificação das propriedades superficiais das partículas constituintes do pó, através de um mecanismo ou agente ativador do processo de sinterização (GOMES, 1993).

Esta sinterização ativada se aplica a materiais de elevado ponto de fusão. Sem o uso desses aditivos a sinterização desses materiais teria de ser feita a elevadas temperaturas de sinterização. Como exemplo podemos citar o tungstênio que tem sua temperatura de sinterização reduzida pela adição de alguns elementos como cobalto, níquel e ferro. O papel do ativador ou mecanismo de ativação é provocar um acréscimo da força motriz do processo, a partir do aumento da área superficial, assim como a criação de novos mecanismos de transporte de matéria (UPHADHYAYA, 2009).

Nos processos de sinterização com pressão externa o efeito da pressão é amplificado quando se analisa microestruturalmente, devido às pequenas zonas de contato entre as partículas. Como consequência, a pressão externa se torna um fator dominante no início do processo de densificação, sendo o final do processo controlado por fatores difusionais (GERMAN, 2014).

De acordo com Zerem e Karagoz (2005) os principais parâmetros controlados na produção de ligas para ferramentas de corte diamantadas são temperatura, tempo e pressão. Sendo estes parâmetros os principais responsáveis pelo controle dos processos de densificação, devem-se analisar quais os impactos de sua variação nas propriedades dessas ligas.

No início do processo de prensagem a quente, devido ao tamanho das partículas, ocorre uma concentração de força nas interfaces propiciando que o fluxo plástico e a difusão nos contornos de grãos promovam uma rápida densificação inicial do material.

Dependendo dos valores de pressão aplicadas na sinterização pode ocorrer a formação de fases líquidas ou amorfas no sistema. Essas fases aumentam a velocidade dos processos difusionais e aceleram o processo de densificação (GERMAN, 2014).

O aumento da temperatura de sinterização irá promover um aumento da cinética de reação dos mecanismos de difusão. Além disso, se forem utilizados metais com baixo ponto de fusão como o Cu, eles tendem a formar uma fase líquida que irá auxiliar na densificação dos materiais pela atuação dos mecanismos de sinterização por fase líquida (LI *et al*, 2012).

Devido à diminuição da resistência mecânica dos materiais com o aumento da

temperatura, o mecanismo de densificação por fluxo plástico irá atuar nos materiais para temperaturas mais baixas (GERMAN, 2014).

Li *et al* (2012) provou que a dureza do material irá variar com a mudança da temperatura de sinterização. Isto ocorre devido a formação de fases sólidas com a combinação dos pós que ocorre com o aumento da temperatura e também devido a diminuição da porosidade.

Logo, a temperatura apresenta uma relação linear com o grau de densificação. Isto pode ser explicado pelos mecanismos de difusão, que é um mecanismo termicamente ativado, e exerce grande influência sobre a densificação durante todo o processo.

Assim, busca-se realizar um estudo sobre o processo de sinterização que as matrizes metálicas de Fe-Cu-25%Nb e Fe-Cu-25%Co desenvolvem durante a prensagem a quente.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Foram realizados estudos para verificar o tipo de sinterização desenvolvido na prensagem a quente de duas matrizes diferentes: 25%Fe-50%Cu-25%Nb e 25%Fe-50%Cu-25%Co. As amostras foram sinterizadas nas seguintes condições, Tabela 1:

<i>Amostras</i>	<i>Parâmetros de Sinterização</i>		
	<i>Temperatura (°C)</i>	<i>Pressão (MPa)</i>	<i>Tempo (min)</i>
25%Fe-50%Cu-25%Nb	800	35	3
25%Fe-50%Cu-25%Nb	900	35	3
25%Fe-50%Cu-25%Nb	900	42	3
25%Fe-50%Cu-25%Co	800	35	3
25%Fe-50%Cu-25%Co	800	42	3

Tabela 1 – Parâmetros de sinterização para cada amostra estudada.

Os pós metálicos de Fe e Cu usados foram fabricados pela empresa METALPÓ. O pó metálico de Nb foi processado e fornecido pelo Departamento de Engenharia de Materiais – Escola de Engenharia de Lorena – Universidade de São Paulo – DEMAR-EEL-USP. Este pó metálico foi obtido através do processo de hidrogenação – moagem – desidrogenação (HDH). O pó metálico de Co foi fabricado pela UMICORE, sendo este pó denominado extrafino.

As matrizes metálicas foram obtidas através da sinterização por prensagem a quente na prensa industrial *Idea*, modelo 0338, com leitor de temperatura do tipo

pirômetro, sendo seu feixe de luz incidente nos pistões de grafite durante a sinterização, as quais se realizaram na empresa DIAPOR em Portugal. Os pós metálicos foram misturados e homogeneizados por 2 horas em um misturador rotativo, de acordo com a composição desejada e, posteriormente, conduzida para a prensagem a quente.

Em seguida, as amostras foram preparadas metalograficamente e analisadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) obtendo imagens a partir de elétrons retroespalhados com o intuito de analisar a microestrutura, porosidade, distribuição das fases para identificar o tipo de sinterização desenvolvida durante a prensagem a quente. Estas análises foram geradas no NanoLab/DEMET/UFOP no microscópio *Tescan* modelo Vega3. A microanálise por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) acoplada ao MEV foi utilizada para a realização da análise das fases presentes e a interação entre os constituintes metálicos de cada amostra através das análises de EDS em linha.

As medidas da Dureza Vickers (HV5) das matrizes metálicas foram realizadas utilizando uma carga de 5kgf durante 15 segundos para cada endentação, utilizando o duromêtro da marca *Otto Wolpert Werk* modelo dia testor 2 Rc pertencente ao Laboratório de Ensaio Mecânicos/DEMET/UFOP.

A densidade relativa ( $\rho_r$ ) foi obtida pela razão entre a densidade aparente e a densidade teórica do material.

A porosidade é uma estimativa da quantidade de poros existentes nos materiais, que se obtém a partir da diferença entre 100 e a densidade relativa do material ( $100 - \rho_r$ ). A análise da porosidade revela o quanto poroso está o material, sendo que está também pode ser observada pela microestrutura e pela diminuição das propriedades mecânicas (Oliveira, 2010).

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1 Prensagem a Quente

Para que a sinterização seja efetiva na prensagem a quente, é necessário que o ciclo térmico referente a sinterização de pós metálicos tenha 5 etapas, conforme descreve Reis *et al.* (2008). Isto foi observado durante o processo de sinterização a quente das amostras com 25%Co e 25%Nb, conforme mostra a Figura 1.

Na primeira etapa, a pressão só é acionada quando se atinge 450°C, e quando essa temperatura alcança 650°C a pressão aumenta de 100 para 150 kg/cm<sup>2</sup>, e continua desta forma até a etapa 4. A etapa 4 corresponde a temperatura máxima atingida, ou seja, a temperatura de sinterização alcançada (800°C). Neste momento a temperatura se mantém constante por um período de tempo e pressão desejados. Ao final do tempo, a temperatura diminui gradativamente enquanto que a pressão se mantém constante até os 350°C, finalizando o processo com a etapa 5.

Com isso é garantida a forma e a tolerância dimensional, assim como a densificação da mistura dos metais ligantes, pelos mecanismos de prensagem e sinterização simultâneos.

	Step 1	Step 2	Step 3	Step 4	Step 5	Step 6	Step 7
Temperatura (°C)	450	650	700	800	350		
Sub.Temp.(°C/s)	3.0	2.5	1.5	1.0			
Corrente (%)	80	80	80	80			
V-Trafo	Med 2	Med 2	Med 2	Med 2			
Pressão (Kg/cm2)	100	150	250	420	420		
Força (Ton)	3.8	5.7	9.4	15.8	15.8		
Dir/Prop (0/1)	STEP ↑	PRODP ↘	STEP ↑	STEP ↑	STEP ↑		
A=1/V=2/G1=4/G2=8/G0=16	Asp 1	Vac 2	Gas1 4	Gas1 4	Gas1 4		
Tempo Mant. (s)				180			

Figura 1 – Representação das condições observadas na prensa a quente *Idea* durante a sinterização a 800°C/42 MPa/3min na empresa Diapor.

Para melhor compreender o comportamento dessas matrizes metálicas durante a sinterização é apresentado o gráfico de sinterização da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%Co durante a sinterização a 800°C/42MPa/3min – Figura 2, juntamente com a Figura 1. Ressalta-se que todas as matrizes metálicas geraram gráficos de sinterização similares, por isso que será apresentado e discutido apenas um gráfico de sinterização.

Através da Figura 2 verifica-se que o gráfico é composto por linhas vermelhas, verdes e azuis, representando, respectivamente, temperatura (°C - ciclo térmico), altura da amostra (mm) e o tempo (s).

Quando a temperatura atinge seu valor máximo, a pressão terá alcançado seu valor máximo e então se inicia a contagem do tempo de sinterização. A altura da amostra é diminuída à medida que os pistões de grafite se deslocam para compactá-la e sinterizá-la devido à ação da pressão e temperatura. Logo, a linha verde reflete o deslocamento desses pistões.

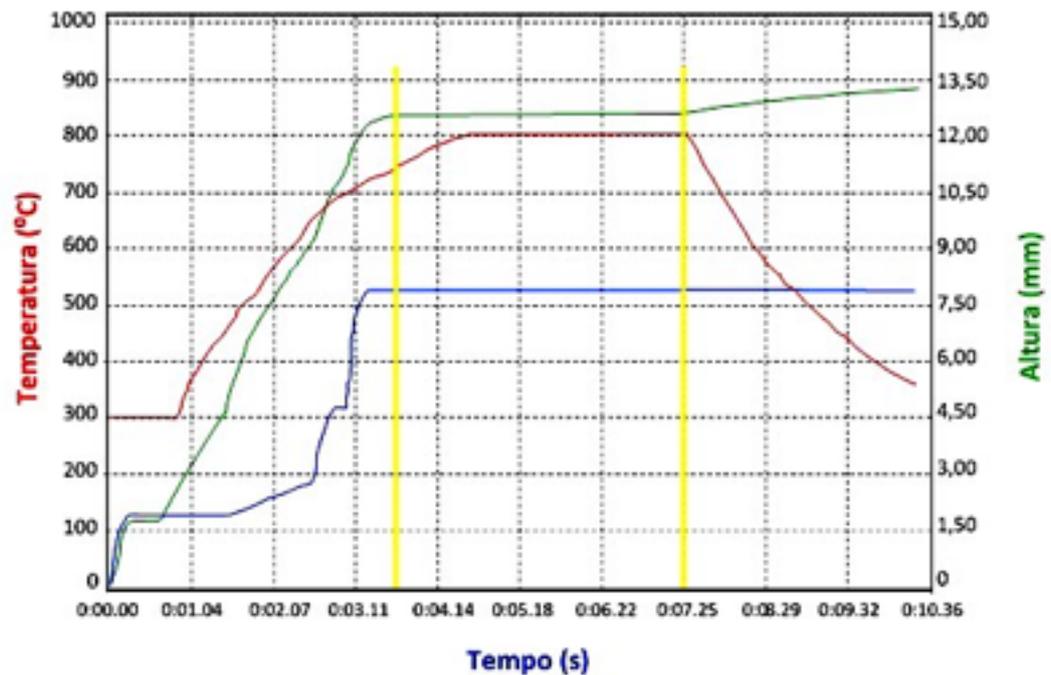


Figura 2 – Gráfico da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%Co durante a sinterização a 800°C/42MPa/3min.

Ao colocar a matriz de sinterização na prensa, os pistões ocupam a posição zero. Ao iniciar a sinterização, esses pistões são pressionados por uma força, fazendo com que sejam introduzidos nas cavidades em que se encontram os pós metálicos, sinterizando-os. Nesse momento a leitura é crescente devido à introdução dos pistões nas cavidades, até atingir um estado de inércia, que deve coincidir ou iniciar pouco antes do início da linha constante de temperatura máxima, correspondente a altura constante da amostra durante a aplicação do tempo, temperatura e pressão máxima.

Ao final do tempo de sinterização, a temperatura é diminuída e a pressão máxima é mantida até 350°C (Figura 1). Neste momento de resfriamento verifica-se uma leve subida da altura, pois houve um deslocamento dos pistões para o interior da cavidade, o que indica a contração da amostra sinterizada (diminuição da altura).

Diante disso, os gráficos de sinterização de cada amostra devem apresentar a formação da constante da altura preferencialmente antes da constante da temperatura, para que a sinterização seja eficiente. Caso que ocorreu nas sinterizações de todas as amostras estudadas. Para melhor visualização e explicação, foram colocadas 2 retas verticais amarelas que delimitam o início e o fim da constante altura da amostra no gráfico.

Na Figura 2, a matriz com 25%Co teve a altura das amostras estabilizadas a 750°C, aproximadamente, antes de alcançar a temperatura e pressão máxima, conforme delimitado pelas retas verticais amarelas e horizontal verde, para que ocorra o rearranjo e difusão dos átomos sob temperatura e pressão máxima. Neste caso, a altura da amostra se mantém constante durante a aplicação da pressão de 42MPa

durante os 3 minutos a 800°C.

Ao término do tempo da sinterização, indicado pela segunda reta vertical amarela, a amostra mostra uma diminuição de sua altura revelando um gráfico crescente para altura (mm) o que corresponde ao rearranjo das partículas durante o resfriamento (estágio final da sinterização). O que resultou num corpo denso refletindo isso nas propriedades observadas. Isto mostra que os estágios de sinterização (inicial, intermediário e final) conforme a teoria descreve, ocorreram de forma efetiva nestas sinterizações.

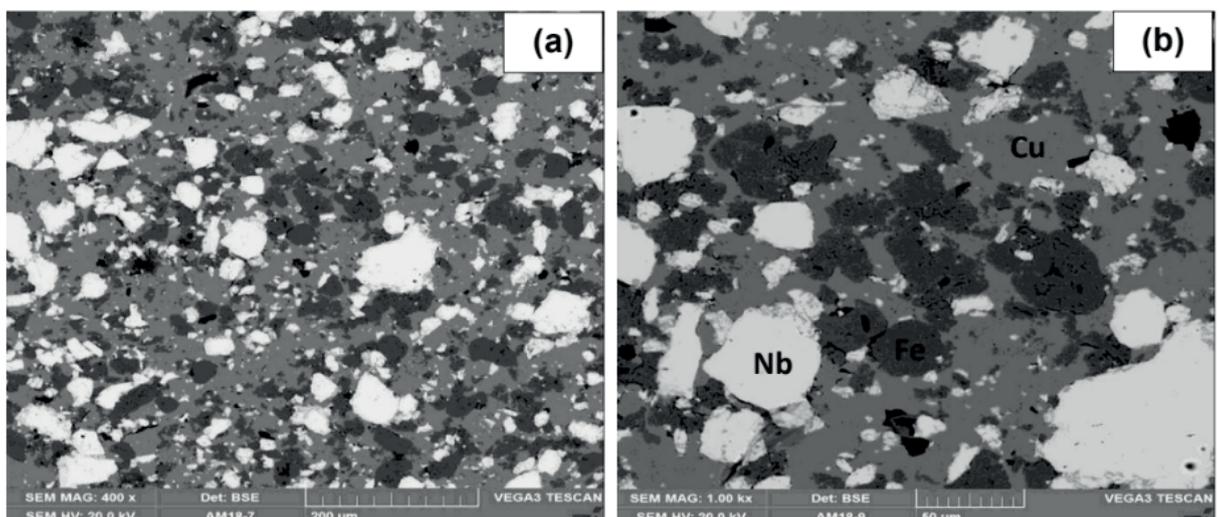
### 3.2 MEV/EDS

Na Figura 3 observa-se as micrografias das amostras de 25%Fe-50%Cu-25%Nb obtidas por elétrons retroespalhados.

Através da análise por EDS em ponto, observou-se com clareza os três componentes da liga: o cobre forma uma matriz espalhada por toda a amostra de cor cinza claro, o ferro formou aglomerados de partículas na cor cinza escuro e o nióbio também formou aglomerados de partículas, mas de cor branca, conforme indicado na Figura 3(b).

A região analisada nas amostras de 25%Fe-50%Cu-25%Nb se mostra bastante heterogênea revelando que os elementos Fe, Cu e Nb formaram partículas bem distintas, não sendo observável a sobreposição destes elementos que indicasse a solubilidade entre os elementos, exceto pela amostra 25%Fe-50%Cu-25%Nb/900°C/42MPa/3min (Figura 3(f)).

Ao redor das aglomerações de partículas de nióbio, para essa amostra (25%Fe-50%Cu-25%Nb/900°C/42MPa/3min), verifica-se regiões de coloração diferenciada sugerindo a formação de soluções sólidas entre os elementos na região de contorno de grão. Também é possível observar a diminuição da quantidade de poros sendo que os poros presentes apresentam uma forma mais arredondada do que àquelas apresentadas nas demais amostras.



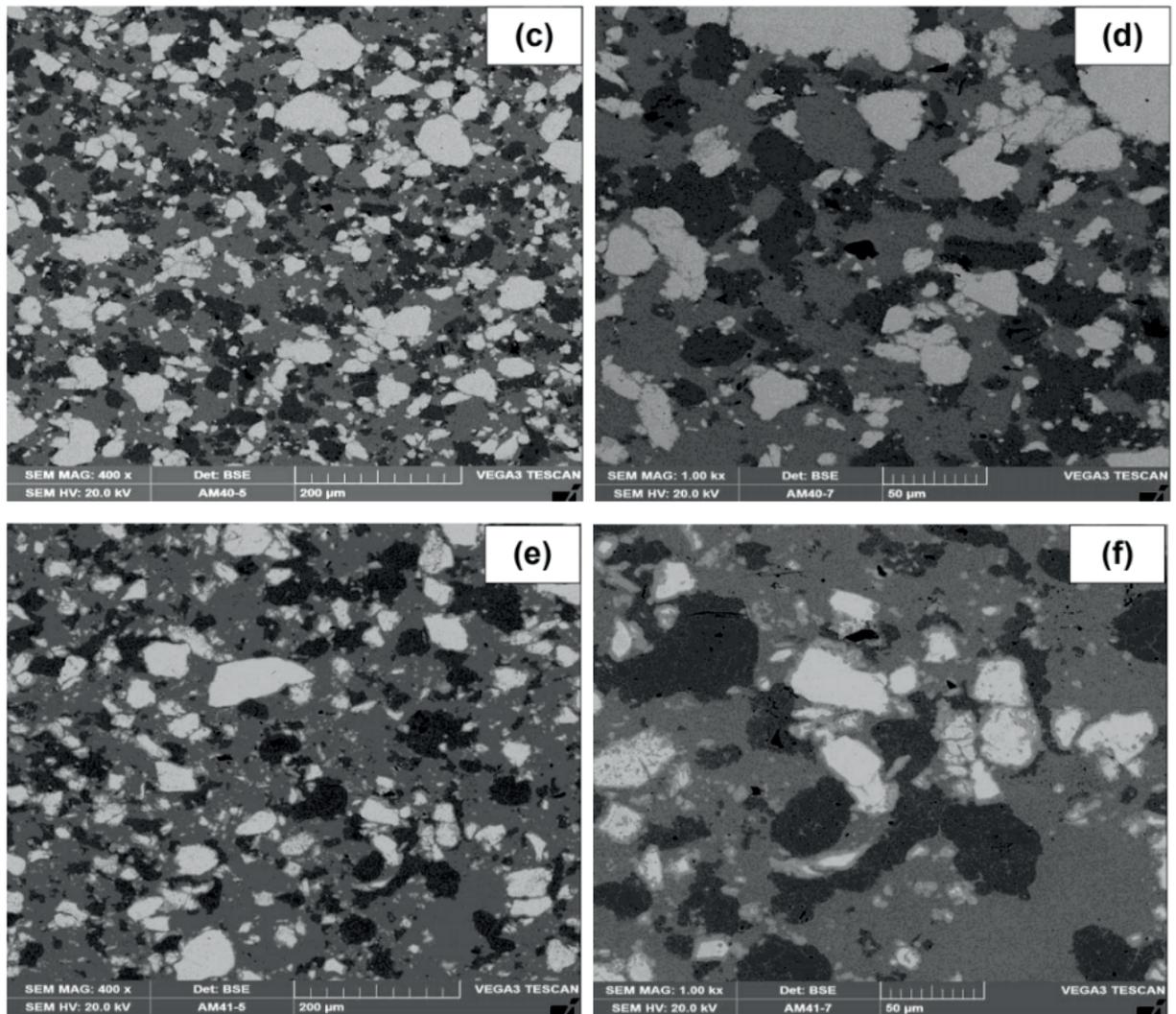


Figura 3 - Microestrutura da matriz metálica de 25%Fe-50%Cu-25%Nb sinterizada com o parâmetro de sinterização: (a, b) 800°C/35MPa/3min; (c, d) 900°C/35MPa/3min; (e, f) 900°C/42MPa/3min. Ampliação 400X (a, c, d) e 1000X (b, d, e).

Contudo, foi confirmada a atuação de Cu como uma matriz (metal base) envolvendo todas as demais aglomerações de partículas, podendo este comportamento ser associado à formação de uma fase líquida de cobre durante a sinterização.

Com o aumento da temperatura/pressão de sinterização, ocorreu uma significativa diminuição da quantidade de poros e o aparecimento de diferença de tonalidades nas regiões de contorno de grão, sugerindo a interação entre os elementos. Isto pode ser explicado pela atuação dos mecanismos de difusão devido ao aumento da temperatura (GERMAN, 2014).

De acordo com Li *et al.* (2012), o aumento da temperatura irá favorecer a cinética de reação dos mecanismos de difusão, o que irá contribuir para o aumento da densidade do material. Outro fator que contribui para a diminuição da homogeneidade e aumento da densidade do material é o acréscimo da pressão, que no início do processo de sinterização irá exercer grande influência devido à grande área de contato das partículas o que irá favorecer os processos de densificação por fluxo plástico (SHUKLA, 2012).

As Figuras 4, 5 e 6 mostram as micrografias da matriz metálica Fe-Cu-25%Nb sinterizadas a 800°C/35MPa/3min, 900°C/35MPa/3min e 900°C/42MPa/3min, respectivamente. Todas as imagens foram obtidas com aumento de 1000X e apresentam a variação da intensidade de emissão característica de raios X durante a análise em linha.

Pela análise em linha da Figura 4 pode-se concluir que não ocorreu interação significativa entre os elementos formadores da matriz metálica, sugerindo a baixa solubilidade entre os elementos Fe, Cu e Nb para a formação de solução sólida.

Somente em pequenas regiões do contorno de grão foi possível notar interações entre os elementos, o que indica ser este mecanismo o preferencial. Como exemplo podemos destacar a região de 60 micrômetros até 95 micrômetros onde ocorreram interações entre os três elementos.

Observando esta região na figura sobre a qual foi realizada a análise em linha podemos concluir que se trata de uma região de contorno de grão, na qual a difusão de elementos irá ocorrer de maneira mais fácil. Em regiões internas dos grãos somente é possível notar a presença de somente um elemento, como por exemplo na região de 20 a 45 micrômetros. Também foi possível confirmar a distribuição heterogênea de elementos.

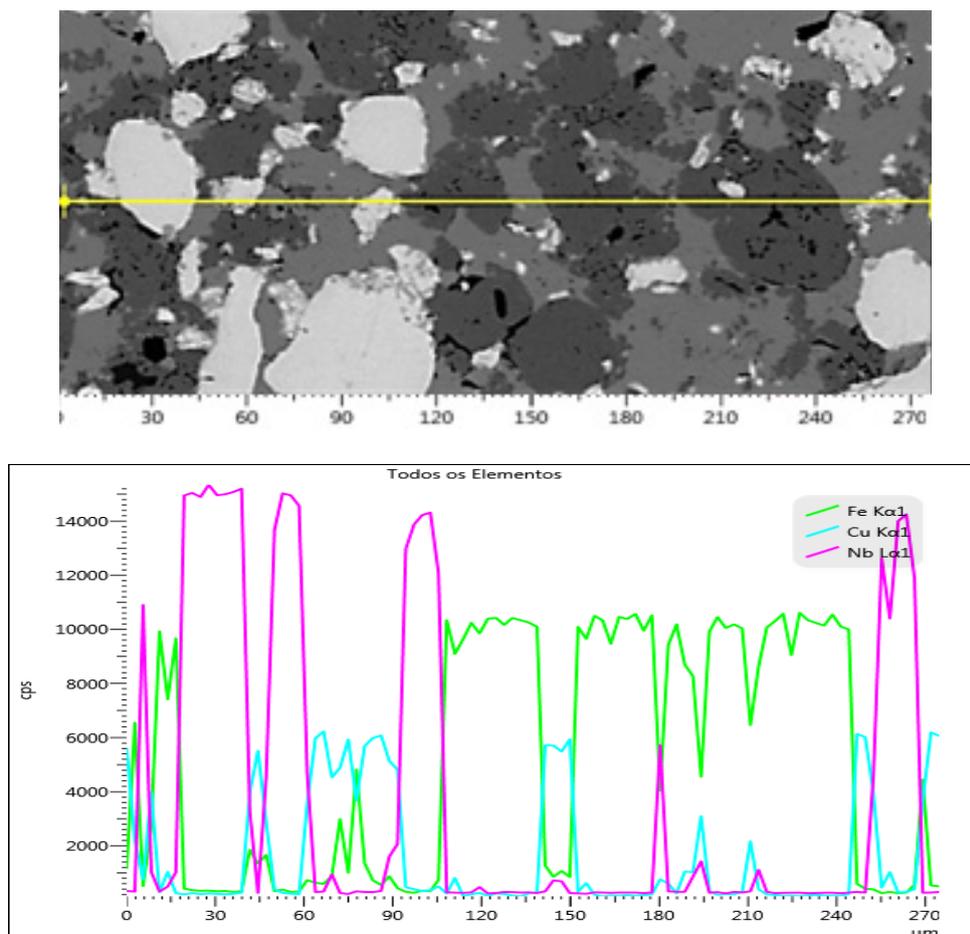


Figura 4 – Variação da intensidade de emissão característica de raios X ao longo de uma linha na área selecionada da matriz metálica Fe-Cu-25%Nb sinterizada a 800°C/35MPa/3min.

Pela Figura 5, pode-se concluir que não ocorreu interação significativa entre os elementos formadores da matriz metálica, Fe, Cu e Nb, sugerindo a baixa solubilidade entre os elementos para a formação de solução sólida.

Pela análise por EDS em linha para estas condições de sinterização é possível observar algumas interações entre os elementos Fe e Cu, evidenciando uma leve difusão para a superfície de Cu.

Estas interações de Fe com o Cu podem ser observadas entre os picos 3 a 9 micrômetros, 105 a 114 micrômetros, 120 a 125 micrômetros, 165 a 172 micrômetros e 216 a 221 micrômetros que são regiões de contorno de grão. Também foi observado a interação entre Fe e Nb através das regiões de contorno de grão entre 174 e 180 micrômetros.

Da mesma maneira que ocorreu para a amostra sinterizada a 800°C/35MPa/3min, as interações entre os elementos somente foram observadas nas regiões de contorno de grão, nunca no interior dos mesmos.

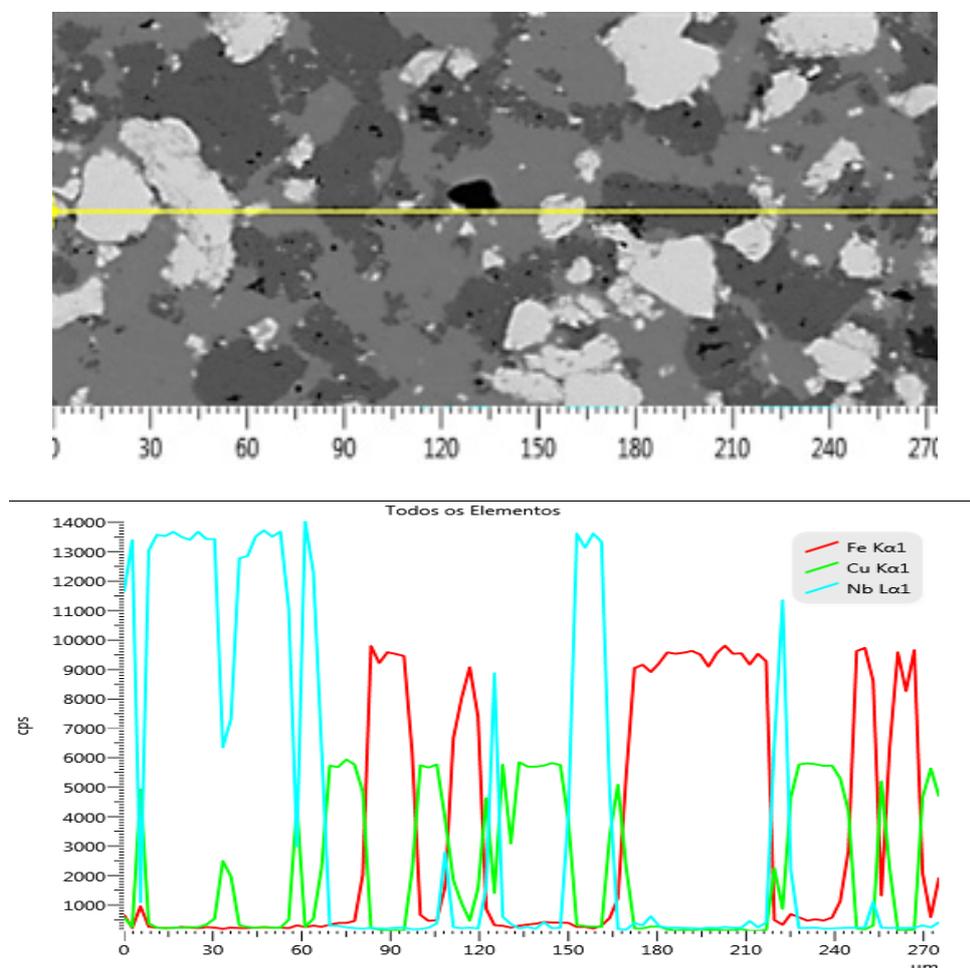


Figura 5 – Variação da intensidade de emissão característica de raios X ao longo de uma linha na área selecionada da matriz metálica Fe-Cu-25%Nb sinterizada a 900°C/35MPa/3min.

Pela análise em linha da Figura 6 foi observado que há interação significativa entre os elementos formadores da matriz metálica, Fe, Cu e Nb nos contornos de grão, provavelmente havendo a formação de solução sólida.

É interessante notar que as aglomerações de partículas de nióbio possuem uma faixa em sua volta, diferente da coloração da matriz de Cu, que possui como elementos constituintes o Fe e Cu, indicando a solubilidade entre estes elementos (por exemplo, a região entre 210 a 219 micrômetros).

Na região entre 36 a 45 micrômetros é possível notar a interação dos elementos Fe, Cu e Nb. Entretanto para as interações de Fe e Nb, estas se restringiram aos contornos de grãos de forma pontual em 168 a 171 micrômetros e em partículas isoladas dentro de um aglomerado como visto em 54 a 60 micrômetros.

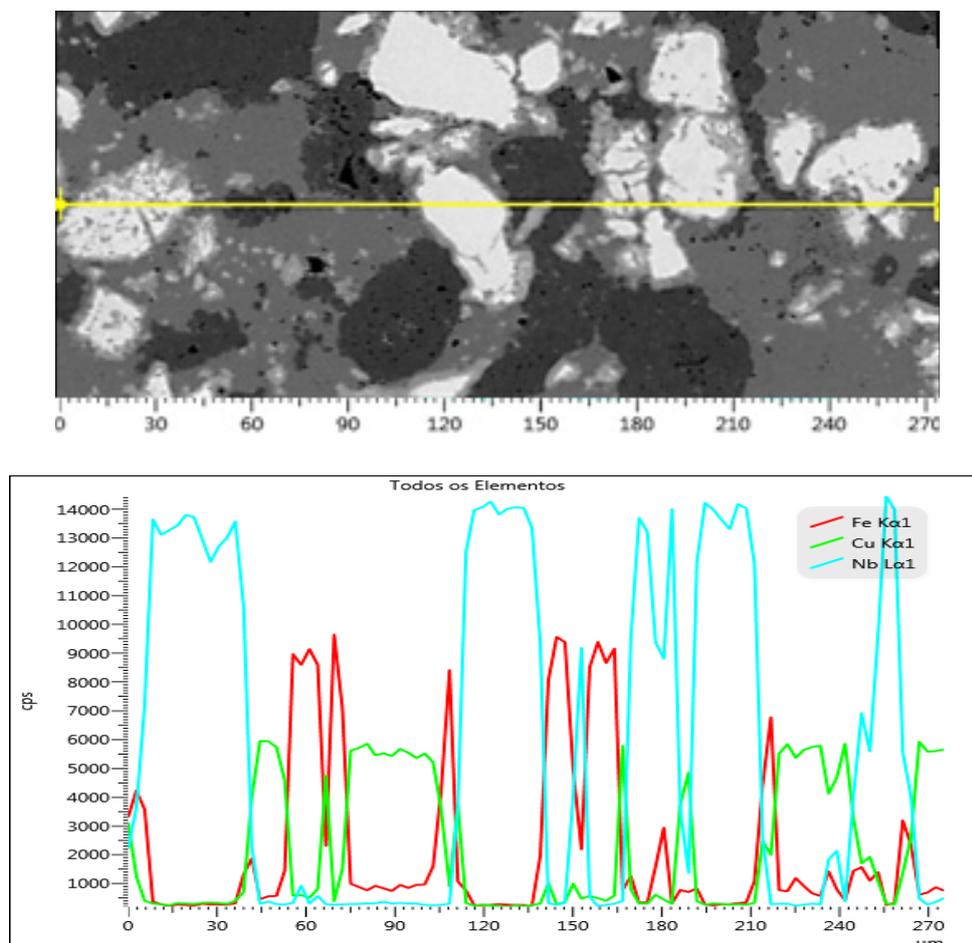


Figura 6 – Variação da intensidade de emissão característica de raios X ao longo de uma linha na área selecionada da matriz metálica Fe-Cu-25%Nb sinterizada a 900°C/42MPa/3min.

Mais uma vez foi confirmada a interação entre os elementos apenas nas regiões de contorno de grão.

As micrografias das amostras de 25%Fe-50%Cu-25%Co obtidas por elétrons retroespalhados são apresentadas na Figura 7.

Pelas micrografias apresentadas pode-se notar que a matriz metálica de cobalto se apresenta de maneira muito mais homogênea do que às matrizes de nióbio. Pelas imagens da Figura 7 e EDS pontual é possível identificar uma matriz formada por Cu com alguns aglomerados de Fe e Co. Com o aumento da pressão, fica difícil diferenciar o Co, levando a crer que os elementos Fe e Co podem estar formando

soluções sólidas.

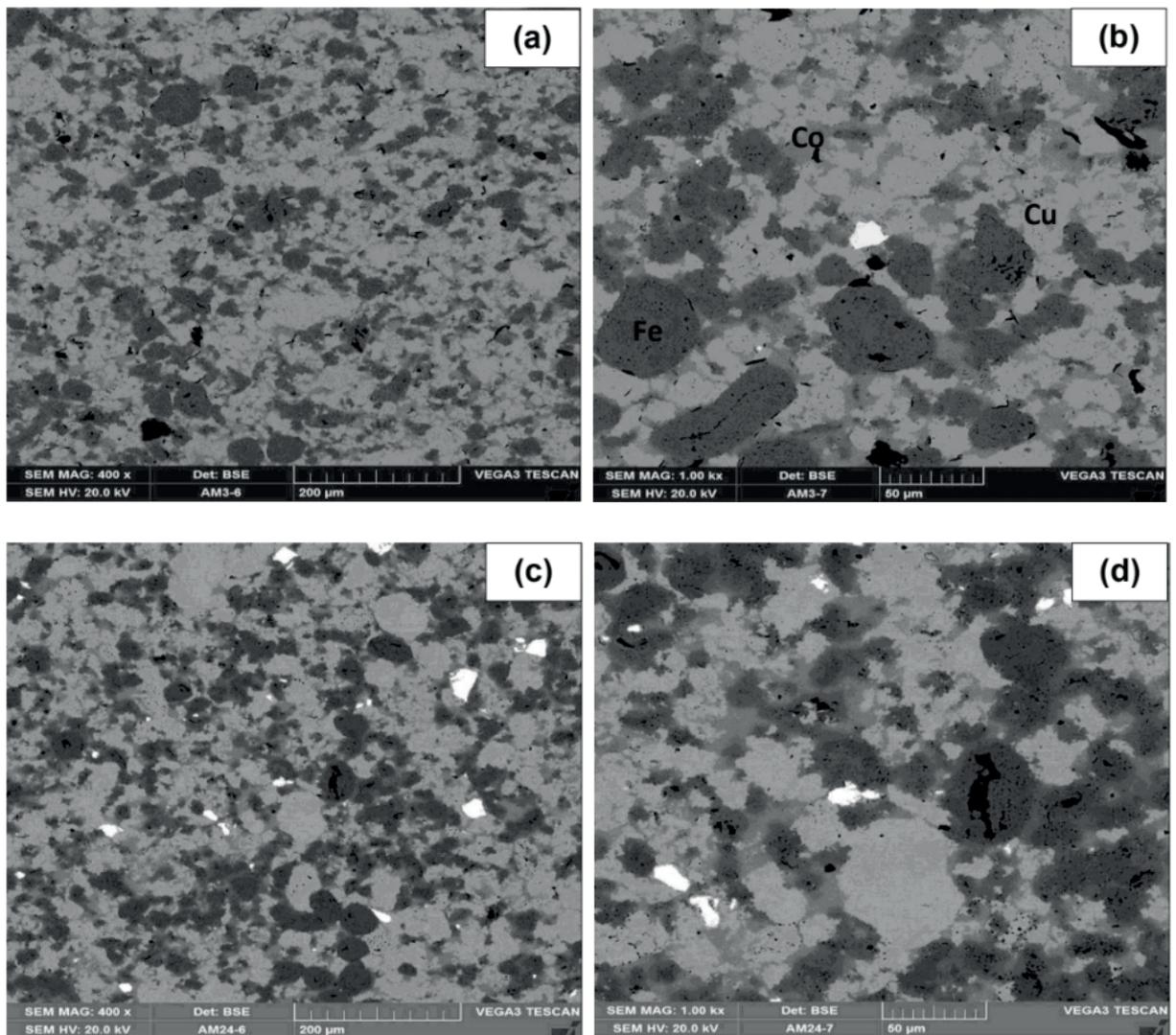


Figura 7 - Microestrutura da matriz metálica de 25%Fe-50%Cu-25%Co sinterizada com o parâmetro de sinterização: (a, b) 800°C/35MPa/3min; (c, d) 800°C/42MPa/3min. Ampliação 400X (a, b) e 1000X (c, d)

Pode-se observar que o Fe e Cu na estrutura da matriz Fe-Cu-25%Co apresenta uma distribuição muito próxima à apresentada pelo nióbio na matriz Fe-Cu-25%Nb, sugerindo que estes possam apresentar tipos de sinterização semelhantes. Enquanto que o Co não se comporta de maneira similar ao Nb. Isto pode estar relacionado ao fato de que o Fe e Co possuem alto limite de solubilidade favorecendo a difusão do Co no Fe para ocorrer a formação da solução sólida Fe.

Com o aumento da pressão para 42MPa durante a sinterização, a matriz metálica de Co apresentou estrutura diferente daquela com 35MPa. Houve uma interação maior entre os elementos Fe e Co fazendo com que não fosse possível identificar os contornos dos aglomerados de partículas de Co e Fe, indicando o alto limite de solubilidade do Co no Fe formando solução sólida (Oliveira, 2010; Del Villar et al., 2001). Enquanto que para a fase líquida, Cu, se revelou em aglomerados bem definidos.

Outra diferença na microestrutura que pode ser notada foi a diminuição do número

de poros. Nessas amostras foi detectada uma contaminação por partículas de nióbio, devido a matriz de sinterização utilizada ter sido a mesma para a fabricação de todos os corpos de prova e não ter realizado uma limpeza eficiente. Mas esta quantidade apresentada não interfere nos resultados.

As Figuras 8 e 9 mostram as micrografias da matriz metálica Fe-Cu-25%Co sinterizadas a 800°C/35MPa/3min e 800°C/42MPa/3min, respectivamente. Todas as imagens foram obtidas com aumento de 1000X e apresentam a variação da intensidade de emissão característica de raios X durante a análise em linha.

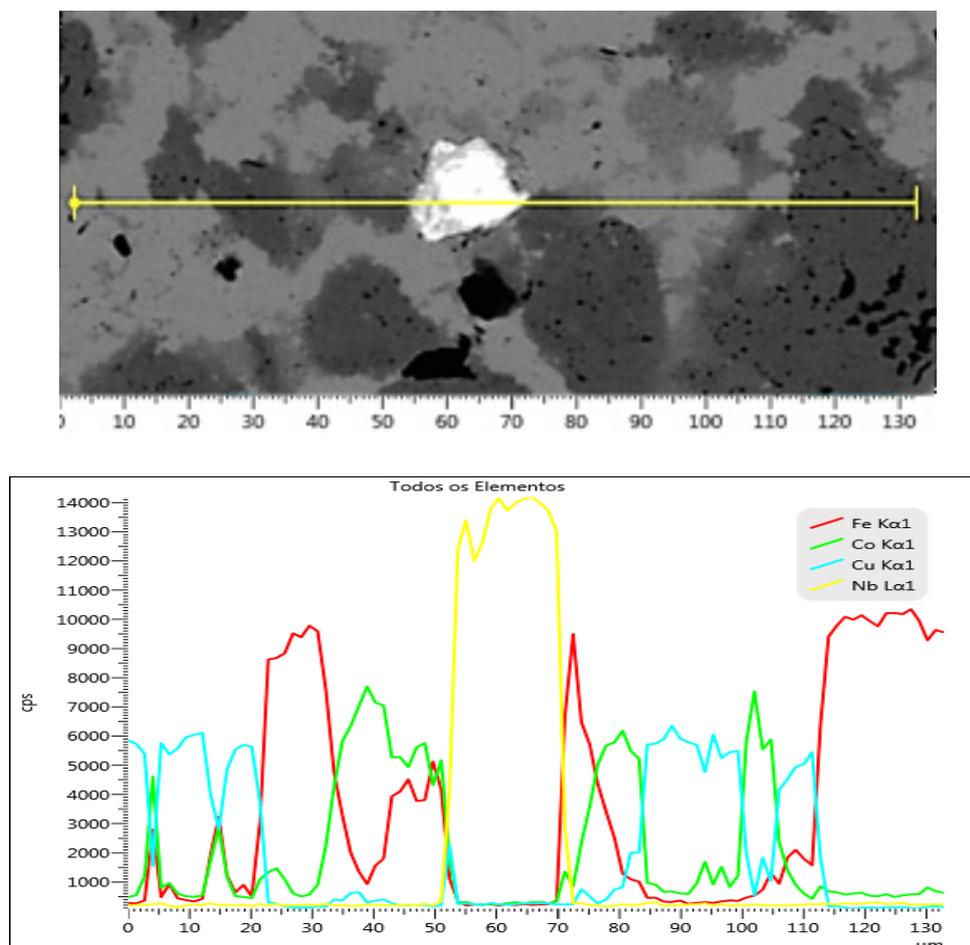


Figura 8 – Variação da intensidade de emissão característica de raios X ao longo de uma linha na área selecionada da matriz metálica Fe-Cu-25%Co sinterizada a 800°C/35MPa/3min.

Pelo resultado do gráfico da Figura 8, podemos observar que a solubilidade apresentada pelo elemento Co pode ser atribuído à formação de soluções sólidas de Fe e CoCu por quase toda a área analisada, respectivamente em 2,5 a 5 micrômetros e 33 a 43 micrômetros.

Pela emissão característica de raios X pode-se concluir que a partícula branca no centro da amostra é que uma partícula de nióbio que contaminou a amostra durante o processo de mistura dos pós ou prensagem a quente.

Pode-se concluir que para a matriz metálica de Co existe uma maior interação entre os seus elementos ocorrendo principalmente nos contornos de grão e ainda pela

difusividade do Co no Fe formando solução sólida.

Novamente é possível observar na Figura 9 alterações no comportamento da amostra devido a mudança da pressão de sinterização, o que contribuiu para a solubilidade do Co no Fe, como mostra nitidamente a região de aglomerados de partículas entre 0 a 10 micrômetros, 32,5 a 50 micrômetros, 82,5 a 92,5 micrômetros e 120 a 130 micrômetros. Isto significa que a pressão utilizada de 42MPa contribuiu na formação da solução sólida Fe e em maior quantidade.

Também foi observada uma pequena interação entre Cu e Co, entre 66 a 85 micrômetros e 108 a 120 micrômetros, o que sugere a formação da fase CoCu.

Pela emissão característica de raios X pode-se concluir que a partícula branca no centro da amostra é que uma partícula de nióbio, conforme explanado anteriormente.

De acordo com German (2014) as condições na qual as amostras foram submetidas são suficientes para que o cobre forme uma fase líquida o que irá propiciar elevados valores de densificação devido a ocorrência de sinterização por fase líquida. Nestas micrografias é possível observar uma quantidade considerável de poros e estes com formas pouco definidas indicando menores índices densificação.

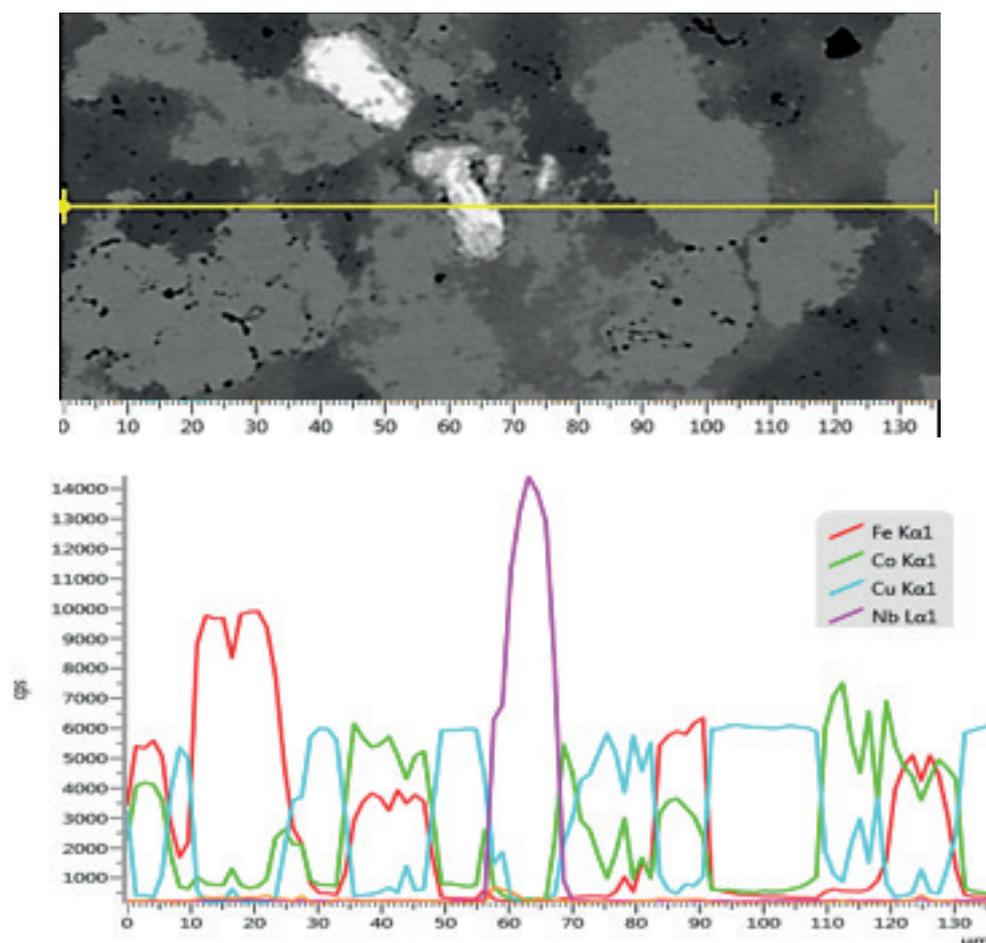


Figura 9 – Variação da intensidade de emissão característica de raios X ao longo de uma linha na área selecionada da matriz metálica Fe-Cu-25%Co sinterizada a 800°C/42MPa/3min.

Portanto, após as análises por MEV/EDS, verificou-se que o aumento da temperatura de sinterização promoveu um aumento da cinética de reação dos

mecanismos de difusão. Além disso, se forem utilizados metais com baixo ponto de fusão como o Cu, eles tendem a formar uma fase líquida que irá auxiliar na densificação dos materiais pela atuação dos mecanismos de sinterização por fase líquida.

Desta forma, pode-se afirmar que o tipo de sinterização sofrida pelos pós metálicos durante a prensagem a quente para a fabricação das matrizes metálicas de Fe-Cu-25%Nb é a Sinterização Ativada em conjunto com a Sinterização por Fase Líquida, enquanto que para a matriz metálica de Fe-Cu-25%Co é pela Sinterização por Fase Líquida.

Sinterização Ativada devido ao uso de material de elevado ponto de fusão (Nb) e uso de outros elementos que resultam na formação de uma fase líquida (Cu) e de novas fases sólidas (Fe e Nb) a qual acelera o mecanismo de transporte de matéria conseguindo-se abaixar a temperatura de sinterização.

Sinterização por Fase Líquida devido à formação de uma fase líquida em uma temperatura menor que seu ponto de fusão (Cu), à solubilidade do sólido (Fe) no líquido (Cu) estabelecendo um gradiente de difusão, à boa molhabilidade das partículas sólidas pelo líquido e aos estágios de sinterização verificados nas matrizes metálicas (processo de rearranjo, processo de solução/precipitação e processo final).

### 3.3 Propriedades Físicas e Mecânicas

A Tabela 2 expõe o resultado de dureza Vickers (HV5), densidade relativa e porosidade obtida para as matrizes metálicas sinterizadas por prensagem a quente.

<i>Amostras</i>	<i>HV5 (kgf/mm<sup>2</sup>)</i>	<i>r<sub>r</sub> (%)</i>	<i>P (%)</i>
25%Fe-50%Cu-25%Nb/800°C/35MPa/3min	232,66	95,20	4,80
25%Fe-50%Cu-25%Nb/900°C/35MPa/3min	249,97	96,60	3,40
25%Fe-50%Cu-25%Nb/900°C/42MPa/3min	280,74	98,59	1,41
25%Fe-50%Cu-25%Co/800°C/35MPa/3min	248,92	98,55	1,45
25%Fe-50%Cu-25%Co/800°C/42MPa/3min	286,63	98,90	1,10

Tabela 2 – Propriedades físicas e mecânicas das matrizes metálicas sinterizadas.

Pelos resultados obtidos pode-se perceber em todos os casos que, o aumento tanto da temperatura quanto da pressão durante a sinterização, resultam em um acréscimo na dureza, pois estes 2 parâmetros estão diretamente relacionados aos mecanismos de difusão no processo de sinterização.

Nas matrizes metálicas compostas por nióbio esse acréscimo observado nos valores de dureza pode ser atribuído à diminuição da quantidade de poros e ao aumento da interação entre Fe e Cu e entre Fe e Nb à medida que a temperatura e pressão são

elevadas. Isto sugere que houve formação de soluções sólidas preferencialmente nos contornos de grãos, o que foi notado pelas análises por EDS em linha.

Nas matrizes metálicas de cobalto o acréscimo no valor da dureza pode ser atribuído à diminuição da porosidade e conseqüente aumento da densificação do material ao ter usado uma pressão de 42MPa, o que favoreceu o mecanismo de difusão do Co no Fe devido ao alto limite de solubilidade entre eles (OLIVEIRA, 2010; DEL VILLAR et al., 2001), fazendo com que não fosse possível identificar os contornos dos aglomerados de partículas de Co e Fe, indicando a formação da solução sólida.

Para as matrizes metálicas analisadas o aumento da dureza pode ser compreendido como um avanço nas propriedades mecânicas do material e melhoria na atuação dos mecanismos de densificação. Portanto os materiais que obtiveram maiores valores de dureza podem ser considerados como aqueles que tiveram uma sinterização mais efetiva. Fato que converge com as observações feitas a partir das imagens obtidas via MEV e valores de densidade e porosidade.

Ao analisar os valores de densidade relativa e porosidade, percebe-se que os valores melhoram à medida que a temperatura ou pressão são elevadas. Contudo, ao modificar a pressão e temperatura simultaneamente, como ocorreu nas matrizes de Nb, verifica-se um resultado ainda melhor, alcançando densidade relativa 98,59% e porosidade de 1,41%.

Com isso pode-se sugerir que o aumento da dureza do material devido à alteração da pressão está relacionado com a formação de uma fase dura no material, provavelmente a solução sólida de Fe. Mas para confirmação, será necessário um estudo sobre as fases presentes nestas matrizes com o auxílio da difração de raios X.

Com a mudança da temperatura de sinterização observou-se uma variação na dureza das matrizes metálicas de Nb e Co, o que está de acordo com o trabalho de Li *et al.* (2012). Isto ocorre devido a formação de fases sólidas com a combinação dos pós que ocorre com o aumento da temperatura e também devido a diminuição da porosidade (Li *et al.*, 2012).

Portanto, ao analisar as propriedades é possível concluir que para a matriz metálica Fe-Cu-25%Nb o melhor parâmetro de sinterização é 900°C/42MPa/3min e para a matriz Fe-Cu-25%Co é 800°C/42MPa/3min.

## 4 | CONCLUSÕES

1. O processo de sinterização para as matrizes metálicas de Fe-Cu-25%Nb e Fe-Cu-25%Co apresentaram-se de forma coerente com a literatura, indicando a ocorrência dos estágios de sinterização através do gráfico obtido durante a prensagem a quente, resultando num corpo denso refletindo isso nas propriedades observadas.
2. A matriz metálica de Fe-Cu-25%Nb apresentou o tipo de sinterização denominada

Sinterização Ativada em conjunto com a Sinterização por Fase Líquida.

3. A matriz metálica de Fe-Cu-25%Co apresentou o tipo de sinterização denominada Sinterização por Fase Líquida.
4. A amostra Fe-Cu-25%Nb apresentou estrutura composta de aglomerações de partículas de Fe e Nb dispersas por toda a matriz de fase líquida, Cu. Não houve interação significativa entre os elementos Fe, Cu e Nb com a variação dos parâmetros de sinterização. Entretanto, nos contornos dos grãos é perceptível a interação entre Fe e Nb, sendo este o mecanismo preferencial de difusão. Suas propriedades foram melhoradas devido ao mecanismo de densificação e a diminuição da porosidade com o aumento dos valores dos parâmetros de sinterização indicando efetividade no processo de sinterização.
5. A amostra Fe-Cu-25%Co apresentou estrutura composta de aglomerações de partículas de Fe e Co dispersas por toda a matriz de fase líquida, Cu. Mas com o aumento do valor da pressão, de 35MPa para 42MPa, o Cu ficou em formato de partículas definidas enquanto que o Fe e Co se misturaram de forma a não conseguir identificá-los individualmente devido ao alto limite de solubilidade entre Co e Fe fazendo com haja a formação de soluções sólidas de Fe. Percebeu-se uma interação significativa entre Fe e Co e menos pronunciado, entre Fe e Cu, refletindo em suas propriedades de tal forma que fossem melhoradas e a porosidade diminuída indicando uma sinterização efetiva.
6. Os valores de densidade, porosidade e dureza HV5 revelaram o mesmo comportamento para as matrizes metálicas de Nb e Co à medida que aumentasse a temperatura e/ou pressão, apresentando melhor resultado para Fe-Cu-25%Nb sinterizada a 900°C/42MPa/3min e para a matriz Fe-Cu-25%Co sinterizada a 800°C/42MPa/3min, sendo estes o melhor parâmetro de sinterização para cada matriz metálica estudada.

## AGRADECIMENTOS

A primeira autora agradece a CAPES e CNPq (Processo PDE 201412/2010-1) pelo apoio na realização deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

DEL VILLAR, M.; MURO, P.; SÁNCHEZ, J.M.; ITURRIZA, I.; CASTRO, F. Consolidation of diamond tools using Cu-Co-Fe based alloys as metallic binders. **Powder Metallurgy**. v.44, n 1, p. 82-90, 2001.

FANG, Z. Z. **Sintering of advanced materials**. 1. ed. Cambridge. Woodhead Publishing. 2010, 530 p.

GERMAN, R. M. **Sintering from empirical observations to scientific principles**. 1. ed. Oxford. Editora Elsevier. 2014, 535 p.

GOMES, U.U. **Tecnologia dos pós**. 1. ed. Natal. UFRN Editora Universitária. 1993, 198 p.

KLEIN, A. N. **Materiais sinterizados: técnica, produtos e aplicações**. Apostila da disciplina Materiais Sinterizados do curso de graduação em Engenharia Mecânica - Universidade Federal de Santa Catarina, 2004.

LI, W.; ZHANG, J.; WANG, S.; DONG, H.; LI, Y.; LIU, Y. Characterizations and mechanical properties of impregnated diamond segment using Cu-Fe-Co metal matrix. **Rare Metals**, v.31, n.1, p.81-87, 2012.

OLIVEIRA, H.C.P. **Influência de Adições de Níobio no Sistema Ferro-Cobre para Atuar como Matriz Ligante em Ferramentas Diamantadas**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Campos dos Goytacazes – RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense. UENF, 2010. 232 p. CDD: 671.37.

REIS, L.; AMARAL, P.M.; LI, B.; DE FREITAS, M.; GUERRA ROSA, L. Evaluation of the residual stresses due to the sintering process of diamond–metal matrix hot-pressed tools. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, v.49, p. 226–231, 2008.

SHUKLA, A. S.; NARAYANA MURTY, S. V. S.; KUMAR, R. S.; MONDAL, K. Densification behavior and mechanical properties of Cu–Cr–Nb alloy powders. **Materials Science and Engineering**, v.551, p.241-248, 2012.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **An Introduction to powder metallurgy**. Institute of Materials. London. London Press, 1993.

UPHADHYAYA, G. S. **Sintering Fundamentals**. 2. ed. Laubisrutirst, Suíça. Trans Tech Publications, 2009, 145 p.

ZEREN, M; KARAGOZ, S. Sintering of polycrystalline diamond cutting tools. **Materials and Design Journal**, v.28, p. 1055-1058, 2007.

## TRANSIÇÃO OBSERVADA ENTRE OS MODOS DE DESGASTE MICRO-ABRASIVO POR “RISCAMENTO” E POR “ROLAMENTO” EM WC-CO P20 E AÇO-FERRAMENTA M2

**Ronaldo Câmara Cozza**

Centro Universitário FEI – Fundação Educacional  
Inaciana “Padre Sabóia de Medeiros”,  
Departamento de Engenharia Mecânica  
São Bernardo do Campo – SP  
CEETEPS – Centro Estadual de Educação  
Tecnológica “Paula Souza” – Faculdade  
de Tecnologia de Mauá – FATEC-Mauá,  
Departamento de Fabricação Mecânica  
Mauá – SP

**RESUMO:** O objetivo deste trabalho é estudar a transição entre os modos de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” e por “rolamento” em WC-Co P20 e aço-ferramenta M2, em ensaios “ball-cratering”. Foram utilizadas esferas de aço-carbono AISI 1010 (cementado) e uma lama abrasiva preparada com carbeto de silício (SiC) e água destilada. Diferentes valores de força normal e distância de deslizamento foram definidos e, durante os experimentos, a lama abrasiva foi gotejada entre o corpo-de-prova e a esfera de ensaio. Todas as crateras de desgaste geradas foram analisadas por microscopia óptica, com o intuito de verificar os modos de desgaste micro-abrasivos atuantes nas superfícies das mesmas. Nos corpos-de-prova de WC-Co P20 foi relatada a ação solo de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” e desgaste micro-abrasivo “misto”, caracterizado

pela ação simultânea de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” e desgaste micro-abrasivo por “rolamento”. Em relação aos corpos-de-prova de aço-ferramenta M2, reportou-se, somente, a atuação de desgaste micro-abrasivo “misto”.

**PALAVRAS-CHAVE:** Desgaste micro-abrasivo, desgaste micro-abrasivo por riscamento, desgaste micro-abrasivo por rolamento.

**ABSTRACT:** The purpose of this research is to study the grooving abrasion and rolling abrasion micro-abrasive wear modes transition in specimen of WC-Co P20 and M2 tool steel under ball-cratering wear testing. Cemented AISI 1010 balls and an abrasive slurry prepared with silicon carbide (SiC) and distilled water were used. Different values of normal force and sliding distance were defined and during the experiments the abrasive slurry was supplied between the specimen and the ball. All wear craters were analyzed under optical microscopy with the aim of to verify the micro-abrasive wear modes. In the specimen of WC-Co P20 was reported the occurrence of “grooving abrasion” and “mixed-mode” micro-abrasive wear, characterized by simultaneous action of “grooving abrasion” and “rolling abrasion”. In relation to M2 tool steel, it was observed only the action of “mixed-mode” micro-abrasive wear.

**KEYWORDS:** Micro-abrasive wear, grooving

abrasion, rolling abrasion.

## 1 | INTRODUÇÃO

De acordo com Trezona *et al.* (1999), há dois modos de desgaste micro-abrasivo: “*riscamento*” e “*rolamento*”. Considerando duas superfícies em movimento relativo, no desgaste micro-abrasivo por “*riscamento*”, as partículas abrasivas estão fixas em uma das superfícies e, conseqüentemente, possuem somente movimento de translação contra a superfície oposta. No desgaste micro-abrasivo por “*rolamento*”, as partículas abrasivas estão livres para rolar entre as superfícies.

Com o equipamento de ensaio de desgaste micro-abrasivo de configuração mecânica “*ball-cratering*” é possível estudar o comportamento ao desgaste micro-abrasivo de materiais metálicos e não-metálicos, sob condições variadas de ensaios. A Figura 1 (COZZA, 2014a) esquematiza o princípio de funcionamento deste tipo de equipamento, em que a força normal ( $N$ ) é responsável pelo contato entre a esfera de ensaio e o corpo-de-prova; o contato e o movimento relativo entre estes dois elementos geram uma força tangencial ( $T$ ) e uma cratera de desgaste sobre o corpo-de-prova.

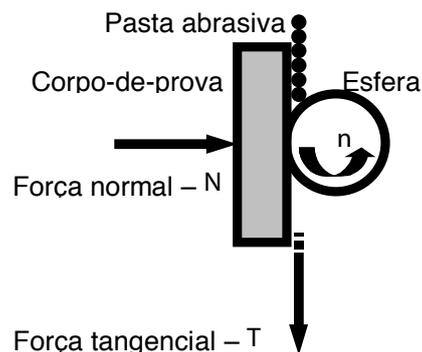


Figura 1. Princípio de operação do equipamento de ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa (COZZA, 2014a).

Por meio desse ensaio tribológico, os trabalhos de Trezona *et al.* (1999), Adachi e Hutchings (2003) e Mergler e Huis in 't Veld (2003) comprovaram que alterações nos valores de força normal, concentração de lama abrasiva ( $C$ ), dureza ( $H$ ), forma e tamanho de partículas abrasivas, além dos materiais da esfera de ensaio e do corpo-de-prova, podem modificar o modo de desgaste micro-abrasivo atuante. Adicionalmente, durante a transição de desgaste micro-abrasivo por “*riscamento*” para desgaste micro-abrasivo por “*rolamento*” (ou, vice-versa), é possível estabelecer condições experimentais em que ambos os modos de desgaste micro-abrasivo ocorram simultaneamente (COZZA, 2014b, COZZA; RODRIGUES; SCHÖN, 2015, COZZA; SCHÖN, 2015).

Observando a presença e a importância deste fenômeno tribológico, o objetivo

deste trabalho é estudar a transição entre os modos de desgaste micro-abrasivos por “riscamento” e “rolamento” em WC-Co P20 e aço-ferramenta M2.

## 2 | EQUIPAMENTO DE ENSAIO, MATERIAIS E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

### 2.1 Equipamento de ensaio

Um equipamento para ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa (tipo “*ball-cratering*”) de configuração mecânica “esfera-fixa” (Figura 2) foi utilizado nos experimentos. Nesta configuração mecânica, esferas de ensaio com um furo central foram fixadas ao eixo de ensaio, por meio de uma porca sextavada e uma arruela de pressão.

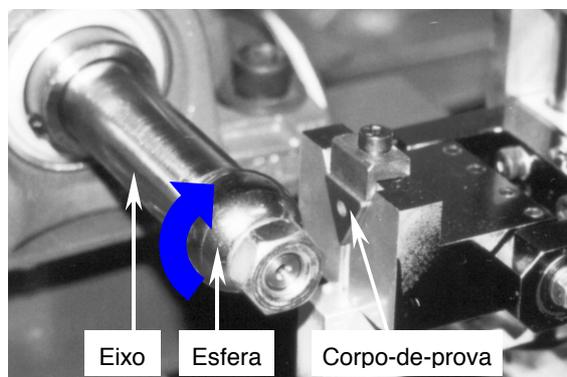


Figura 2. Equipamento de ensaio de desgaste micro-abrasivo por esfera rotativa fixa utilizado neste trabalho.

### 2.2 Materiais

Os corpos-de-prova foram de WC-Co P20 e aço-ferramenta M2 (temperado e revenido). Todos possuíam forma de triângulo equilátero, com aresta de 16 mm e espessura de 3 mm.

Para as análises das microestruturas do WC-Co P20 e do aço-ferramenta M2, corpos-de-prova foram embutidos em baquelita, tendo suas superfícies preparadas com lixas *grãos* #220, #320, #400, #600 e pastas diamantadas de granulometrias 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 0,25  $\mu\text{m}$ . Após, o ataque químico da superfície do WC-Co P20 foi realizado com *MURAKAMI* e, para a superfície do aço-ferramenta M2, foi utilizado *Nital* 3%. A Figura 3a exibe a microestrutura do WC-Co P20 e, a Figura 3b, a microestrutura do aço-ferramenta M2.

Foram utilizadas esferas de ensaio de aço AISI 1010 cementado, de diâmetro  $D = 25,4 \text{ mm}$  (1”). Os furos de fixação foram usinados por processos convencionais de fabricação: furação e passagem de alargador realizados em um Torno Mecânico.

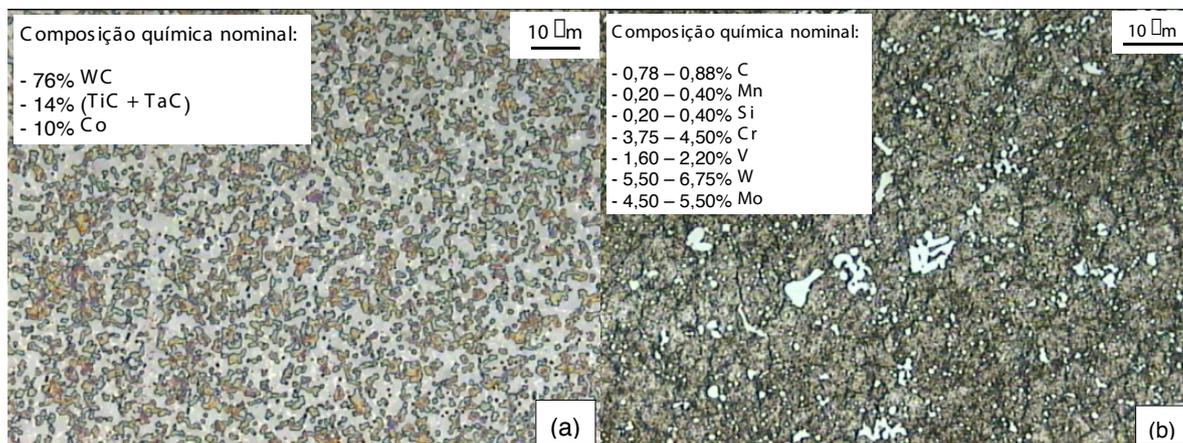


Figura 3. Microestrutura do (a) WC-Co P20 e do (b) aço-ferramenta M2. Imagens obtidas por Microscopia Óptica.

A pasta abrasiva foi preparada com carbeto de silício preto – SiC (tamanho médio de partícula de 5  $\mu$ m e formato angular), comercial de grau técnico (IZHEVSKYI; GENOVA; BRESSIANI; BRESSIANI, 2004), e água destilada. A Figura 4 (IZHEVSKYI; GENOVA; BRESSIANI; BRESSIANI, 2004) mostra uma Micrografia Eletrônica de Varredura do SiC utilizado.

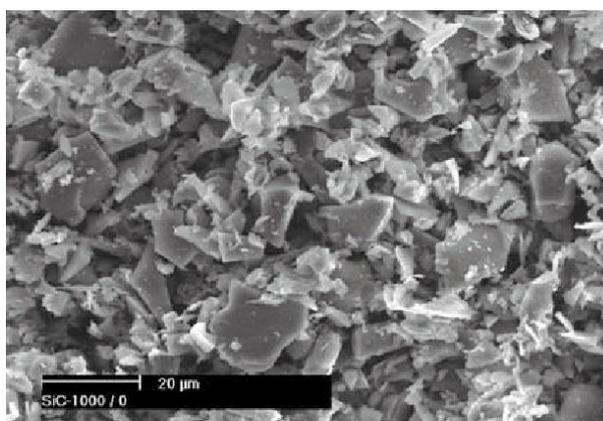


Figura 4. Imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura do SiC utilizado (IZHEVSKYI; GENOVA; BRESSIANI; BRESSIANI, 2004).

Para o cálculo da dureza do SiC, uma porção do material foi sinterizada e dez indentações *Vickers* foram conduzidas sob uma carga de 50 N e tempo de 15 s (IZHEVSKYI; GENOVA; BRESSIANI; BRESSIANI, 2004). Com estes mesmos valores de força e tempo, foram medidas as durezas *Vickers* dos corpos-de-prova, por meio de treze indentações realizadas na superfície de cada material; em seguida, descartando-se o valor de dureza obtido na primeira endentação, a dureza de cada material foi determinada pela média aritmética dos dez valores mais próximos entre si. A dureza das esferas de aço AISI 1010 cementado foi obtida junto à empresa “SÓ ESFERAS – Comércio de Esferas Ltda.” – empresa fornecedora das mesmas, correspondente à dureza na superfície da mesma. A Tabela 1 reúne os valores das durezas destes

materiais.

	Material	Dureza – [HV]
Corpo-de-prova	WC-Co P20	1193
	Aço-ferramenta M2	652
Esfera de ensaio	Aço AISI 1010 – cementado	856
Partículas abrasivas	SiC – carbeto de silício	1937

Tabela 1. Dureza dos materiais utilizados nos ensaios.

## 2.3 Metodologia Experimental

A Tabela 2 apresenta as condições estabelecidas para os ensaios.

Condição de ensaio	1	2
Força normal – $N$ [N]	1,25	5
Concentração da lama abrasiva – $C$ [em volume]	25% SiC + 75% água destilada	
Rotação da esfera de ensaio – $n$ [rpm]	15	
Tempo de ensaio – $t$ [min]	5	
Distância de deslizamento – $S$ [m]	6	

Tabela 2. Valores dos parâmetros de ensaio estabelecidos para os experimentos.

Dois valores de força normal foram estabelecidos,  $N1 = 1,25$  N e  $N2 = 5$  N, junto à um valor de concentração de lama abrasiva:  $C = 25\%$  SiC + 75% de água destilada (em volume). A rotação da esfera de ensaio foi  $n = 15$  rpm e o tempo de ensaio ficou definido em  $t = 5$  min, resultando em um valor de distância de deslizamento ( $S$ ) entre a esfera de ensaio e o corpo-de-prova de  $S = 6$  m.

Todos os ensaios foram conduzidos sem paradas intermediárias e a lama abrasiva foi, continuamente, gotejada entre a esfera de ensaio e o corpo-de-prova.

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Todos os ensaios conduzidos nos corpos-de-prova de aço-ferramenta M2 resultaram em desgaste micro-abrasivo “misto” (atuação conjunta de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” com desgaste micro-abrasivo por “rolamento”). Em relação aos corpos-de-prova de WC-Co P20, para a menor força normal,  $N1 = 1,25$  N, foi observada a atuação do “modo misto” de desgaste micro-abrasivo, enquanto que para a força normal de maior magnitude,  $N2 = 5$  N, foi reportada a atuação solo de desgaste micro-abrasivo por “riscamento”. Nos casos de atuação de desgaste micro-abrasivo “misto”, no centro da cratera de desgaste houve a ocorrência

de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” e, nas bordas, desgaste micro-abrasivo por “rolamento” (Figura 5); Adachi e Hutchings (2003) observaram o mesmo comportamento em corpos-de-prova de *PMMA*.

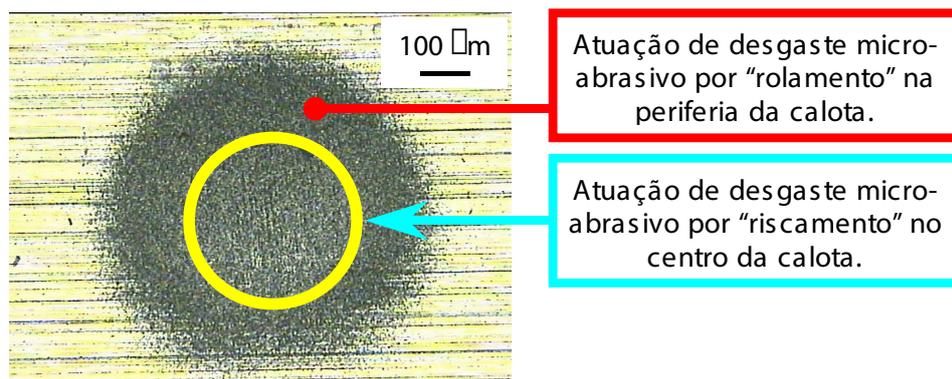
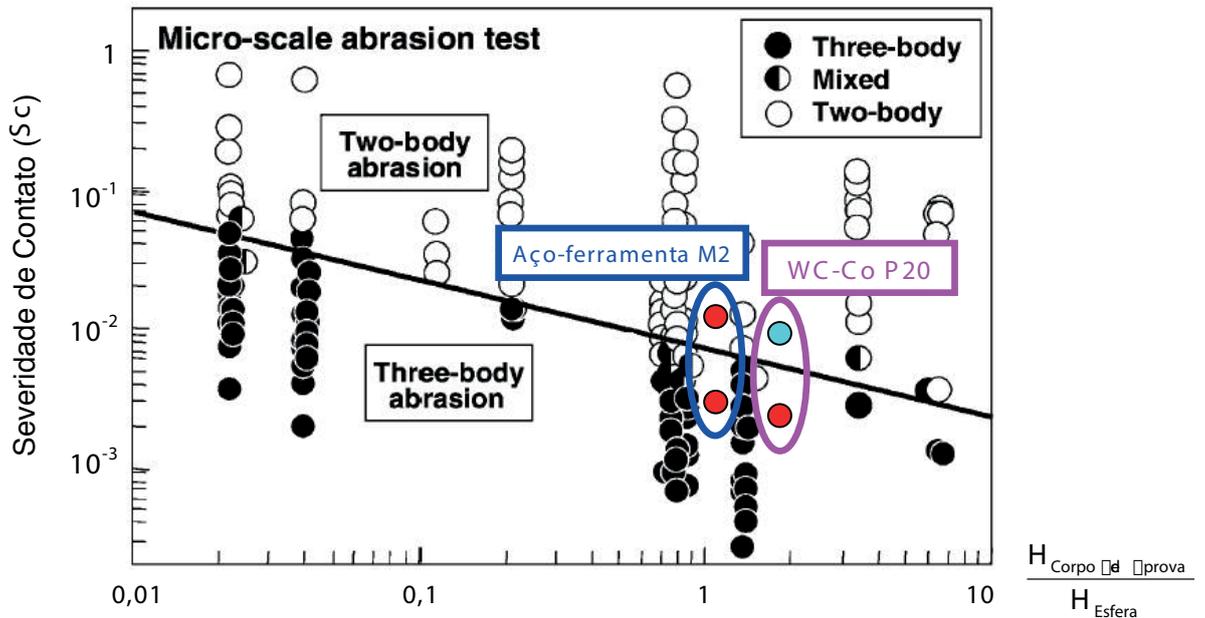


Figura 5. Ação de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” (centro) e desgaste micro-abrasivo por “rolamento” (extremidades) na calota, para a força normal  $N_1 = 1,25$  N – WC-Co P20.

Trezona *et al.* (1999) mencionam que, para elevadas forças normais ( $N \geq 5$  N) e baixas concentrações de lama abrasiva, há o domínio de desgaste micro-abrasivo por “riscamento”, enquanto que, para elevadas concentrações de lama abrasiva ( $C \geq 25\%$  material abrasivo em volume) e baixas forças normais, há o predomínio de desgaste abrasivo por “rolamento”. Neste trabalho, foi observado um comportamento similar: para a menor força normal ( $N_1 = 1,25$  N), houve a ocorrência de desgaste micro-abrasivo “misto” em ambos os materiais de corpos-de-prova e para a maior força normal ( $N_2 = 5$  N) foi observado a atuação de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” no corpo-de-prova de WC-Co P20.

Os resultados deste trabalho foram superpostos na Figura 6, que reproduz um ábaco originalmente publicado por Adachi e Hutchings (2003), e conduz a uma previsibilidade referente às ações dos modos de desgaste micro-abrasivo, considerando os parâmetros utilizados na Equação (A) (ADACHI; HUTCHINGS, 2003, HUTCHINGS, 1992). Em tal equação, a Severidade de Contato ( $S_c$ ) é função das durezas ( $H$ ) dos materiais da esfera e do corpo-de-prova, raio da esfera ( $R$ ), Coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) dos materiais da esfera e do corpo-de-prova, Módulo de Young ( $E$ ) dos materiais da esfera e do corpo-de-prova, tamanho médio das partículas abrasivas ( $DP$ ) e fração volumétrica de partículas abrasivas na concentração de lama abrasiva ( $J$ ).



- Desgaste micro-abrasivo por “riscamento”
- Desgaste micro-abrasivo “misto”

Fig. 6. Gráfico representando as atuações de desgaste micro-abrasivo por “riscamento” e desgaste micro-abrasivo “misto” observados nas calotas geradas nesta pesquisa. Ábaco extraído do trabalho de Adachi e Hutchings (2003).

$$Sc = \frac{N \left( \frac{1}{H_{Esfera}} + \frac{1}{H_{Corpo-de-prova}} \right)}{\left[ \sqrt[3]{0,75 \cdot N \cdot R \left( \frac{1 - \nu_{Esfera}^2}{E_{Esfera}} + \frac{1 - \nu_{Corpo-de-prova}^2}{E_{Corpo-de-prova}} \right)} + 2 \cdot R \cdot D_p \right] \pi \cdot g} \quad (A)$$

Nota-se que os resultados obtidos nesta pesquisa estão em concordância qualitativa com os trabalhos apresentados por Trezona *et al.* (1999) e Adachi e Hutchings (2003), em relação às atuações e transição entre os modos de desgaste micro-abrasivo.

#### 4 | CONCLUSÕES

Sob concordância qualitativa com os resultados publicados por Adachi e Hutchings (2003), a força normal apresentou significativa influência sobre a transição entre os modos de desgaste micro-abrasivo. Sob relativa baixa força normal, foi reportado a ocorrência do “modo-misto” de desgaste micro-abrasivo e, sob a força normal de maior valor, caracterizou-se o desgaste micro-abrasivo por “riscamento”.

## REFERÊNCIAS

ADACHI, K.; HUTCHINGS, I.M.. **Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test.** *Wear*, vol. 255, p. 23-29, 2003.

COZZA, R.C.. **Influence of the normal force, abrasive slurry concentration and abrasive wear modes on the coefficient of friction in ball-cratering wear tests.** *Tribology International*, vol. 70, p. 52-62, 2014a.

COZZA, R.C.. **Third abrasive wear mode: is it possible?** *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 3 (2), p. 191-193, 2014b.

COZZA, R.C.; RODRIGUES, L.C.; SCHÖN, C.G.. **Analysis of the micro-abrasive wear behavior of an iron aluminide alloy under ambient and high-temperature conditions.** *Wear*, vol. 330-331C, p. 250-260, 2015.

COZZA, R.C.; SCHÖN, C.G.. **Evidence of superposition between grooving abrasion and rolling abrasion.** *Tribology Transactions*, vol. 58, p. 875-881, 2015.

HUTCHINGS, I.M.. **Tribology – Friction and Wear of Engineering Materials.** 7<sup>th</sup> Edition, Edward Arnold, a division of Hodder Headline PLC, London, UK, 1992.

IZHEVSKYI, V.A.; GENOVA, L.A.; BRESSIANI, J.C.; BRESSIANI, A.H.A.. **Liquid phase sintered SiC ceramics from starting materials of different grade.** *Cerâmica*, vol. 50, p. 261-267, 2004.

MERGLER, Y.J.; HUIS IN 'T VELD, A.J.. **Micro-abrasive wear of semi-crystalline polymers.** *Tribology and Interface Engineering Series 41*, p. 165-173, 2003. *Tribological Research and Design for Engineering Systems – Proceedings of the 29<sup>th</sup> Leeds-Lyon Symposium on Tribology*, University of Leeds, UK.

TREZONA, R.I.; ALLSOPP, D.N.; HUTCHINGS, I.M.. **Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test.** *Wear*, vol. 225-229, p. 205-214, 1999.

## ANÁLISE DA DUREZA E MICROESTRUTURA DO AÇO ABNT 1045 APÓS TÊMPERA E REVENIMENTO

**João Paulo Montalván Shica**

Universidade Federal do Piauí, Engenharia de  
Materiais  
Teresina – Piauí

**Matheus Henryque Almeida e Silva**

Universidade Federal do Piauí, Engenharia de  
Materiais  
Teresina – Piauí

**RESUMO:** O aço ABNT 1045 apresenta uma ampla aplicabilidade devido ao seu baixo custo e boa resistência mecânica. Pode ser aplicado na indústria mecânica para a fabricação de elementos de máquinas como eixos, engrenagens, parafusos, porcas e pregos. Para este material adquirir melhor resistência mecânica é necessário submetê-lo a tratamentos térmicos, sendo os mais utilizados: têmpera e revenimento. O objetivo deste trabalho é analisar a resistência mecânica adquirida pelo aço ABNT 1045 após tratamentos térmicos através de testes de dureza e metalografia para verificar as fases presentes antes e após os tratamentos. Para isso três amostras do material foram obtidas a partir de um tarugo, nas quais, uma amostra se manteve sem tratamento térmico, sendo esta a amostra de referência, e outras duas amostras submetidas a tratamentos térmicos. Dentre as amostras tratadas, uma foi submetida apenas ao tratamento de têmpera e a outra têmpera

e revenimento. Após os tratamentos térmicos todas as amostras foram analisadas através de metalografia, sendo para isso, embutidas em baquelite, lixadas e polidas, etapas necessárias para a análise. Em seguida as amostras foram submetidas a teste de dureza. Os resultados obtidos foram os esperados para os tratamentos citados, sendo possível observar, através das metalografias, as fases ferrita, perlita e martensita, além da mudança na resistência mecânica comprovada pelos testes de dureza.

**PALAVRAS-CHAVE:** aço 1045, dureza, tratamento térmico

**ABSTRACT:** ABNT 1045 steel has a wide applicability due to its low cost and good mechanical resistance. It can be applied in the mechanical industry for the manufacture of elements of machines like axles, gears, screws, nuts and nails. For this material to acquire better mechanical resistance it is necessary to subject it to thermal treatments, being the most used: tempering and tempering. The objective of this work is to analyze the mechanical strength acquired by ABNT 1045 steel after thermal treatments through hardness and metallography tests to verify the phases present before and after the treatments. For this, three samples of the material were obtained from a billet, in which, one sample was kept without heat treatment, being this the reference sample, and

other two samples submitted to thermal treatments. Among the treated samples, one was submitted only to the tempering treatment and the other tempering and tempering. After the thermal treatments all the samples were analyzed through metallography, being for this, embedded in bakelite, sanded and polished, necessary steps for the analysis. The samples were then subjected to a hardness test. The results obtained were the expected ones for the mentioned treatments, being possible to observe, through the metallographies, the phases ferrite, perlite and martensite, in addition to the change in the mechanical resistance proven by the hardness tests.

**KEYWORDS:** 1045 steel, hardness, heat treatment

## 1 | INTRODUÇÃO

O aço ABNT 1045 apresenta uma ampla aplicabilidade, sendo considerado de baixo custo e boa resistência mecânica, apresentando cerca de 0,45% de carbono. Pode ser aplicado na indústria mecânica, para a fabricação de braçadeiras, cilindros, eixos, engrenagens, hastes de amortecedor, parafusos, porcas e pregos. Mesmo com uma boa resistência mecânica, o aço ABNT 1045 é submetido a diversos tipos de tratamentos térmicos, como, por exemplo, têmpera e revenimento, com o intuito de melhorar suas propriedades mecânicas (GROOVER, 2014; CHIAVERINI, 1986).

A têmpera consiste em submeter o material à elevadas temperaturas, seguido de um brusco resfriadas em água ou óleo, aumentando, assim, a resistência e possibilitando a vida longa das peças. Entretanto, após a têmpera, o material passa a apresentar uma grande quantidade de tensões internas, deixando a peça frágil, logo, impossibilitando o uso da mesma. Para resolver isso é realizado o revenimento, onde a peça é aquecida novamente até determinada temperatura e depois resfriada em temperatura ambiente, removendo as tensões internas (CALLISTER, 2008; CHIAVERINI, 1986).

Para conferir a mudança nas propriedades mecânicas do material, análises, como ensaio de dureza e metalografia, são realizados no mesmo. Neste trabalho, descrevemos o procedimento de têmpera e revenimento realizado em uma amostra de aço ABNT 1045, bem como a constatação, por observação da microestrutura, das fases martensita, ferrita e perlita. Além de comprovarmos os efeitos destes tratamentos térmicos na mudança da dureza do material.

### 1.1 Aço 1045

O aço ABNT 1045 é um aço hipoeutetóide com baixa temperabilidade, ou seja, baixa penetração de fase martensítica em sua seção transversal. Segundo a NBR 172/2000 é classificado como aço para construção mecânica, tendo aplicação em eixos em geral, engrenagens, pinos parafusos, pinças, braçadeiras, etc. No entanto, mesmo possuindo uma boa relação entre resistência mecânica e custo operacional, este aço necessita de determinados tratamentos térmicos para obter melhor propriedades

mecânicas.

## 1.2 Tratamentos Térmicos

O uso de materiais metálicos exige que estes atendam a determinados requisitos, como suportar de forma satisfatória as condições de serviços submetidas. Os processos de produção nem sempre conseguem fornecer as condições desejadas ao material, podendo gerar, por exemplo, tensões internas e estruturas cristalinas não desejadas (CHIAVERINI, 1986).

Para atenderem as condições desejadas estes materiais precisam ser submetidos a tratamentos térmicos ou tratamentos termoquímicos. Os tratamentos térmicos são um conjunto de operações que envolvem: aquecimento e resfriamento subsequente, sob condições controladas de temperatura, tempo, ambiente de aquecimento e velocidade de esfriamento. Na Figura 1 vemos alguns benefícios obtidos através dos tratamentos térmicos.

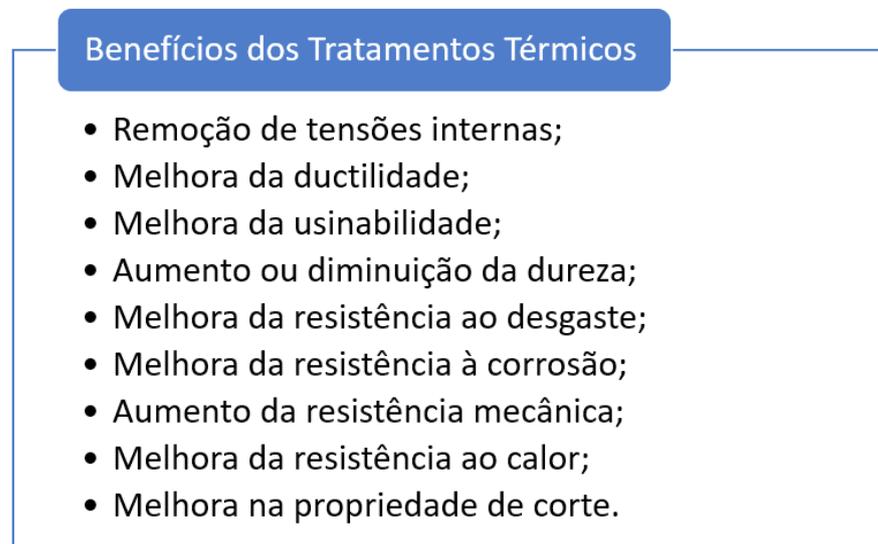


Figura 1 - Exemplos de benefício obtidos por tratamentos térmicos

Fonte: Adaptado de CHIAVERINI (1986)

É comum verificar que, a melhora de uma ou mais propriedades mediante um determinado tratamento térmico é obtida com o prejuízo de outra. Como exemplo podemos citar o aço, que na busca por um aumento na resistência mecânica e na dureza, acaba obtendo uma diminuição em sua ductilidade. Logo é necessário aplicar outro tratamento térmico para obter melhores propriedades mecânicas (CHIAVERINI, 1986).

### 1.2.1 Tratamentos Térmicos mais comuns

Podemos citar os seguintes tratamentos: recozimento, normalização, têmpera, revenimento, coalescimento, endurecimento por precipitação, etc. A execução desses

tratamentos requer o conhecimento dos diagramas de equilíbrio das ligas metálicas tratadas, e no caso particular de aços o estudo do efeito da velocidade de resfriamento sobre as transformações estruturais. Para este trabalho iremos focar na têmpera e revenimento.

#### 1.2.1.1 - Têmpera

Para as ligas ferro-carbono, como os aços, este é o tratamento mais importante, e tem como finalidade obter uma estrutura martensítica, principalmente para os que serão utilizados em construções mecânicas (CHIAVERINI, 1986). O tratamento consiste em um resfriamento brusco, sendo, geralmente, a peça mergulhada em meio líquido depois de aquecida adequadamente. Esse resfriamento brusco resulta em modificações estruturais muito intensas, gerando aumento na dureza, resistência ao desgaste, resistência à tração tendo, em contrapartida, uma diminuição considerável da ductilidade e o surgem tensões internas de altos valores. A correção dessas propriedades indesejadas pode ser realizada pelo revenimento (CHIAVERINI, 1986).

#### 1.2.1.2 - Revenimento

Tratamento realizado logo após a têmpera, abaixo da temperatura de zona crítica da liga. Visa corrigir os excessos de têmpera como: aliviar ou remover tensões internas, corrigir a excessiva dureza e fragilidade do material, aumentar a maleabilidade e a resistência ao choque. Essas modificações ocorrem nas faixas de aquecimento da martensita (CHIAVERINI, 1986).

### 1.2.2 *Curva de Transformação Tempo-Temperatura*

A natureza da transformação martensítica, obtida a partir da têmpera, pode ser bem mais entendida usando a curva de transformação tempo-temperatura (curva TTT). Como exemplo, temos na Figura 2 uma liga com composição de 0,8% de carbono. A curva é diferente para outras composições (CHIAVERINI, 1986). Podemos observar como a taxa de resfriamento afeta a transformação da austenita nas várias possíveis fases. Estas fases podem ser divididas em: (1) formas alternativas de ferrita e cementita e (2) martensita.

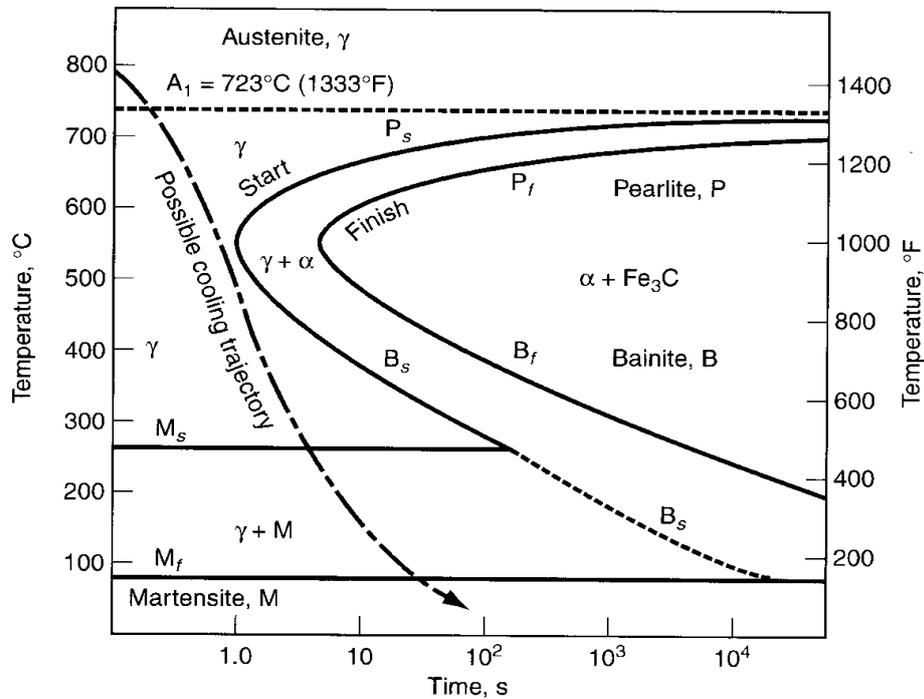


Figura 2 - Diagrama TTT de um aço com 0,8% de Carbono

Fonte: CHAWLA (2009)

A curva é interpretada iniciando do tempo zero e na zona austenítico (acima da linha  $A_1$ ) seguindo para baixo e para a direita ao longo da trajetória (linha tracejada com flecha) que representa como o metal é resfriado. A transformação da martensita começa em uma certa temperatura  $M_s$  e termina abaixo de  $M_f$ .

A dureza extrema da martensita resulta da deformação da rede cristalina gerada pelo rápido resfriamento, onde os átomos de carbono ficam presos na estrutura TCC, criando assim barreiras aos movimentos das discordâncias ocorridas na rede cristalina. Na Figura 3 podemos observar o efeito das transformações martensítica na dureza de aços com crescentes teores de carbono, no qual a martensita foi temperada e a perlita recozida.

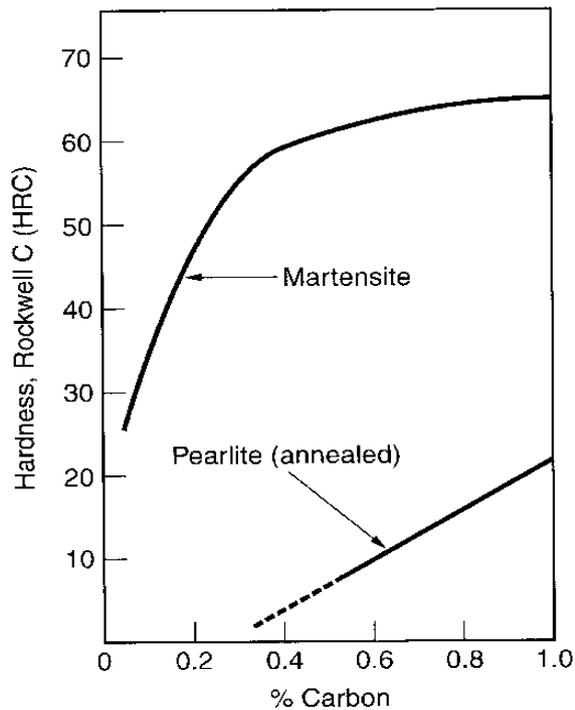


Figura 3 - Efeito das transformações martensítica na dureza de aços com crescentes teores de carbono

Fonte: CHAWLA (2009)

Após o tratamento de têmpera, no qual é obtido a fase martensita, o aço precisa passar pelo tratamento térmico de revenimento, como citado anteriormente, para reduzir a fragilidade, aumentar a ductilidade e sua tenacidade. Esse tratamento envolve o aquecimento e encharque em temperatura inferior de austenitização por cerca de uma hora, seguido de resfriamento lento, resultando na precipitação de partículas muito finas de carbeto da solução sólida de ferro e carbono da martensítica, e assim, gradualmente transforma a estrutura cristalina de TCC para CCC, sendo agora denominada martensita revenida. Como resultado temos uma pequena redução da resistência e da dureza, acompanhada do aumento da ductilidade e tenacidade do material.

Na figura 4 temos as três etapas do tratamento de aços para produzir martensita revenida, no temos dois ciclos de aquecimento e resfriamento; o primeiro ciclo produz martensita, e o segundo para revenir a martensita. Na figura 05 mostra o efeito do revenimento sobre a dureza para o aço 1045.

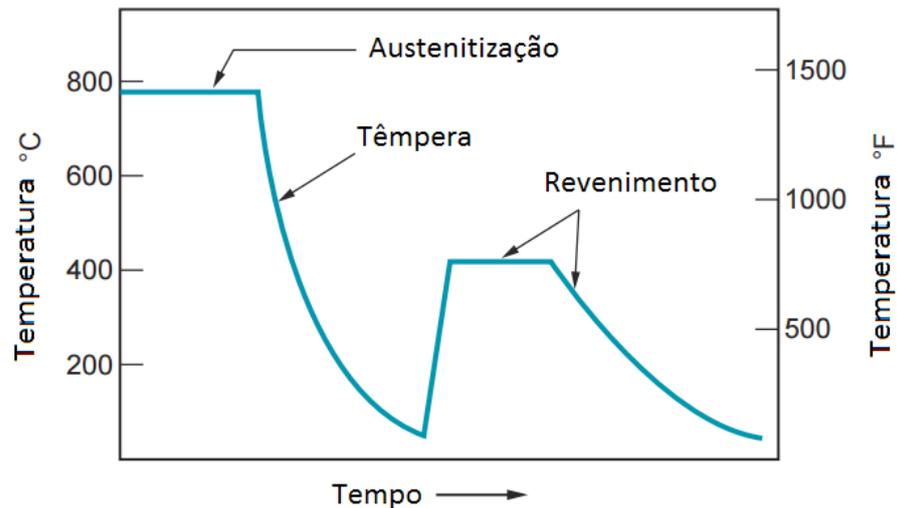


Figura 4. Etapas do tratamento de aços para produzir martensita revenida  
 Fonte: GROOVER (2014)

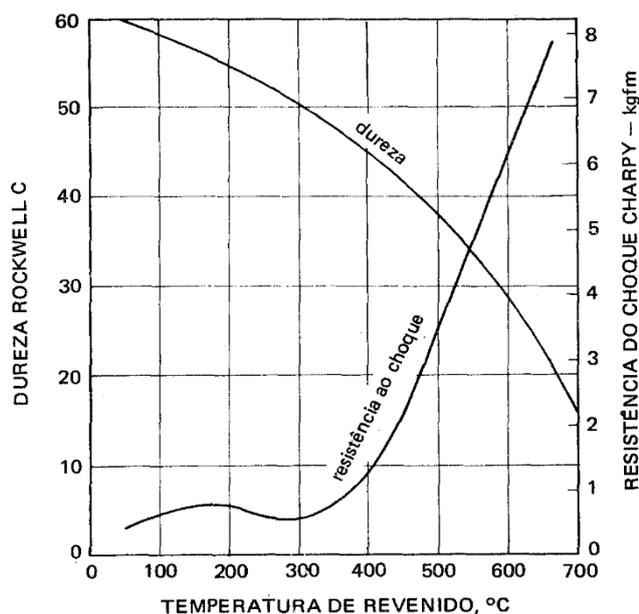


Figura 5 - Efeito do revenimento sobre a dureza para o aço 1045  
 Fonte: CHIAVERINI (1986)

## 2 | MATERIAIS E METODOLOGIA

O material utilizado foi fornecido em forma de tarugo, pelo Laboratório de usinagem, localizado no CT (Centro de Tecnologia) da Universidade Federal do Piauí (UFPI), sendo identificado como um aço carbono ABNT 1045.

Foram obtidas 3 amostras (amostra 1, amostra 2 e amostra 3). A amostra 1 não sofreu tratamento afim de ser a amostra de referência. As amostras 2 e 3 foram submetidas, respectivamente, aos tratamentos de têmpera e, tempera e revenimento. Após o tratamento térmico foi realizado a metalografia das três peças com o objetivo de observar as fases presentes nas amostras tratadas e a amostra de referência.

Para isso foi necessário realizar o lixamento, polimento, ataque químico e, enfim, a metalografia. Por último foi realizado os ensaios de dureza: Brinell, Rockwell e Vickers, com o objetivo de identificar a influência do tratamento térmico na dureza das amostras.

## 2.1 Procedimento Experimental

### 2.1.1 Corte

Foi utilizado uma serra metalográfica com discos abrasivos intensamente refrigerados (para evitar deformações devido ao aquecimento), obtendo assim as 3 amostras (amostra 1, amostra 2 e amostra 3).

### 2.1.2 Tratamentos Térmicos

As amostras 2 e 3 foram submetidas, respectivamente, aos tratamentos de têmpera e, tempera e revenimento. As condições de tratamentos podemos observar na Tabela 1 abaixo.

Amostra	Tratamento
Amostra 1	<ul style="list-style-type: none"><li>• Sem tratamento</li></ul>
Amostra 2	<ul style="list-style-type: none"><li>• Aquecida até 900°C no forno mufla durante 1 hora</li><li>• Após atingir a temperatura de 900°C (acima da temperatura crítica) a peça foi retirada do forno e inserida imediatamente em um recipiente com água, sofrendo uma queda brusca de temperatura (têmpera).</li></ul>
Amostra 3	<ul style="list-style-type: none"><li>• Aquecida até a temperatura de 900°C no forno mufla durante 1 hora</li><li>• Após atingir a temperatura de 900°C (acima da temperatura crítica) a peça foi retirada e inserida imediatamente em um recipiente com água, sofrendo uma queda brusca de temperatura, (têmpera).</li><li>• Após ser resfriada, a peça foi colocada novamente no forno e aquecida até 500°C, sendo resfriada dentro do forno.</li></ul>

Tabela 1 – Condições de tratamentos térmicos das amostras

Fonte: Autoria própria (2018)

### 2.1.3 Metalografia

Após o tratamento térmico foi realizado a metalografia das três peças com o objetivo de observar as fases presentes nas amostras tratadas e a amostra de referência. Para isso foi necessário realizar o embutimento das amostras, lixamento, polimento, ataque químico e, enfim, a metalografia.

Para o embutimento foi utilizado uma prensa de embutimento, modelo PRE 30Mi, da marca AROTEC, sob as condições de i) pressão: 150 kgf/cm<sup>2</sup>; ii) temperatura: 150°C e iii) tempo: 5 minutos.

O lixamento foi realizado utilizando lixas de 220, 400, 600 e 1200 Mash, com o objetivo de eliminar riscos e marcas mais profundas, melhorando assim a visualização da superfície das amostras. Com o objetivo de deixar a superfície espelhada, foi realizado em seguida o polimento utilizando pasta de diamante número 3, seguido de pasta de diamante número 2.

Para o ataque químico foi utilizado uma solução de Nital 4%, sendo em seguida a peça secada e submetida a microscopia óptica com uma digital embutida, localizado no laboratório de metalografia e ensaios mecânicos, localizado no CT (centro de tecnologia) da Universidade Federal do Piauí, com o intuito de observar a superfície das peças, e obter a micrografia das mesmas.

Por último foi realizado os ensaios de dureza: Brinell, Rockwell e Vickers, com o objetivo de identificar a influência do tratamento térmico na dureza das amostras.

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Metalografias

Nas Figuras 6, 7 e 8 teremos, respectivamente, as microscopias óticas obtidas através da metalografia das amostras 1, 2 e 3. Podemos observar uma clara mudança na estrutura do aço utilizado.

Na Figura 6 temos a microscopia ótica da amostra 1 (referência), ampliada, respectivamente, em 400 e 800x. Podemos observar a fase ferrita (parte clara) e grãos de perlita (parte escura).

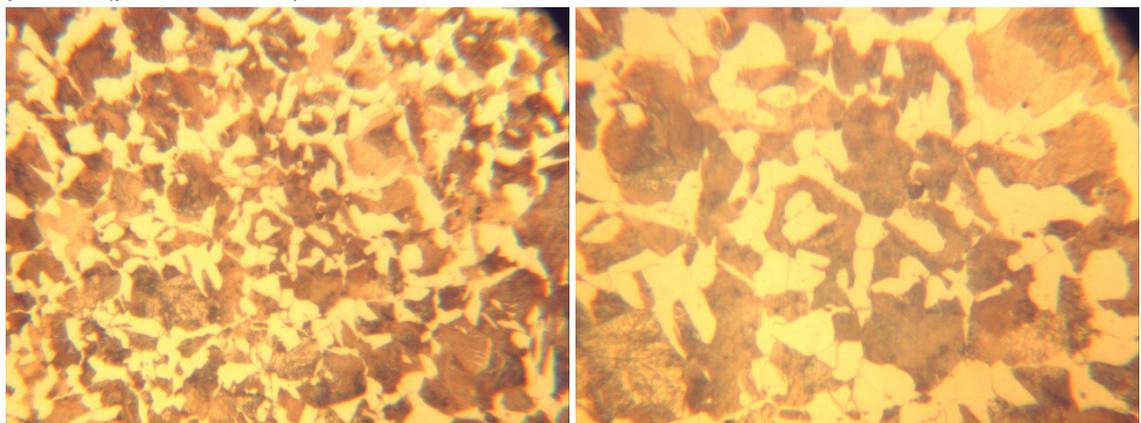


Figura 6 - Microscopia ótica da amostra 1 ampliada, respectivamente, em 400 e 800x

Fonte: Autoria própria (2016)

Na figura 7 temos a amostras 2, onde ocorreu a têmpera em água. É possível observar grãos com formatos de agulhas, características da martensita. O surgimento

deste tipo de grão é devido a sua estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) no qual, podemos dizer, que se trata de uma rede ferrita (cúbica de corpo centrado – CCC) distorcido por átomos de carbonos aprisionados devido a altíssima velocidade de formação.

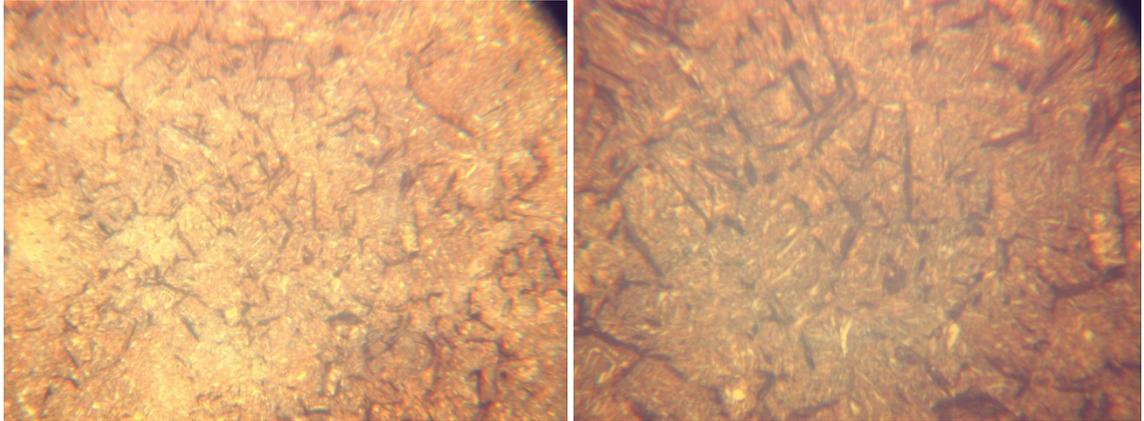


Figura 7 - Microscopia ótica da amostra 2 ampliada, respectivamente, em 400 e 800x

Fonte: Autoria própria (2016)

Na Figura 8, podemos observar a amostra 3, na qual passou por têmpera seguida de revenimento. É possível verificar a fase martensita revenida, na qual apresenta poucas tensões devido o revenimento, nota-se também uma trinca devido à baixa taxa de aquecimento e alta velocidade de resfriamento, impossibilitando a recristalização dos grãos, ocasionando a trinca.

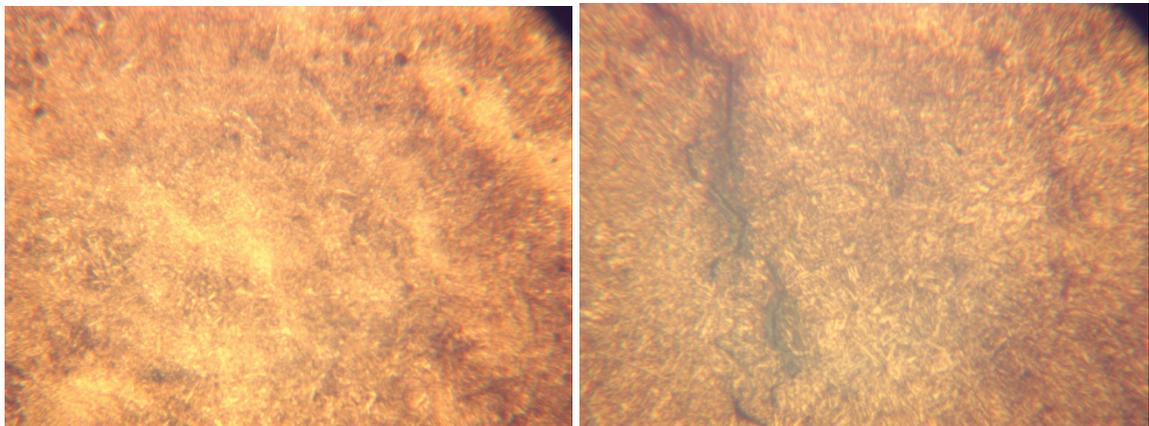


Figura 8 - Microscopia ótica da amostra 3 ampliada, respectivamente, em 400 e 800x

Fonte: Autoria própria (2016)

### 3.2 Ensaios De Dureza

Para fins de didática, foram realizados os ensaios de dureza do tipo: Brinell, Rockwell e Vickers. Nas Figuras 9, 10 e 11 foram plotadas as médias das medidas obtidas durante os ensaios. Devido aos tratamentos térmicos realizados é de se esperar que a amostra de referência (amostra 1) apresente a menor dureza, a amostra temperada (amostra 2) a maior dureza, e a amostra revenida (amostra 3) uma dureza intermediária as anteriores.

Na Figura 9 temos os valores obtidos através do ensaio de dureza Brinell. A amostra 1 (referência – sem tratamento) apresenta um valor médio de 246,71 HB, estando dentro do intervalo esperado para este tipo de aço (entre 185 – 245 HB). Podemos observar um aumento na dureza de aproximadamente 2,6x no aço quando submetido a têmpera (amostra 2) e uma diminuição da dureza quando ocorre o tratamento de revenimento (amostra 3), conforme esperado pela natureza dos tratamentos térmicos utilizados.

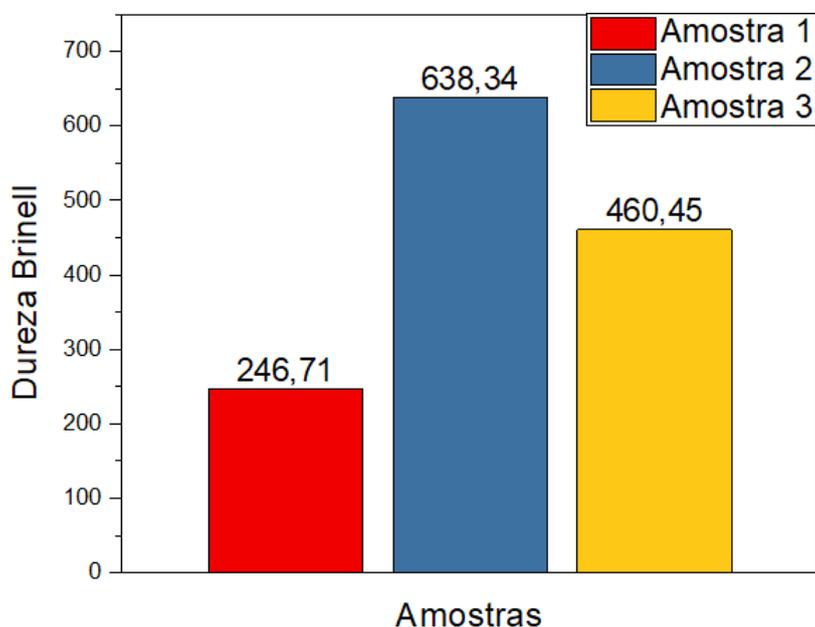


Figura 9 – Valores médios das durezas Brinell

Fonte: Autoria própria (2018)

Na Figura 10 temos os valores médios obtidos pelo ensaio de dureza Rockwell. Observamos que, como esperado, a amostra 1 (referencia) é a que possui o menor valor de dureza (19,85 HR), seguido de um aumento considerável da mesma devido a têmpera (56,47), obtendo através do revenimento uma diminuição da dureza, conforme visto na amostra 3, com 42,15 HR. Conforme visto na figura 3, valor obtido pela têmpera era esperado para um aço com 0,45%C.

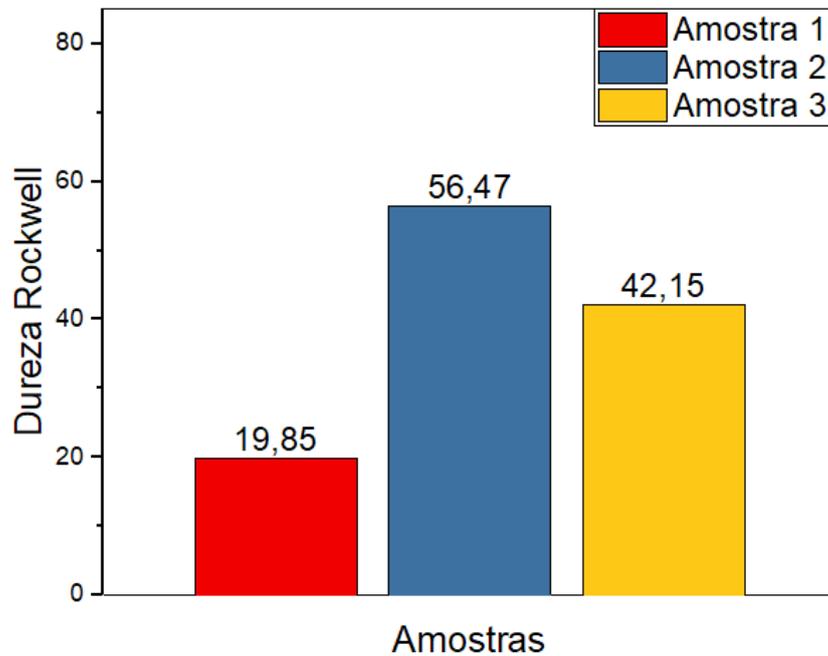


Figura 10 – Valores médios das durezas Rockwell

Fonte: Autoria própria (2018)

Na Figura 11 temos os valores médios obtidos pelo ensaio de dureza Vickers. Podemos observar os mesmos fatos citados anteriormente, no qual a amostra 1 apresenta a menor dureza (192,58 HV), seguido da maior dureza devido a têmpera (714,5 HV) e de uma diminuição da mesma devido ao revenimento (496,5 HV).

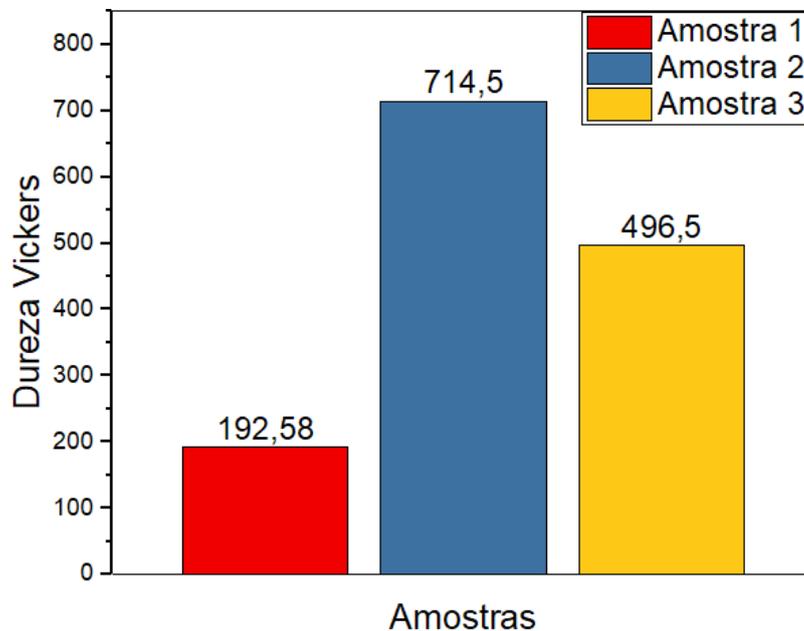


Figura 11 – Valores médios das durezas Vickers

Fonte: Autoria própria (2018)

## 4 | CONCLUSÃO

Foi possível perceber a mudança e o aparecimento de fases esperadas nas

amostras por meio das microscopias ópticas, pelo uso da metalografia, possibilitando, assim, a identificação de cada uma das fases. Na amostra 3 foi observado surgimento de trinca, possivelmente devido ao lento aquecimento e o rápido resfriamento da amostra, demonstrando que, ao resfriar a peça na água, tensões são criadas, favorecendo trincas no material utilizado. Através dos ensaios de dureza foi possível comprovado a mudança de dureza no aço devido aos tratamentos térmicos utilizados, mostrando que as propriedades mecânicas também são influenciadas pelos tratamentos térmicos.

## REFERENCIAS

CALLISTER Jr., W.D.; **Ciência e Engenharia de Materiais uma Introdução**, LTC Ed. 7ª Ed., Rio de Janeiro, 2008.

CHAWLA, K. K.; MEYRES, M. A. **Mechanical Behavior of Materials**. 2ª. Ed., Cambridge: Cambridge University Press, 2009.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica Vol. I – Materiais de Construção Mecânica**. 2ed., Makron Books. São Paulo, 1986.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica Vol. II – Materiais de Construção Mecânica**. 2ed., Makron Books. São Paulo, 1986.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica Vol. III – Materiais de Construção Mecânica**. 2ed., Makron Books. São Paulo, 1986.

GROOVER; MIKELL, P. **Introdução aos processos de fabricação**. 1ed., Gen LTC. Rio de Janeiro, 2014.

VAN VLACK, Lawrence H. **Princípios de Ciência dos Materiais**. 13 ed., Edgard Blücher. São Paulo: 1970.

## ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA PERDA DE RIGIDEZ SOBRE AS FREQUÊNCIAS NATURAIS DE PLACAS DE ALUMÍNIO

**Pietro Olegário da Silva**

Centro Universitário de Itajubá – Fepi  
Itajubá – Minas Gerais

**Adriana Amaro Diacenco**

Centro Universitário de Itajubá – Fepi  
Itajubá – Minas Gerais

**RESUMO:** Este trabalho trata-se da descrição do comportamento mecânico de placas constituídas de alumínio danificadas. Nesse sentido, o dano será definido como uma redução de rigidez, analisando a sua influência nas funções de resposta em frequência. Para tanto, será utilizada a Teoria da deformação Cisalhante de Primeira Ordem (FSDT) combinada com o Método dos Elementos Finitos (MEF) e implementado em ambiente de programação MatLab®, com isto, é possível obter as características de resposta da placa (frequências naturais e funções de resposta em frequência) sem a consideração do dano, isto é, o estado inicial da placa. O estado danificado é obtido efetuando-se uma redução de rigidez em determinados elementos finitos da malha discretizada e, de acordo com isto, será possível analisar as alterações das características de resposta desta placa para diferentes valores da redução da rigidez.

**PALAVRAS-CHAVE:** perda de rigidez,

frequências naturais, elementos finitos, placas de alumínio.

**ABSTRACT:** This paper it is about the description of the mechanical behavior of plates made of aluminum damaged. In this sense, the damage will be defined as a reduction of stiffness, analyzing their influence on the frequency response functions. Therefore, will be used the Shear Deformation Theory of the First Order combined with the Finite Element Method and implemented on a programming environment called MatLab®, with this, it is possible to get the response characteristics of the plate (natural frequencies and frequency response functions) without consider the damage, which is the initial state of plate. The damaged state is obtained by performing a reduction of rigidity in certain finite elements of the discretized mesh and, accordingly to this, will be possible to analyze the changes in the response characteristics of the plate for different amounts of reduced stiffness.

**KEYWORDS:** loss of stiffness, natural frequency, finite element, aluminum plates.

## 1 | INTRODUÇÃO

Na indústria automobilística, os componentes de alumínio representam, em média, 8,6% do peso total dos veículos. Na indústria aeronáutica, cerca de 70% da estrutura dos aviões é composta de alumínio (VILLALVA BRAGA, 2011).

Hoje, os Estados Unidos e o Canadá são os maiores produtores de alumínio do mundo. Porém ambos não possuem jazidas de bauxita em seus territórios, sendo dependentes da importação. A terceira maior reserva do minério no mundo, está localizada no Brasil na região amazônica, perdendo apenas para Austrália e Guiné. Além da Amazônia, o alumínio pode ser encontrado do sudeste do Brasil, na região de Poços de Caldas (MG) e Cataguases (MG). A bauxita é o minério mais importante para a produção de alumínio, contendo de 35% a 55% de óxido de alumínio (CHIAVERINI, 1986).

O alumínio foi desenvolvido por Heroult, na França, e por Hall, nos EUA, em 1886, desde então, o alumínio está cada vez mais, ganhando aplicações diversas por apresentar características de leveza, trabalhabilidade, elevada resistência mecânica e corrosão. A economia relacionada ao custo de manutenção para a qual o alumínio apresenta, são de grandes vantagens devido a sua grande resistência a corrosão, fazendo deste um material adequado para ambientes corrosivos. Com isto, resulta a importância de ser estudado em termos de análises estáticas e dinâmicas deste material (DIACENCO, 2010).

Estruturas de aviões, como são submetidas a carga variáveis e cíclicas por tempo prolongados, sofrem com problemas de fadiga. Como se sabe, a fratura por fadiga inicia-se na superfície do material sob tensões de tração, portanto, esforços no sentido de minimizar as tensões de tração na superfície são essenciais.

Antigamente não haviam técnicas avançadas para prever o comportamento de um produto, então era usada a técnica de tentativa e erro sendo muito custosa. Hoje em dia com a atenção redobrada na economia, estudasse todos os dias melhores caminhos para a redução de custo. É aí que entra o Método de Elementos Finitos (MEF) como uma ferramenta poderosa, que consegue obter resultados importantes na prevenção de possíveis falhas no comportamento de um produto a ser projetado.

O Método dos Elementos Finitos (MEF) para análise estrutural foi reconhecido internacionalmente a partir de meados dos anos cinquenta do século XX devido aos trabalhos de um grupo de engenheiros da Boeing liderado pelo professor Ray W. Clough, e do professor John Argyris que atuava no Imperial College em Londres (VAZ, 2011).

A combinação do método de elementos finitos com a teoria analítica, implementada em ambiente de programação MatLab®, dá a possibilidade de obter as características de resposta de uma determinada placa de alumínio (frequências naturais). Existem diversas teorias analíticas utilizadas no estudo de placas e cascas a saber: A Teoria Clássica dos Laminados (CLT), baseia-se nas hipóteses cinemáticas de Kirchhoff

empregadas no estudo de placas e de Kirchhoff-Love utilizadas no estudo de cascas. Outra teoria é a Teoria da Deformação Cisalhante de Primeira Ordem (FSDT), baseia-se nas hipóteses assumidas pela Teoria das Placas de Mindlin-Reissner. E por fim a Teoria da Deformação Cisalhante de Ordem Superior (HSDT), que é uma teoria melhor elaborada já que as teorias CLT e FSDT não são apropriadas para previsão do comportamento estático e dinâmico de estruturas laminadas em determinadas circunstâncias (DIACENCO, 2010).

Um importante tema para a integridade estrutural é a avaliação do dano em estruturas e, nesse sentido, modelos numéricos que modelem o comportamento mecânico do material na presença de alguma alteração na estrutura apresentam bastante significância. Dano pode estar associado a falhas em componentes estruturais que podem surgir ao longo da vida útil da peça e, estão geralmente associados a diversos fatores variando desde alterações dependentes de fatores ambientais a solicitações às quais estão submetidas. O dano pode ser modelado como sendo uma redução de rigidez e, então, pode se comparar os dois estados: o estado inicial (desconsiderando a redução de rigidez) e o estado danificado (considerando a redução de rigidez). Neste trabalho, o dano será modelado como sendo uma variação no módulo de elasticidade o que acarretará uma alteração na matriz de rigidez global.

Será utilizado neste trabalho devido ao baixo custo computacional a teoria FSDT, combinada com o MEF, aplicados em uma placa de alumínio (2024-T3 placas de ligas de alumínio) de utilização aeronáutica e, será verificado a influência da redução da rigidez sobre as funções de resposta em frequência desta placa.

## 2 | TEORIA FSDT ASSOCIADA AO MEF

A Teoria FSDT pertence a uma classe de teorias denominada Teoria das Camadas Equivalente Única, também chamada de Teoria da Camada Equivalente Simples, as quais são baseadas na técnica de separação de variáveis para descrever o campo de deslocamentos mecânicos, onde o número de graus de liberdade independe do número de camadas da estrutura (REDDY, 1997).

Os campos de deslocamentos da FSDT, proposto por Reddy (1997), é expresso conforme a equação (A):

$$\begin{aligned}u(x,y,z,t) &= u_0(x,y,t) + z\psi_x(x,y,t) \\v(x,y,z,t) &= v_0(x,y,t) + z\psi_y(x,y,t) \\w(x,y,z,t) &= w_0(x,y,t)\end{aligned}\tag{A}$$

sendo  $\psi_x$  e  $\psi_y$  as rotações dos segmentos normais à superfície de referência em torno dos eixos  $y$  e  $x$  respectivamente.

A equação (A) pode ser reescrita matricialmente como mostrado na equação (B).

$$u(x,y,z,t) = A(z)u(x,y,t) \quad (B)$$

Na equação (B) pode ser reescrita conforme a equações (Ca, Cb, Cc).

$$U(x, y, z, t) = \begin{bmatrix} u & x, y, z, t & v & x, y, z, t & w & x, y, z, t \end{bmatrix}^T \quad (Ca)$$

$$A(z) = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & z & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & z \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (Cb)$$

$$u(x, y, t) = \begin{bmatrix} u_0(x, y, t) & v_0(x, y, t) & w_0(x, y, t) & \psi_x(x, y, t) & \psi_y(x, y, t) \end{bmatrix}^T \quad (Cc)$$

Da Teoria da Elasticidade Linear tem-se que as deformações mecânicas são definidas em termos de formas diferenciais dos deslocamentos mecânicos, tal qual mostra a equação (D).

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x}, \quad \varepsilon_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y}, \quad \varepsilon_{zz} = \frac{\partial w}{\partial z}, \quad \gamma_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x}, \quad \gamma_{xz} = \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x}, \quad \gamma_{yz} = \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \quad (D)$$

Substituindo cada linha da equação (A) nas equações (D) e, considerando separadamente as deformações de membrana e cisalhamento, têm-se as equações (E) e (F).

$$\varepsilon_b(x, y, z, t) = [D_{b0} + z \cdot D_{b1}]u(x, y, t) = D_b(z)u(x, y, t) \quad (E)$$

$$\varepsilon_s(x, y, z, t) = [D_{s0}]u(x, y, t) = D_s(z)u(x, y, t) \quad (F)$$

As matrizes  $D_i (i = 0, \dots, 2)$  são formadas por operadores diferenciais, conforme mostrado nas matrizes das equações (Ga, Gb).

$$D_b = \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial x} & 0 & 0 & z \cdot \frac{\partial}{\partial x} & 0 \\ 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 & 0 & z \cdot \frac{\partial}{\partial y} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial x} & 0 & z \cdot \frac{\partial}{\partial y} & z \cdot \frac{\partial}{\partial x} \end{bmatrix} \quad (Ga)$$

$$D_s = \begin{bmatrix} 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial x} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\partial}{\partial y} & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{Gb})$$

### 3 | O ELEMENTO SERENDIPITY

O elemento finito do tipo Serendipity consiste em um elemento retangular de placa plana que apresenta 8 (oito) pontos nodais (Figura 1).

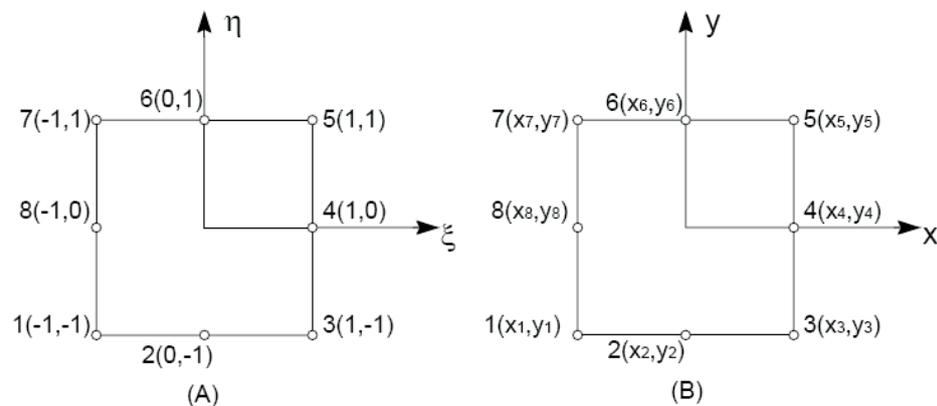


Figura 1 - Forma retangular do elemento empregado na formulação por elementos finitos (a) coordenadas locais (b) coordenadas globais.

Existem relações entre as coordenadas globais e locais, deste elemento, das pelas equações (Ha) e (Hb).

$$\xi = \frac{2x - x_8 - x_4}{x_8 - x_4} \quad (\text{Ha})$$

$$x = \frac{1}{2}[\xi(x_8 - x_4) + x_4 + x_8] \quad (\text{Hb})$$

$$\eta = \frac{2y - y_6 - y_2}{y_6 - y_2} \quad (\text{Ia})$$

$$y = \frac{1}{2}[\eta(y_6 - y_2) + y_6 + y_2] \quad (\text{Ib})$$

A matriz quadrada da equação (J) é a matriz jacobiana que relaciona a derivada das funções de forma (equações Ha, Hb, Ia e Ib) com relação às coordenadas globais com a derivada das funções de forma com relação às coordenadas locais é expressa

por:

$$J = \begin{bmatrix} \frac{\partial x}{\partial \xi} & \frac{\partial y}{\partial \xi} \\ \frac{\partial x}{\partial \eta} & \frac{\partial y}{\partial \eta} \end{bmatrix} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} (x_8 - x_4) & 0 \\ 0 & (y_6 - y_2) \end{bmatrix} \quad (J)$$

O Jacobiano é definido como o determinante da matriz Jacobiana e é expresso por:

$$J = \frac{\partial x}{\partial \xi} \frac{\partial y}{\partial \eta} - \frac{\partial x}{\partial \eta} \frac{\partial y}{\partial \xi} = \frac{(y_6 - y_2)(x_8 - x_4)}{4} \quad (K)$$

As funções de forma, que relaciona os deslocamentos em um ponto qualquer com os deslocamentos nos pontos nodais são expressas por:

---

$$\begin{aligned} N_1(\xi, \eta) &= -\frac{1}{4}(1-\xi)(1-\eta)(1+\xi+\eta) \\ N_2(\xi, \eta) &= \frac{1}{2}(1-\xi)(1+\xi)(1-\eta) \\ N_3(\xi, \eta) &= -\frac{1}{4}(1+\xi)(1-\xi)(1-\xi+\eta) \\ N_4(\xi, \eta) &= \frac{1}{2}(1+\xi)(1+\eta)(1-\eta) \\ N_5(\xi, \eta) &= -\frac{1}{4}(1+\xi)(1+\eta)(1-\xi+\eta) \\ N_6(\xi, \eta) &= \frac{1}{2}(1-\xi)(1+\xi)(1+\eta) \\ N_7(\xi, \eta) &= -\frac{1}{4}(1-\xi)(1+\eta)(1+\xi-\eta) \\ N_8(\xi, \eta) &= \frac{1}{2}(1-\xi)(1+\eta)(1-\eta) \end{aligned} \quad (L)$$

---

A escolha do elemento finito do tipo *Serendipity* se justifica devido ao fato de que ele apresenta um bom desempenho na modelagem de materiais compósitos e de estruturas inteligentes, conforme demonstrado no trabalho de Chee, Tong e Steven (2001).

As variáveis mecânicas apresentadas nas equações (A), (E) e (F) são convertidas para a formulação em elementos finitos usando as funções de forma do elemento finito *Serendipity* equações (Ha) e (Hb)

$$U(x, y, z, t) = A(z)N(\xi, \eta)u(t) \quad (\text{Ma})$$

$$\varepsilon_b(x, y, z, t) = D_b(z)N(\xi, \eta)u(t) = B_b(\xi, \eta, z)u(t) \quad (\text{Mb})$$

$$\varepsilon_s(x, y, z, t) = D_s N(\xi, \eta)u(t) = B_s N(\xi, \eta)u(t) \quad (\text{Mc})$$

Sendo que  $N(x, h)$  representa a matriz das funções de forma de dimensão  $5 \times 40$ , mostrado na equação (L).

$$\begin{bmatrix} N_1 & 0 & 0 & 0 & 0 & N_2 & 0 & 0 & \dots & N_8 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & N_1 & 0 & 0 & 0 & 0 & N_2 & 0 & \dots & 0 & N_8 & 0 & 0 & 0 \\ \vdots & \dots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ 0 & 0 & 0 & 0 & N_1 & 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 & 0 & N_8 \end{bmatrix} \quad (\text{N})$$

#### 4 | OBTENÇÃO DAS MATRIZES DE MASSA E RIGIDEZ

As matrizes de massa e rigidez elementares segundo a Teoria de Elementos Finitos para um elemento de placa são dadas conforme a equação (O).

$$M^{(e)} = \sum_{k=1}^n \int_{z=z_k}^{z_{k+1}} \int_{\xi=-1}^{\xi=+1} \int_{\eta=-1}^{\eta=+1} \rho_k N^T(\xi, \eta) A^T(z) A(z) N(\xi, \eta) \det(J) d\eta d\xi dz \quad (\text{O})$$

Sendo que  $\rho$  é a densidade,  $N^T(\xi, \eta)$  é a matriz transposta das funções de forma do elemento *Serendipity*,  $A^T$  é a matriz transposta da matriz  $A$ , expressa na equação (Cb),  $N(\xi, \eta)$  é a matriz das funções de forma e  $J$  é o jacobiano.

A matriz de rigidez foi separada em dois efeitos: flexão-membrana e cisalhamento, conforme as equações (P) e (Q), respectivamente.

$$K_b^{(e)} = \sum_{k=1}^n \int_{z=z_k}^{z_{k+1}} \int_{\xi=-1}^{\xi=+1} \int_{\eta=-1}^{\eta=+1} B_b^T(\xi, \eta, z) C_b^k B_b(\xi, \eta, z) \det(J) d\eta d\xi dz \quad (\text{P})$$

$$K_s^{(e)} = \sum_{k=1}^n \int_{z=z_k}^{z_{k+1}} \int_{\xi=-1}^{\xi=+1} \int_{\eta=-1}^{\eta=+1} B_s^T(\xi, \eta, z) C_s^k B_s(\xi, \eta, z) \det(J) d\eta d\xi dz \quad (\text{Q})$$

Sendo que  $B_b^T$  e  $B_s^T$  são as matrizes transpostas dos operadores das equações (Ga) e (Gb), respectivamente, aplicados as funções de forma do elemento *Serendipity* em coordenadas locais,  $B_b$  e  $B_s$  são as matrizes dos operadores em coordenadas locais.

As matrizes e , podem ser expressas da seguinte forma:

$$K_b = K_{b0} + K_{b1} + K_{b2} \quad (\text{Ra})$$

$$K_s = K_{s0} \quad (\text{Rb})$$

Sendo que:

$$K_{b0} = B_{b0}^T(\xi, \eta, z) C_b^k B_{b0}(\xi, \eta, z);$$

$$K_{b1} = B_{b0}^T(\xi, \eta, z) C_b^k B_{b1}(\xi, \eta, z) + B_{b1}^T(\xi, \eta, z) C_b^k B_{b0}(\xi, \eta, z);$$

$$K_{b2} = B_{b1}^T(\xi, \eta, z) C_b^k B_{b1}(\xi, \eta, z);$$

$$K_{s0} = B_{s0}^T(\xi, \eta, z) C_s^k B_{s0}(\xi, \eta, z);$$

$$M\ddot{q}(t) + Kq(t) = f(t) \quad (\text{S})$$

Sendo  $M = \mathbf{U}_{e=1}^{\text{nelem}} M^{(e)}$  e  $K = \mathbf{U}_{e=1}^{\text{nelem}} K^{(e)}$  as matrizes de rigidez global e de massa. O símbolo  $\mathbf{U}$  indica a matriz de montagem,  $q(t)$  é o vetor de deslocamento global e  $f(t)$  é o vetor de cargas generalizadas.

A ordem das matrizes de massa e rigidez depende do número de graus de liberdade adotados no sistema. Assim, para um sistema de  $N$  graus de liberdade, as matrizes terão ordem  $N \times N$  e os vetores ordem  $N \times 1$ .

A equação (S) pode ser expressa no domínio da frequência, considerando a condição de vibração livre. Considerando  $f(t) = 0$  tem-se a solução harmônica para a Equação (T).

$$\{q(t)\} = \{Q\} e^{i\omega t} \quad (\text{T})$$

Derivando, duas vezes, a Equação (T) em função do tempo é possível obter a Equação (U).

$$\{\ddot{q}(t)\} = -\omega^2 \{Q\} e^{i\omega t} \quad (\text{U})$$

Substituindo as Equações (T) e (U) na Equação (S), tem-se a Equação (V).

$$(K - \omega^2)\{Q\} = 0 \quad (\text{V})$$

onde:

$\omega^2$  são os autovalores que representam o quadrado das frequências naturais;

$\{Q\}$  são os autovetores que representam os correspondentes deslocamentos dos seus respectivos modos.

## 5 | MODELAGEM DE DANO

A partir do desenvolvimento da metodologia de elementos finitos aplicada a uma placa de alumínio, é possível coletar as frequências naturais da placa e, então analisar a influência da redução de rigidez sobre as frequências naturais desta placa. Esta redução foi simulada como sendo o valor da rigidez sem o dano multiplicado por um fator  $\alpha$ , conforme expresso na Equação (W).

$$K_d^e = (1 - \alpha)K_{nd}^e, \alpha \leq 1 \quad (W)$$

Onde:

$K_d^e$  representa a rigidez elementar do elemento danificado;

$K_{nd}^e$  representa a rigidez elementar do elemento não danificado;

$\alpha$  representa o fator de redução de rigidez.

É importante ressaltar que a redução de rigidez em determinado elemento e/ou região deste elemento afeta outros elementos finitos vizinhos, o que deve ser considerado no problema de detecção de danos. Para modelar o dano foi considerada a redução de rigidez de determinado nó, conseqüentemente há uma redução de rigidez em torno deste nó, logo pode-se definir uma região a qual pertence ao dano, conforme o exemplo ilustrado na Figura 2 (DIACENCO, 2016).

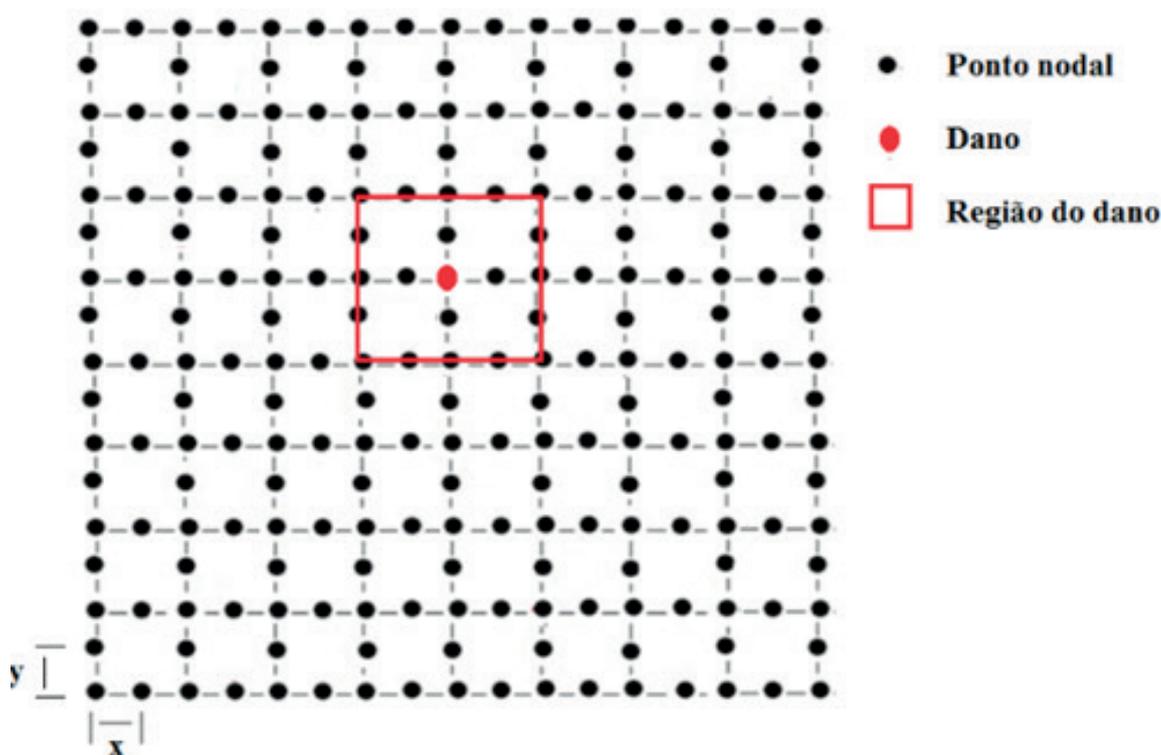


Figura 2 – Esquema da modelagem do dano.

## 6 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a análise da metodologia de detecção de danos formulada neste trabalho considera-se uma placa plana constituída de alumínio com espessura de 0,004 m com lados  $L_x = L_y = 0,20$  a placa foi discretizada em 64 elementos de placa plana (elemento Serendipity), conforme a Figura 3.

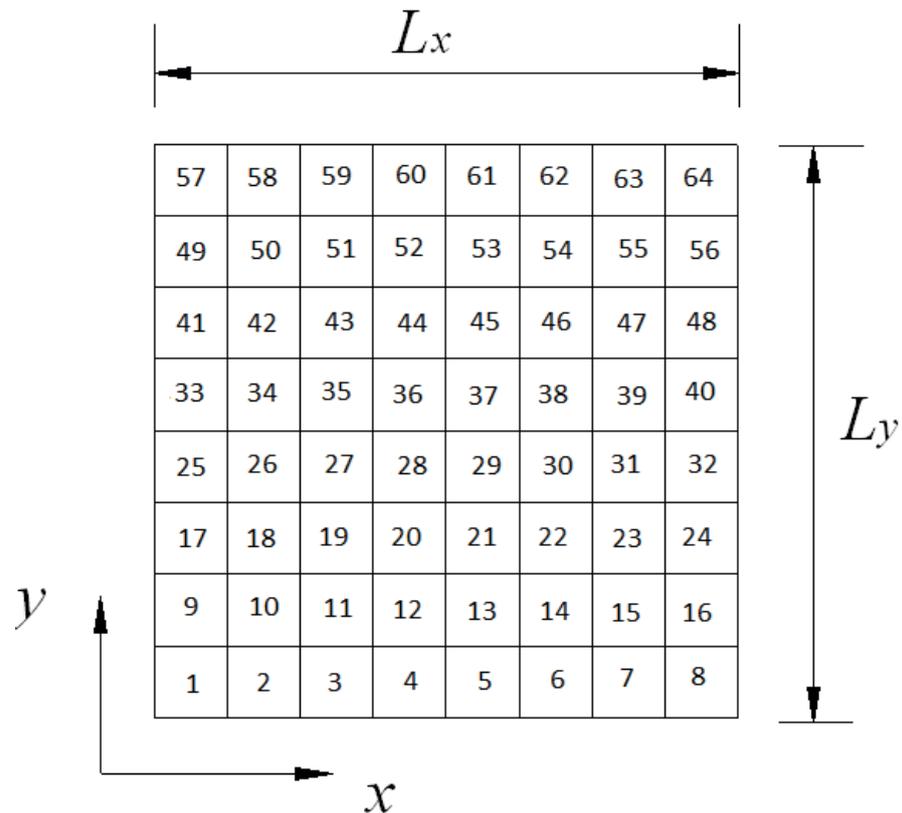


Figura 3 – Discretização da placa. (Diacenco, 2016)

Os valores das propriedades do material que constitui a placa estão mostrados na Tabela 1.

Propriedades do alumínio	Valores
$E$ (GPa)	0,69
$N$	0,33
$\rho$ (g/m <sup>3</sup> )	2.7 g/m <sup>3</sup>

Tabela 1 - Propriedades da placa de alumínio.

A condição de contorno adotada para a placa foi a condição de simplesmente apoiada (CORREIA et al, 2000), isto é:

- Para as bordas da placa paralelas ao eixo  $x$ :  $u_0 = w_0 = \psi_x = 0$ ;

- Para as bordas da placa paralelas ao eixo y:  $v_0 = w_0 = \psi_y = 0$ .

A partir da implementação do modelo de elementos finitos foi possível obter as cinco primeiras frequências naturais da placa de alumínio e, visto que a redução da rigidez tem como consequência uma variação em todo conjunto de frequências naturais do modelo, estas cinco primeiras frequências naturais foram tomadas como referência para analisar a influência desta redução de rigidez. Diante disto, para cada redução de rigidez associada a determinado ponto nodal tem-se que todas as frequências naturais do modelo estarão diferentes das frequências naturais iniciais (sem a redução de rigidez).

## 7 | APLICAÇÃO NUMÉRICA

A Tabela 2 mostra, respectivamente, os valores das cinco primeiras frequências naturais da placa de alumínio.

Frequências	Valores
1 <sup>a</sup>	17,5061
2 <sup>a</sup>	21,6061
3 <sup>a</sup>	23,9100
4 <sup>a</sup>	25,4802
5 <sup>a</sup>	27,3344

Tabela 2– Cinco frequências naturais [Hz].

Foram realizados uma redução de rigidez em quatro pontos selecionados na placa de alumínio, conforme mostrado na Figura 4.

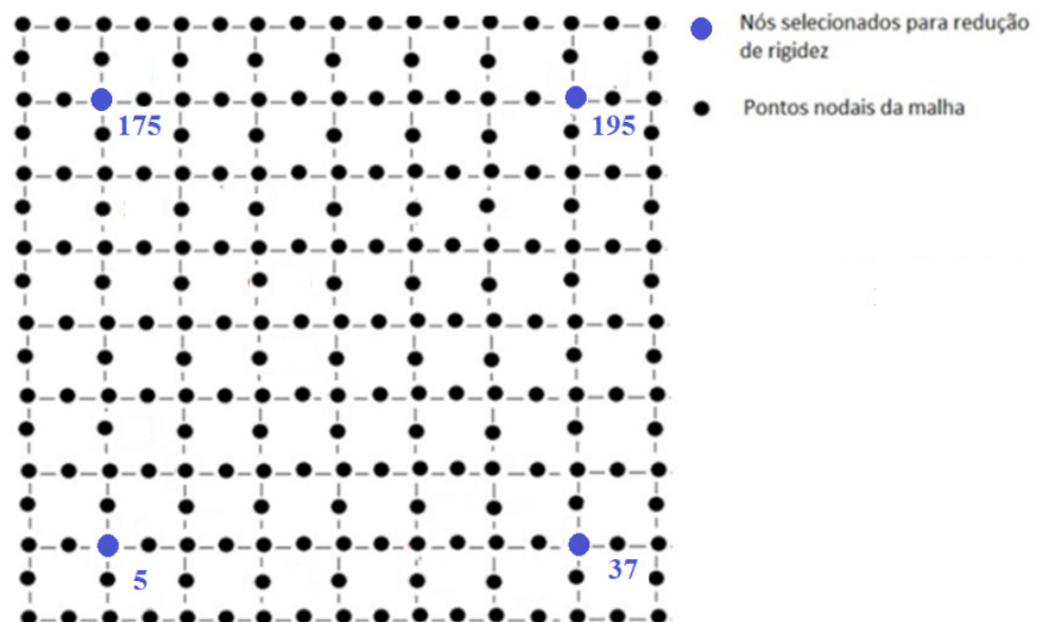


Figura 4 – Esquema da malha de elementos finitos ilustrando os pontos de redução de rigidez.

Após uma redução de 40% na rigidez na região dos pontos nodais selecionados, foi possível obter cinco novas frequências naturais. Observa-se na Tabela 3 que as frequências naturais sofreram alterações mediante a redução de rigidez.

Frequências	Valores
1 <sup>a</sup>	20,4127
2 <sup>a</sup>	24,5235
3 <sup>a</sup>	26,6293
4 <sup>a</sup>	27,1569
5 <sup>a</sup>	28,6518

Tabela 3– Cinco frequências naturais [Hz] após a redução de rigidez

A Tabela 4 mostra as frequências naturais relativas dadas pela equação (X).

$$f_r = \left| \frac{f_d - f_a}{f_a} \right| \quad (X)$$

Sendo:

$f_r$  é definido como frequência relativa;

$f_a$  é definida como a frequência antes da redução da rigidez;

$f_d$  é definida como a frequência após da redução da rigidez;

Frequências	Valores
1 <sup>a</sup>	16,60
2 <sup>a</sup>	13,50
3 <sup>a</sup>	11,37
4 <sup>a</sup>	6,58
5 <sup>a</sup>	4,82

Tabela 4– Valores das frequências naturais relativas [%]

## 8 | CONCLUSÃO

Um modelo numérico em elementos finitos foi elaborado utilizando a Teoria da Deformação Cisalhante de Primeira Ordem (FSDT) para a placa de alumínio considerada. A elaboração deste modelo numérico foi fundamental para conhecer previamente o comportamento dinâmico da estrutura com o objetivo de se obter as frequências naturais para um estado que foi considerado como o estado inicial sem a presença de qualquer tipo de dano. De acordo com isto, foi possível formular o obter as frequências naturais após a redução de rigidez e verificar que, houve pequenas variações nas frequências naturais, mas a partir desta análise será possível, para um trabalho futuro, formular um problema de detecção de danos utilizando as frequências

naturais alteradas.

## REFERÊNCIAS

CHEE, C.; TONG, L.; STEVEN, G. P. **Static shape control of composite plates using a curvature - displacement based algorithm**. International Journal of Solid and Structures, v. 38, p. 6381-6403, 2001.

CORREIA, V. M. F. et al. **Modelling and Desing of adaptive composite structures comput**. Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, v. 185, n. 2, p. 325-346, 2000.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica - Materiais de construção mecânica**. v.3, ed.2. São Paulo: McGraw-Hill, 1986.

DIACENCO, A. A. **Modelagem por elementos finitos de materiais compósitos estruturais incorporando material viscoelástico para o controle passivo de vibração e ruído**. 2010. 60 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia dos Materiais) - Universidade Federal de Itajubá - UNIFEI. Itajubá. 2010.

DIACENCO, A. A. **Modelagem de otimização aplicada à topologia de sensores para identificação e localização de danos em placa compósita**. 2016. 108 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Itajubá. Itajubá. 2016.

REDDY, J. N. **Mechanics of Laminated Composite Plates: Theory and Analysis**. 2.ed. Florida: CRC Press, 1997.

VAZ, L. E. **Método dos elementos finitos em análise de estruturas**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2011.

VILLALVA BRAGA, A. P. **Análise de ligas de alumínio aeronáuticas conformadas por jateamento com granalhas - caracterização e previsão de deformação**. Dissertação (Mestrado em Engenharia nas áreas de Metalúrgica e de Materiais) - SÃO PAULO, SP, 2011.

## ANÁLISE DA MICRODUREZA E CORROSÃO NO PROCESSO DE SOLDAGEM GMAW NA CHAPA DE AÇO DOBRADA TIPO U

### Josemairon Prado Pereira

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Departamento de Engenharia Mecânica  
Lençóis Paulista – São Paulo

### Gilberto de Magalhães Bento Gonçalves

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Departamento de Engenharia Mecânica

**RESUMO:** Fatores afetam o desempenho da fabricação e montagem de estruturas metálicas. Nesse ramo, utilizam largamente a chapa dobrada no aço ASTM A36 e CSN Civil-300 para obter juntas soldadas com qualidade e dois elementos precisam ter baixa variabilidade com limites confiáveis: corrosão e microdureza na junta soldada. Focando, a microdureza e corrosão no perfil dobrado U100x50x3,0 mm e 2,7 mm de espessuras, utilizou-se o processo de soldagem GMAW com proteção gasosa de 75%Ar-25%CO<sub>2</sub>, arames-eletrodos AWS ER70S-3 e AWS ER70S-6, e parâmetros de soldagem, que permitiram constante densidade de corrente nas juntas soldadas. Analisaram-se a corrosão, utilizando o método de aceleração por névoa salina e a microdureza pela medição de seus valores. Os resultados mostraram que a corrosão no aço CSN Civil-300 obteve a menor perda de massa de 0.0018 mm/ano e a microdureza nessas uniões evidenciou redução média de 13% usando o metal de adição AWS

ER70S-3.

**PALAVRAS-CHAVE:** Microdureza. Corrosão. Estruturas metálicas. Soldagem.

**ABSTRACT:** S Several factors may affect the performance of companies manufacturing and setting of metal structures, such as those inherent in the manufacturing process. In this business, industries widely use the plate folded in the ASTM-A-36 and CSN-CIVIL-300 steel for welded joints of high quality and two elements must remain with low variability and within reliable limits: corrosion and micro hardness in the joint welded. This paper focuses, on the analysis of the micro hardness and distortion in the bended profile type U 100x50x3,0 and 2,7 mm of thickness, after the application of GMAW process using two types of electrode wire, AWS ER70S-3 and AWS ER70S-6, shielding gas of 75% AR25% CO<sub>2</sub>, and the welding parameters which allowed maintaining a constant current density in the welded joint. Corrosion were analyzed using the accelerated method by salt spray and the hardness by measuring their values. Results showed that the corrosion in the steel Civil-CSN 300 showed the lowest weight loss of 0.0018 mm/year and micro hardness these joints showed an average reduction of 13% using the filler metal AWS ER70S-3.

**KEYWORDS:** Micro Hardness. Corrosion. Metal Structures. Welding.

## 1 | INTRODUÇÃO

As indústrias de fabricação e montagem de estruturas metálicas aplicam largamente a soldagem em perfis de aços estruturais devido aos seus benefícios (MVOLA et al., 2013; VERGILIO, 2011), dois fatores precisam permanecer com baixa variabilidade e dentro de limites confiáveis: como a corrosão e microdureza na junta soldada; porque não pode haver interrupção nas linhas de produção (CHEN et al., 2015; ABDULLAH; ISMAIL; HAFIZUDDIN, 2015).

A corrosão em estruturas metálicas é outro fator relevante, porque exige ações de manutenção contínua, no caso de não haver prescrição preventiva adequada (SEIDU; KUTELU, 2013; RIBEIRO, 2010; ANTUNES, 2010).

Contudo, nessas circunstâncias, a junta soldada pode ter papel deletério, uma vez que impulsiona a corrosão de maneira localizada. O estabelecimento do par galvânico entre a zona termicamente afetada (ZTA) e a zona de fusão, ou metal de solda, atributo da variação na composição química entre essas regiões, torna-se a força motriz para desenvolver o fenômeno corrosivo (SILVA, 2012). A taxa da corrosão dependerá fundamentalmente de uma complexa interação entre processo e consumíveis de soldagem escolhidos, preparação da junta e classe do aço estrutural designado (MISHCHENKO; CAIMACAN; SCOTTI, 2015; SALIU OJO SEIDU, 2013).

As propriedades mecânicas para as estruturas metálicas dependem da dureza nas regiões próximas ao cordão de solda, porque a resistência à tração é o que caracteriza a sua utilização, principalmente nas barras e nas juntas soldadas que suportam solicitações críticas (JOSEPH; ALO, 2014). Neste contexto, as construções em aço adquirem peso próprio expressivos, exigindo perfis estruturais robustos, a fim de garantir a segurança (MONDAL et al., 2012).

Porém, a heterogeneidade entre a zona termicamente afetada (ZTA) e a zona de fusão, resultado da diluição da composição química entre essas regiões, forma um local susceptível a falhas (EROGLU; AKSOY, 2000). A dureza também é influenciada pela interação entre processo, consumíveis de soldagem e do tipo de aço utilizado (SALIU OJO SEIDU, 2013; MVOLA et al., 2014).

Agregar conhecimento prévio no que concerne à resposta do material em questões mecânico-metalúrgicas específicas do conjunto estrutural a ser soldado, potencializa, sem dúvidas, a evolução no projeto e na qualidade de todo o produto fabricado, evitando também as práticas custosas de remanufatura do mesmo.

A partir de tais premissas, este estudo expõe os resultados do comportamento de distorção e propriedades mecânicas em aços estruturais, de corrente uso nas estruturas metálicas nacionais, quando submetidos à soldagem a arco elétrico com proteção gasosa ativa, em condições diferenciadas do tipo de arame-eletrodo e modo de preparação da junta.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

Os aços estruturais ASTM A36 carbono comum e ARBL, patinável, CSN Civil300, respectivamente, na espessura de 3,0 mm e 2,7 mm, sob a forma de perfil tipo “U” dobrado a frio, foram usados como metais de base. Os arames-eletrodos de especificação AWS ER70S-3 e AWS ER70S-6, respectivamente com diâmetros de 0,9 e 1,0 mm, serviram como metais de adição. A proteção gasosa em todas as soldas foi realizada pela mistura 75%Ar-25%CO<sub>2</sub>, na vazão de 2,1x10<sup>-4</sup> m<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup> (12,5 l.min<sup>-1</sup>).

Os teores dos elementos químicos presentes nos metais de base e metais de adição utilizados foram analisados por espectrometria de emissão ótica, exibidos na Tabela 1.

Elementos Químicos	Metal de Base		Arame-eletrodo	
	ASTM A36	CSN Civil-300	AWS ER70S-6	AWS ER70S-3
C	0,1100	0,1500	0,1000	0,090
Si	0,0200		0,980	0,640
Mn	0,3900	0,5700	1,480	1,030
P	0,0200	0,0100	0,010	0,020
S	0,0800	0,0100	0,010	0,010
Al	0,0400	0,0400		
Cu	0,0060	0,0100		0,160
Ni	0,0040	0,0100		
Cr	0,0200	0,0100		
Mo	0,0010	0,0030		
V		0,0020		
Nb		0,0020		
Ti	0,0010	0,0040		

Tabela 1- Teores dos principais elementos químicos analisados nos materiais (% em peso)

### 2.2 Métodos

As amostras foram conforme as medidas indicadas na Figura 1. Assim, os quatros dígitos, respectivamente, se referem ao tipo do aço, tipo de arame-eletrodo, tipo de junta preparada, sequência de cada corpo de prova e por fim, um quinto e último dígito designando o tipo de ensaio submetido da amostra, “M” para macrografia e “D” para a microdureza.

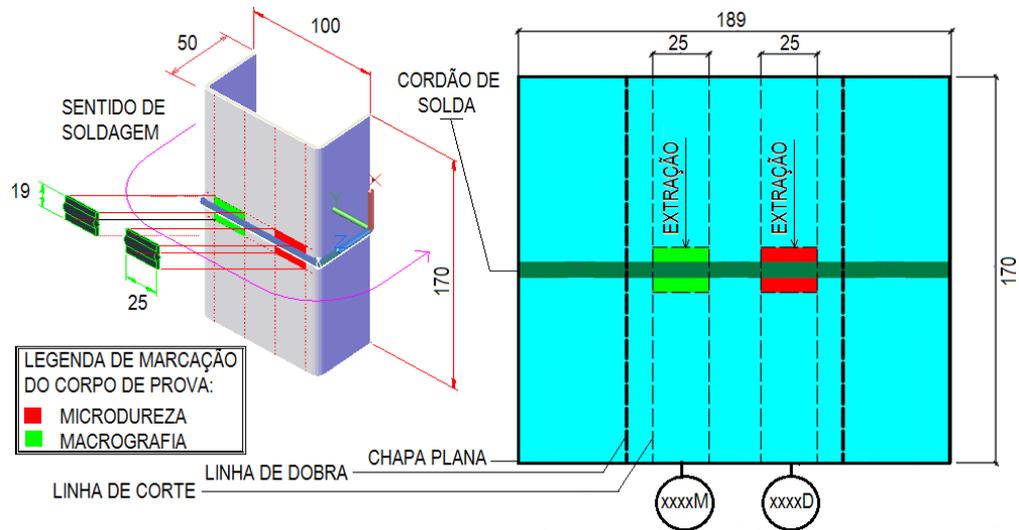


Figura 1 - Seccionamento dos corpos de prova para os respectivos ensaios de microdureza e macrografia

## 2.3 Procedimentos de Soldagem

As soldas foram feitas pelo processo MAG (Metal Active Gas) convencional, com deslocamento da tocha feito por um braço robótico Motoman UP6 e controlador Yasnac XRC, adaptado e programado para realizar as operações de soldagem em único passe, da esquerda para direita na posição horizontal.

As juntas de solda foram montadas de topo com os perfis “U”, nas dimensões de 100x50 mm com 3,0 mm de espessura, para o aço ASTM A36 e 2,7 mm para o aço CSN Civil-300, ambos com comprimento de 170 mm, fixados sem e com união precedente por pontos de solda entre eles. Mais especificamente, as juntas previamente unidas por pontos de solda, salienta-se que os mesmos foram efetuados em quantidade de três e cinco pontos, gerando, por conseguinte, duas montagens diferentes de junta.

Em adição, utilizou-se também um quarto tipo de junta, denominada experimental, que consistiu em seccionar transversalmente o perfil dobrado, deixando-o unido apenas por um pequeno elemento do material no meio da superfície superior e nas extremidades das superfícies laterais. A Figura 2 ilustra esquematicamente a configuração da montagem das juntas com e sem os pontos de soldas, e da junta experimental com o seccionamento feito no perfil “U”, fixando abertura média da junta igual a 1,2 mm.

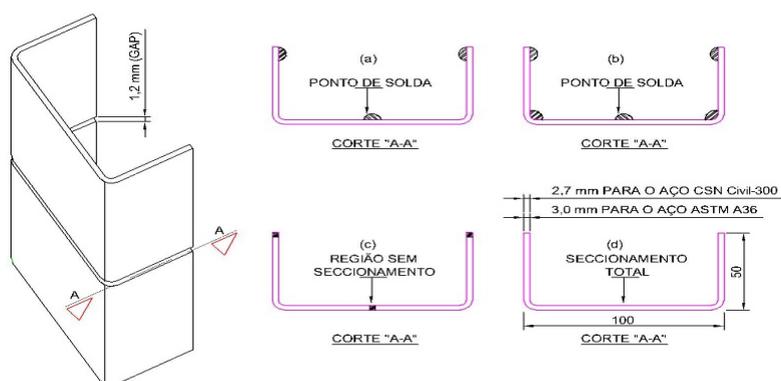


Figura 2 - Montagens das juntas preparadas para o processo de soldagem, representadas pelos cortes "A-A": (a) junta com três pontos de solda, (b) junta com cinco pontos de solda, (c) junta experimental e (d) junta normalmente seccionada.

Nessas condições, foram então montadas vinte juntas para cada par, metal de base/arame-eletrodo, contemplando cinco repetições por condição de soldagem, perfazendo, um total de oitenta juntas para soldagem.

Durante a execução das soldas, os valores instantâneos da corrente e tensão de soldagem, mais a velocidade de alimentação do arame-eletrodo, foram compilados por meio do sistema de aquisição e processamentos de dados SAP-V4.23-IMC. A Tabela 2 disponibiliza esses números em termos de valores médios. Em todas elas procurou-se manter constante a densidade de corrente nos arames-eletrodos em 205 A/mm<sup>2</sup>.

Conjunto amostral	$U_s$ (V)	$I_s$ (A)	$V_a$ (mm.s <sup>-1</sup> )	$V_s$ (mm.s <sup>-1</sup> )
A1	20,51	160,58	108,30	10
A2	22,65	143,87	108,30	7,7
B1	19,72	151,97	108,30	10
B2	22,39	144,07	108,30	7,7

Tabela 2- Valores médios dos parâmetros de soldagem utilizados

$U_s$ ,  $I_s$ , e  $V_s$ , são, respectivamente, tensão, corrente e velocidade de soldagem;  $V_a$  é a velocidade de alimentação do arame-eletrodo

### 3 I AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA NAS JUNTAS SOLDADAS

A avaliação da microdureza na zona de fusão, na zona termicamente afetada (ZTA) e no metal de base, realizado pelo método Vickers, aplicando carga 1,0 Kgf, com distância entre pontos de 0,25 mm, formando três linhas no sentido longitudinal na junta soldada, resultando um conjunto de valores abrangendo o metal de base, a ZTA e a zona de fusão, como mostra a Figura 3.

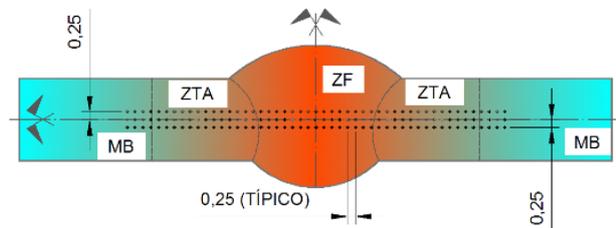


Figura 3 - Disposição dos pontos das medidas de microdureza na amostra

Para tanto, foram selecionadas 16 amostras preparadas com a prática metalográfica convencional e realizado as fotomicrografias das seções transversais das juntas soldadas foram inseridas no aplicativo AutoCAD e digitalizadas, uma para cada condição de soldagem, no propósito de determinar a largura dos cordões de solda e das respectivas ZTAs, a penetração, e a diluição do metal de base.

#### 4 | AVALIAÇÃO DA CORROSÃO NAS JUNTAS SOLDADAS

A resistência à corrosão das juntas soldadas, particularmente na zona de fusão e seu entorno, foi avaliada através do ensaio de corrosão acelerada por névoa salina, em consonância com a norma ASTM B117.

Para realizar a análise evolutiva do processo corrosivo acelerado, as amostras utilizadas passaram primeiramente por pesagem em balança de precisão, e depois inseridas na câmara de ensaio para exposição em nevoa salina com solução NaCl 5%, em temperatura de  $35 \pm 2$  °C, durante 189 horas. Após esse tempo as amostras foram limpas com água e seca em estufa a 40 °C, por aproximadamente 20 minutos e pesadas outra vez para determinar a perda de massa ocorrida.

#### 5 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nos resultados de corrosão por névoa salina verificou-se que o tipo de aço ASTM A36 apresenta, como esperado, a menor resistência à corrosão, como pode ser visto na Figura 4, que mostra as curvas de perda de massa.

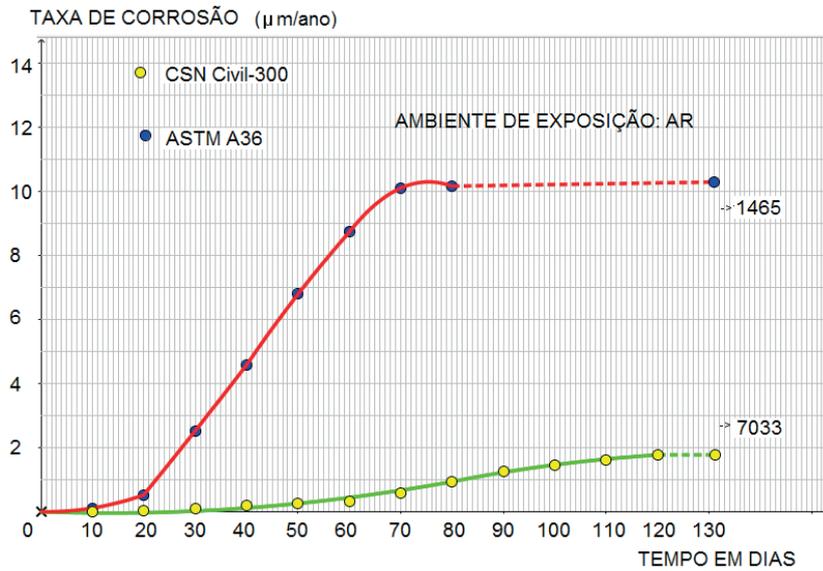


Figura 4 - Diagrama da taxa de corrosão para os aços ASTM A36 e CSN Civil-300

Em estrutura metálica a associação da corrosão, por causa da perda de massa, com a área efetiva necessária para atender aos carregamentos.

A ruptura da estrutura metálica ocorrerá quando os esforços ( $Q$ ) pela área efetiva ( $A_f$ ) resultante da corrosão, logo ultrapasse a tensão última de ruptura  $\sigma_u$ , existindo assim uma função da área da seção do perfil projetado ( $A_0$ ) decrescido pela taxa de corrosão na seção ( $\Delta e$ ) no decorrer do tempo, onde se atinge o limite de ruptura. A Figura 5, ilustra a propagação da corrosão na superfície do material.

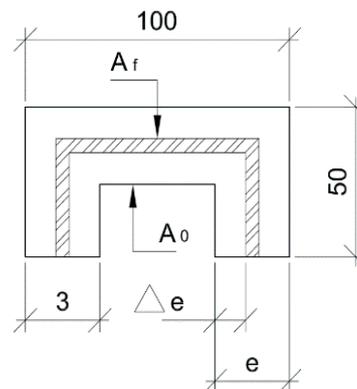


Figura 5 - Desenvolvimento da perda de massa nos perfis

Com os resultados da taxa de corrosão, aplicadas à equação (a), é possível prever a vida útil da estrutura metálica, pois a tensão nominal tenderá sair do regime elástico para o plástico, com a perda gradual de massa.

$$\sigma_f = \frac{Q}{A_f}, \text{ para } \sigma_f < \sigma_u \quad (a)$$

A correlação da corrosão com a estrutura metálica, para os aços ao carbono ASTM A36 e aços de baixa liga patináveis CSN Civil-300, está diretamente relacionada à tensão nominal e ruptura; para aplicação da equação (3.a), é necessário conhecer a

área ou massa final da seção aplicada no projeto e a taxa de corrosão do aço (Figura 4). Uma vez que a corrosão atingindo uma massa final última a estrutura entrará em colapso, na seção transversal. Isto implicará necessariamente que a seção resistente passe do regime elástico para o plástico, ocasionando deformações demasiadamente grandes.

O material de aço imerso num ambiente natural, à temperatura de 25 C°, a princípio conserva suas propriedades mecânicas. Partindo deste instante a corrosão inicia a aceleração até 50 dias, como mostra o diagrama do aço ao carbono ASTM A36, depois uma desaceleração a um valor quase constante de saturação de óxidos na superfície, período este muito pequeno comparando com a longevidade do processo degradativo do material até o seu consumo, ocorrendo discreto acréscimo no último ponto com 1465 dias. Até os quatro primeiros meses a taxa de corrosão atinge praticamente o seu valor máximo para o ambiente estudado.

Com relação ao aspecto macroestrutural das soldas, as fotomicrografias das amostras dos grupos A e B, presentes na Figura 6, mostram as dimensões variáveis na geometria do cordão de solda, porém de bom aspecto e todos com penetração, evidenciando o reforço no verso da junta soldada.

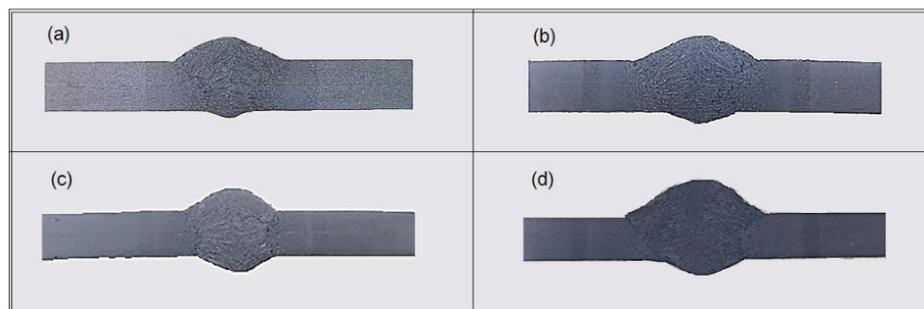


Figura 6 - Fotomicrográficas das juntas soldadas nos diferentes conjuntos de amostras de metal de base com metal de solda; (a) no aço ASTM A36 com arame-eletrodo AWS ER70S-6 (conjunto A1), (b) no aço ASTM A36 com arame-eletrodo AWS ER70S-3 (A2), (c) no aço CSN Civil-300 com arame-eletrodo AWS ER70S-6 (B1) e (d) no aço CSN Civil-300 com arame-eletrodo AWS ER70S-3 (conjunto B2)

Além disso, a zona fundida observa-se que o tamanho da zona de fusão tem acentuada variação entre as soldas, com melhor contorno de linha de fusão definida para as condições de soldagem do grupo B. Assim, o grupo B exibiu um cordão de solda no formato cálice e para as amostras do grupo A evidenciou duas formas básicas de formato cálice e “finger”.

Em contrapartida o conjunto B1, apresentou um cordão de ótima simetria no eixo longitudinal da chapa e de boa convexidade dos reforços, tornando propícia a segurança por se tratar de único passe. Outras observações positivas para a junta soldada de topo são quanto ao ângulo da solda, contorno coerente dos reforços e isenção de mordedura.

No que concerne à ZTA, Figura 6, os quadros (b) e (d) mostram que as larguras

desta região são semelhantes e maiores que os utilizando o arame-eletrodo AWS ER70S-6, indicando que apesar de ser mantida a densidade de corrente constante pode ter havido introdução de energia maior nestas condições.

As diluições calculadas, de certo modo, evidenciam essa possível partição térmica entre as condições A e B, pois no caso das soldas com o arame-eletrodo AWS ER70S-3 um acréscimo no valor de 6%. Isto representou um aumento razoável no volume de cordão de solda depositado. Na Tabela 5, segue os valores da diluição.

<i>Conjunto de amostras</i>	<i>Diluição média (%)</i>
A1	42,3
A2	47,7
B1	44,9
B2	51,2

Tabela 5 - Diluição dos aços ao carbono ASTM A36 e CSN Civil-300

Com os resultados das medições de microdureza de cada grupo de amostra, o comportamento das medidas de microdureza está exposto na Figura 7, a qual representa a linhas dos valores médios de cada conjunto de amostras, passando pelo metal de base, zona termicamente afetada e zona de fusão.

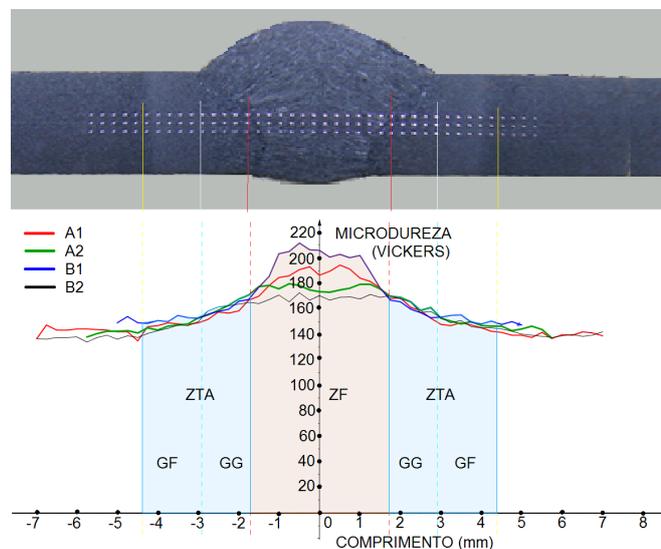


Figura 7 - Curvas da microdureza para os conjuntos A1, A2, B1 e B2

Os valores medidos apresentam a média dos valores dos corpos de provas.

Nos metais de solda, as diferenças foram pequenas, quando se compara com a média geral no grupo A, que abrange os conjuntos A1 e A2 onde o valor de 182 HV, enquanto para o Grupo B 185 HV, como também é possível visualizar. Os indícios destas pequenas variações nas medidas de microdureza mostram que o metal de base ASTM A36 tem participação na redução da microdureza no cordão de solda, quando diluído com os arame-eletrodos utilizados.

Na ZTA há uma taxa média coincidente com declínio de 12% na medida de microdureza, independente do aço e arame-eletrodo.

## 6 | CONCLUSÕES

A resistência à corrosão do aço CSN Civil-300 apresenta perda de massa três vezes menor que a do aço ASTM A36.

A taxa de corrosão do aço ASTM A36 é superior à do aço CSN Civil-300.

A menor perda de massa nas juntas soldadas ocorreu com a utilização do arame-eletrodo AWS ER70S-3, quando se compara a perda de massa com a peça soldada.

Os cordões de solda executados com o arame-eletrodo AWS ER70S-6 apresentaram os menores volumes depositados.

Conjunto B1 foi as soldas que mostraram as melhores configurações geométrica de cordão para fim de projeto.

As soldas, utilizando o arame-eletrodo AWS ER70S-6, demonstraram a submissão de menores efeitos térmicos na ZTA, ao contrário do AWS ER70S-3 que mostrou as maiores ZTAs.

## 7 | AGRADECIMENTOS

Ao Programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica da UNESP – Campus de Bauru – SP.

## REFERÊNCIAS

ABDULLAH, B., ISMAIL, S. AND HAFIZUDDIN, M. Investigation on corrosion rate of butt-joint in gas metal arc welding, flux core arc welding and submersible arc welding. **Jurnal Teknologi**, vol. 76, n. 6, 61-65, 2015.

ANTUNES, P. D. **Influência do metal de adição na susceptibilidade à corrosão sob tensão de juntas soldadas do aço inoxidável ferrítico AISI 444 em meios contendo cloreto de magnésio**. 2010. 124 f. Dissertação (Mestre em Ciências dos Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2010.

CHEN, Z.; et. al. Influence of welding sequence on welding deformation and residual stress of a stiffened plate structure. **Ocean Engineering**, v. 106, n. 1, p. 271280, 2015.

EROGLU M.; AKSOY M. Effect of initial grain size on microstructure and toughness of intercritical heat-affected zone of a low carbon steel. **Materials Science and Engineering**. v. A286, n. 1, p. 289-297, 2000.

JOSEPH O. O.; ALO F.I. an assessment of the microstructure and mechanical properties of 0.26% low carbon steel under different cooling media: analysis by oneway ANOVA. **Industrial Engineering Letters**, v. 4, n.7, p. , 2014.

MISHCHENKO, A.; CAIMACAN, D.; SCOTTI, A. Avaliação do uso de curto-circuito controlado em soldagens de passes de enchimento por MIG/MAG duplo arame. **Soldagem & Inspeção**. v.1, p. 16-27, 2015.

MONDAL B. K.; et. al. Microstructural characterization and fatigue performance evaluation of MIG-welded ship hull steel. **Steel Research International**. v. 83, n.3, p.

218-229, 2012.

MVOLA, B., et. al. Applications and benefits of adaptive pulsed GMAW. **Mechanika**, v. 1, n.1, p. 694-701, 2013.

MVOLA B.; et. al. Welding of dissimilar non-ferrous metals by GMAW processes. **International Journal of Mechanical and Materials Engineering**, v. 38, n. 1, p. 125137, 2014.

RIBEIRO, J. C. R. S. **Análise de tensões residuais e deformações em soldadura**. 2010. 71 f. Dissertação (Mestre em Engenharia da Soldadura) – Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2010.

SALIU OJO SEIDU, B. J. K. Effect of heat treatments on corrosion of welded lowcarbon steel in acid and salt environments. **Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering**, v.1, p. 95-100, 2013.

SEIDU, S. O. AND KUTELU, B. J. Effect of heat treatments on corrosion of welded low-carbon steel in acid and salt environments. **Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering**, vol. 1, 95-100, 2013.

SILVA, A. B.; ET AL. Inibidores de corrosão para meios de elevada salinidade.

**COPPE UFRJ**, vol. 1, n.1, 1-2, 2012.

VERGILIO, S. A. L. **Ligações em estruturas metálicas com ênfase em perfis formados a frio**. 2011. 157 f. Dissertação (Mestre em Engenharia Civil) - Faculdade de Engenharia de Bauru da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Ilha Solteira, 2011.

## ANÁLISE DO CICLO TÉRMICO DE UM AÇO DE ALTA RESISTÊNCIA BAIXA LIGA UTILIZANDO MÉTODO DIRETO E EQUAÇÕES DE SOLDAGEM

### **Thyálita Coêlho Moreira Mousinho**

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí - IFPI  
Teresina – Piauí

### **Thaís Spíndola Garcêz**

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí - IFPI  
Teresina – Piauí

### **José Francisco dos Reis Sobrinho**

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí - IFPI  
Teresina – Piauí

### **Nelson Guedes de Alcântara**

Universidade Federal de São Carlos – UFSCAR  
São Carlos – São Paulo

**RESUMO:** Um dos mais sérios defeitos relativos à soldabilidade de aços de alta resistência é a ocorrência de trincas induzidas pelo hidrogênio ou trincas a frio, que podem ocorrer tanto no Metal de Solda - MS quanto na Zona Afetada Termicamente - ZAT da junta soldada, à temperaturas abaixo de 200 °C. O controle do ciclo térmico durante a soldagem é importante para a obtenção de uma junta soldada isenta desse tipo de defeito. Os ciclos térmicos em juntas soldadas podem ser avaliados por métodos diretos, realizando medidas feitas diretamente na junta soldada ou

aplicando equações disponíveis na literatura, que foram obtidas empiricamente ou por regressão linear múltipla. O presente trabalho utiliza duas metodologias para a avaliação da susceptibilidade à formação de trincas a frio, o método direto, realizando medições, e o método da aplicação das equações de soldagem. Em seguida, uma análise comparativa dos dois métodos.

**PALAVRAS-CHAVE:** Aços de alta resistência, Método direto, Equações de soldagem.

**ABSTRACT:** One of the most serious defects on the weldability of high strength steels is the occurrence of cracks induced by hydrogen or cracks cold, which may occur in the weld metal - MS as in area affected Thermally - HAZ of the welded joint, at temperatures below 200 ° C. Control of the thermal cycle during welding it is important to obtain a welded joint free of this type of defect. The thermal cycles in welded joints can be assessed by simulation methods, with measures made directly to the welded joint or applying some equations available in the literature, which were obtained empirically or by multiple linear regression. This study utilizes two methods for assessing the susceptibility to the formation of cold cracks, the direct method by conducting measurement, and the method of application of welding equations. Then, comparative analysis of two methods.

## 1 | INTRODUÇÃO

Atualmente, os processos de soldagem constituem técnicas fundamentais na fabricação e manutenção de estruturas e equipamentos em escala industrial. As melhorias no controle e portabilidade do maquinário de execução agregaram rapidez e flexibilidade na união de peças por soldagem, representando economia e produtividade e consolidando este processo globalmente em diversos segmentos industriais.

Com o avanço tecnológico das últimas décadas houve a necessidade da fabricação de estruturas com alta resistência e diminuição do peso. As chapas feitas com aços avançados de alta resistência, por exemplo, são uma das principais respostas da siderurgia aos desafios impostos por seus clientes em sua busca por uma maior competitividade e atendimento às restrições ao consumo de energia e aos danos ao meio ambiente.

Um dos mais sérios defeitos relativos à soldabilidade de aços de alta resistência é a ocorrência de trincas induzidas pelo hidrogênio ou trincas a frio, que representam um dos maiores problemas na soldagem de aços de alta resistência. Estas trincas a frio podem ocorrer tanto no Metal de Solda - MS quanto na Zona Afetada Termicamente - ZAT da junta soldada, a temperaturas abaixo de 200°C, com faixa crítica de ocorrência em torno da temperatura ambiente. A ocorrência de trinca a frio também pode ser causada pela interação dos seguintes fatores: níveis de tensão, susceptibilidade da microestrutura, teor de hidrogênio difusível e a temperatura. E, todos esses fatores são influenciados pela taxa de resfriamento que ocorre na junta soldada. Manter o controle do ciclo térmico é essencial para a obtenção de uma junta soldada livre desse tipo de defeito.

Existem diferentes métodos para a avaliação da soldabilidade de aços de alta resistência e avaliação da susceptibilidade à formação de trincas a frio, neste trabalho utilizamos o método experimental e o método de aplicação das equações de soldagem, avaliando os resultados obtidos em cada método e fazendo uma análise comparativa entre eles.

A tecnologia da soldagem se caracteriza por um grande número de variáveis e parâmetros operacionais inter-relacionados de maneira quase sempre complexa, o que torna difícil o desenvolvimento de modelos matemáticos teóricos ou empíricos para processos ou produtos<sup>(1)</sup>. Muitas tentativas de modelamento têm sido feitas, mas com êxito limitado. Pode se encontrar na literatura um número bastante elevado de equações e ábacos bastante úteis na solução de problemas complexos ou mesmo no trabalho rotineiro dos profissionais da área de soldagem, que minimizam a necessidade de testes e ensaios, com economia de tempo e materiais<sup>(1)</sup>. Neste trabalho foi realizado o levantamento e a aplicação de algumas equações aplicáveis na avaliação

da velocidade de resfriamento e do tempo de resfriamento em amostras variando sua tensão, corrente e espessura da chapa e a temperatura de pré-aquecimento, avaliando sua confiabilidade e viabilidade na aplicação prática. E a comparação dos resultados obtidos através desse método com os resultados obtidos experimentalmente junta soldada pelo processo MAG em um aço de alta resistência.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Para a obtenção dos resultados experimentais, segundo o trabalho de Reis Sobrinho e Alcântara <sup>(2)</sup>, o processo de soldagem utilizado foi SAMG com energias de soldagem de 0,8 kJ/cm<sup>2</sup> e 1,3 kJ/cm<sup>2</sup> obtidas conforme tabela I, um sistema de análise térmica constituído de termopar, interface analógico/digital e um microcomputador, chapas de aço ASTM 514 com composição química e propriedades mecânicas ligeiramente variadas, nas espessuras de 0,83 e 1,6 mm.

Parâmetros de Soldagem					
H (J/cm)	e (cm)	T (°C)	Tensão (V)	Corrente (A)	Velocidade de Soldagem (mm/s)
8645	0,83	30	19,0 ± 0,7	182 ± 2,0	4,0
		100			
	1,6	30			
		100			
12187,5	0,83	30	26,0 ± 2,0	187,5 ± 12,0	4,0
		100			
	1,6	30			
		100			

Tabela I. Parâmetros de Soldagem

As equações utilizadas para a obtenção dos resultados referentes ao segundo método foram retiradas de um trabalho que faz um levantamento de todas as equações disponíveis na literatura<sup>(1)</sup>, sendo algumas destas utilizadas neste trabalho:

$$H = \frac{(V \cdot I)}{v} \quad (A)$$

Onde H é a energia de soldagem, em J/cm; V é a tensão de soldagem, em V; I é a corrente de soldagem, em A.

$$H_L = H \cdot \eta \quad (B)$$

Onde  $H_L$  é a energia líquida de soldagem, em J/cm; H é a energia de soldagem, em J/cm, e  $\eta$  é um fator adimensional de rendimento, que depende do processo, dos parâmetros de soldagem e de diversos outros aspectos, incluindo as propriedades

físicas dos materiais e a geometria das peças <sup>(3)</sup>. A Tabela II apresenta alguns valores para rendimento térmico.

Processo	$\eta$
Eletrodo Revestido	0,65 – 0,85
GMAW	0,65 – 0,85
GTAW (CC+)	0,50 – 0,80
GTAW (CA)	0,20 – 0,50
SAW	0,80 – 0,99
Oxi-gás	0,25 – 0,80

Tabela II. Valores típicos para  $\eta$  <sup>(4)</sup>

De modo geral,  $\eta$  varia com diversos parâmetros operacionais. Infelizmente, essas influências são difíceis de serem consideradas usualmente. Adicionalmente, os efeitos térmicos de um processo de soldagem também dependem das características do metal de base, da junta e da própria fonte de calor (densidade de energia). Assim,  $H$  ou  $H_L$  devem ser utilizados com cautela na comparação de processos de soldagem ou na avaliação de seus efeitos, uma vez que os valores reais podem ser significativamente diferentes dos valores estimados em uma dada situação, levando a erro nas previsões das consequências da soldagem na estrutura e/ou propriedades do material <sup>(1)</sup>. No presente trabalho utilizamos o valor intermediário de 0,75 para  $\eta$ , referente ao valor mediano para um processo GMAW, segundo a Tabela II.

A velocidade de resfriamento ( $R$ ) da junta soldada a uma dada temperatura ou o tempo de resfriamento ( $\Delta t$ ) entre duas temperaturas, geralmente 800 e 500 °C ( $\Delta t_{8/5}$ ) para aços, são características importantes do ciclo térmico de soldagem, pois influenciam fortemente a microestrutura, e podem ser estimados por:

$$R_g = \frac{2\pi k(T-T_0)^2}{H_L} \quad (C)$$

$$R_f = 2\pi k\rho C \left(\frac{h}{H_L}\right)^2 (T-T_0)^3 \quad (D)$$

$$(\Delta t_{8/5})_f = \frac{(H_L)^2}{2\pi k\rho C h^2} \left( \frac{1}{(500-T_0)^2} - \frac{1}{(800-T_0)^2} \right) \quad (E)$$

Onde  $k$  é a condutividade térmica do material, em  $J/(cm \cdot s \cdot ^\circ C)$ ,  $T$  e  $T_0$  são, respectivamente, a temperatura ( $^\circ C$ ) na qual se quer estimar a velocidade de resfriamento e a temperatura inicial da chapa,  $\rho$  é a densidade do material, em  $g/cm^3$ ;  $C$  é o calor específico do material, em  $J/(g \cdot ^\circ C)$  e  $h$  é a espessura da peça, em mm. O subscrito “f” se aplica à soldagem de chapas “finas”, isto é, com passe de penetração total e fonte de calor linear, fluxo de calor bidimensional <sup>(5,6)</sup>. As equações

(C) e (D) foram obtidas estritamente para o eixo central da solda, embora, segundo o trabalho do prof. Sérgio do Carvalho Perdigão<sup>(7)</sup>, possam ser consideradas, para aços estruturais, em regiões da solda em que a temperatura de pico do ciclo térmico é superior a 1000°C.

A Tabela III mostra valores típicos de  $k$ ,  $\rho$  e  $C$  para um aço carbono e esses valores foram os utilizados na aplicação das equações de soldagem.

Material	$k$ (J/cm.s.°C)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	$C$ (J/(g °C))
Aço Carbono	0,54	7,83	0,46

Tabela III. Valores típicos para  $k$ ,  $\rho$ ,  $C$

A espessura crítica, que distingue entre as condições de resfriamento de “chapa fina” e chapa grossa, pode ser estimada, para a velocidade de resfriamento, por<sup>(3)</sup>:

$$h_c = \sqrt{\frac{H_L}{\rho C (T - T_0)}} \quad (F)$$

Para o tempo de resfriamento, a espessura crítica é dada por(9):

$$(h_c)_{T_1/T_2} = \sqrt{\frac{H_L}{2\rho C} \left( \frac{1}{T_2 - T_0} + \frac{1}{T_1 - T_0} \right)} \quad (G)$$

A American Welding Society, AWS<sup>(3)</sup> recomenda que a equação para velocidade de resfriamento em chapa fina, equação (D), seja aplicada para  $h/h_c < 0,6$  e a equação para chapa grossa, equação (C), com  $h/h_c > 0,9$ . Para valores de  $h/h_c$  entre 0,6 e 0,9, a AWS recomenda considerar que a velocidade de resfriamento tenha um valor intermediário entre obtidos pelas equações dos dois regimes de escoamento de calor. Para o tempo de resfriamento entre 800 e 500°C, a equação (E) é aplicável para valores  $h/(h_c)_{T_1/T_2} < 1$  <sup>(8)</sup>.

Outra temperatura importante é a temperatura máxima (temperatura de pico) atingida em um ponto da junta durante a deposição de um cordão de solda, que pode ser útil, por exemplo, para estimar a extensão da zona termicamente afetada (ZTA). Para a condição de resfriamento de chapa fina (f), essa temperatura pode ser calculada por <sup>(9)</sup>:

$$\frac{1}{T_p - T_0} = \frac{0,0413 \rho C h y}{H_L} + \frac{1}{T_f - T_0} \quad (H)$$

Onde  $T_p$  é a temperatura máxima ou de pico, em °C, que se deseja estimar;  $y$  é a distância da região de interesse à linha de fusão, em mm. Nos resultamos

experimentais a linha de fusão teve uma espessura de 0,038 cm, sendo 0,019 cm o centro da linha de fusão. Para a medida “y” foi utilizado 0,05 cm até o centro da linha de fusão, resultando em 0,069 cm;  $T_f$  é a temperatura de fusão do material, em °C, que corresponde a 1410 °C. E os demais termos têm os mesmos significado e unidades já descritos.

Para todos os resultados utilizamos arredondamento em duas casas decimais.

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Velocidade de Resfriamento (°C/s)

Esse parâmetro é importante na determinação da microestrutura dos aços estruturais comuns, que podem sofrer transformações de fase durante o resfriamento.

Para a escolha da equação adequada para calcular a velocidade de resfriamento, é necessário calcular a razão entre a espessura da chapa ( $h$ ) e a sua espessura crítica ( $h_c$ ), de modo que ( $h_c$ ) seja definida pela equação (F). Após a classificação, foi utilizada a equação (C) para as chapas grossa e (D) para chapas fina.

HI	To	H	Hc	h/hc	Classificação	Velocidade de resfriamento(°C/s)
6483,75	30	0,83	1,60	0,52	CHAPA FINA	68,69
		1,6	1,60	1	CHAPA GROSSA	256,42
	100	0,83	1,69	0,49	CHAPA FINA	50,07
		1,6	1,69	0,95	CHAPA GROSSA	207,70
9140,63	30	0,83	1,90	0,44	CHAPA FINA	34,56
		1,6	1,90	0,84	-	155,16
	100	0,83	2,01	0,41	CHAPA FINA	25,20
		1,6	2,01	0,80	-	120,48

Tabela IV. Classificação da chapa e velocidade de resfriamento

Não foi possível classificar como chapa fina ou grossa a junta soldada com  $HI=9140,63$  e espessura  $h=1,6$  cm, pois a razão entre a espessura e a espessura crítica igual a  $h/h_c=0,69$  encontra-se fora do intervalo de classificação. A literatura sugere, para esse caso, calcular a velocidade considerando como chapa fina e como chapa grossa, e utilizar a velocidade média calculada para os dois casos.

Segundo Reis Sobrinho<sup>(2)</sup>, a susceptibilidade a formação de trincas induzidas pelo hidrogênio é diretamente proporcional à velocidade de resfriamento, pois durante o

resfriamento há a formação de uma microestrutura ferrítica com regiões de martensita, ou uma bainita grosseira. Porém, se o resfriamento for lento, afetará adversamente a resistência e a tenacidade da região. A junta soldada à HI=6483,75, To=100°C, h=1,6 cm e classificada como chapa grossa, foi a amostra que apresentou maior velocidade de resfriamento.

### 3.2 Tempo de resfriamento (s)

Outra equação é utilizada para a classificação da chapa, quanto a sua espessura, para a escolha da equação adequada para calcular o tempo de resfriamento. A equação (G) aplicada variando a energia líquida de soldagem e a temperatura de aquecimento, mostrou que todas as amostras foram classificadas como chapa fina, pois a razão entre a espessura e a espessura crítica foi menor que 1 para todos os casos.

H	HI	To	h	hc	h/hc	Classificação
8645	6483,75	30	0,83	1,62	0,51	CHAPA FINA
			1,6	1,62	0,98	CHAPA FINA
		100	0,83	1,74	0,48	CHAPA FINA
			1,6	1,74	0,92	CHAPA FINA
12187,5	9140,63	30	0,83	1,92	0,52	CHAPA FINA
			1,6	1,92	0,83	CHAPA FINA
		100	0,83	2,06	0,40	CHAPA FINA
			1,6	2,06	0,78	CHAPA FINA

Tabela V. Classificação da chapa para tempo de resfriamento

Após a classificação da chapa e aplicada a equação (E) para obtenção do tempo de resfriamento, foram encontrados os seguintes resultados:

Tempo de resfriamento calculado(°C/s)	Tempo de resfriamento medido(°C/s)
14,18	9,8
3,82	2,57
21,02	16,1
5,65	4,8
28,19	13,3
7,59	3,91
41,77	22,1
11,24	9

Tabela VI. Tempo de resfriamento calculado e medido

Numa análise comparativa entre os resultados de tempo de resfriamento obtidos experimentalmente, fazendo medições diretas utilizando o termopar, e os resultados obtidos aplicando a equação para tempo de resfriamento de chapas finas (D), verifica-

se a presença de aproximações e, em alguns casos, discordâncias mais consideráveis.

### 3.3 Temperatura de pico

A temperatura de pico é a variável que define os efeitos metalúrgicos provocados na junta soldada, principalmente no que diz respeito à granulometria.

Para o cálculo da temperatura de pico, foi utilizada a equação (H), variando a temperatura de pré-aquecimento e a energia líquida de soldagem.

HI(J/cm)	h(cm)	To(°C)	Tp (°C)
6483,75	0,83	30	1407,50
		100	1407,75
	1,6	30	1405,19
		100	1405,67
9140,63	0,83	30	1408,23
		100	1408,40
	1,6	30	1406,92
		100	1406,59

Tabela VII. Temperatura de pico

Os valores de temperatura de pico obtidos aplicando a equação (H) variaram de 1405,19 a 1408,40 °C valores aproximados ao encontrado utilizando medição direta durante a soldagem, que foi de 1485 °C. Apesar da pequena diferença entre os resultados, isso não afetará na microestrutura resultante, pois todas temperaturas de pico foram maiores do que a temperatura de fusão e da temperatura de transformação do aço.

## 4 | CONCLUSÃO

Os resultados obtidos a partir da aplicação das equações de soldagem apresentaram resultados discordantes aos obtidos experimentalmente, principalmente em relação ao tempo de resfriamento. Já para a definição da temperatura de pico, apesar da diferença apresentada entre os resultados experimentais e calculados, não afeta adversamente no tipo da microestrutura resultante, porém afeta quantitativamente os constituintes. A diferença nos resultados pode ser dada, pois as equações não levam em consideração algumas diferenças muitas vezes relevantes, como a geometria do metal de base e algumas propriedades físicas do aço a ser soldado, além dos erros oriundos da própria elaboração das equações, que foram deduzidas analiticamente.

## REFERÊNCIAS

- ADAMS Jr, C. M. **Cooling Rates and Peak Temperatures in Fusion Welding**. Welding Journal, May, 1958. pp.210s-215s.
- AMERICAN WELDING SOCIETY, **Welding Handbook – Welding Technology**. Miami: AWS, 2001. v. I. Caps 1 e 7. 9th ed.
- ARAÚJO, C. L. D. **A Study of Coarse Grain Heat Affected Zone of Accelerated Cooled Structural Steels**. Cranfield Institute of Technology, PhD Thesis. Cranfield: 1990. pp.19-20.
- KOU, S. **Welding Metallurgy**. New York: John Willey & Sons, 2003. 2ed. p.33.
- MACHADO, I. G., **Condução de Calor na Soldagem: Fundamentos & Aplicações**, Imprensa Livre Editora, Porto Alegre, 200, 119p.
- MARQUES, P.V.; MODENESI, P.J. **Algumas equações úteis em soldagem. Soldagem e Inspeção** (Impresso), Vol. 19 (1), p. 91-102, 2014.
- MODENESI, P. J., MARQUES, P. V., SANTOS, D. B. **Introdução à Metalurgia da Soldagem**. Belo Horizonte: UFMG, 2012. Capítulo 3. Disponível em: <http://demet.eng.ufmg.br/wp-content/uploads/2012/10/metalurgia.pdf> Acessado em: 20/12/2013.
- PERDIGÃO, S. C., **Ciclos térmicos de soldagem**, Metalurgia ABM, 38 (295), Jun. 1982, pp.349-353.
- REIS SOBRINHO, J. F., ALCÂNTARA, N. G.; **Influência Dos Parâmetros de Soldagem na Microestrutura da Zona Afetada Termicamente - Zat da Junta Soldada de um Aço de Alta Resistência**, João Pessoa, 2007.

## MICROFURAÇÃO COM LASER PULSADO ND:YAG EM CHAPAS DE AÇO INOXIDÁVEL AISI 316L

### **Dair Ferreira Salgado Junior**

Instituto Federal De Mato Grosso - Campus  
Primavera Do Leste  
Primavera Do Leste - MT

### **Vicente Afonso Ventrella**

Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – FEIS  
– UNESP

Ilha Solteira - SP

### **Juno Gallego**

Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – FEIS  
– UNESP

Ilha Solteira - SP

**RESUMO:** A evolução do processo de furação nos trouxe ao desenvolvimento do método de furação por laser pulsado, mas não temos definido o que a variação de cada parâmetro produz nos microfuros em relação à qualidade dos mesmos medidos com base em seu formato. O presente estudo observou como variações na potência de pico, largura temporal do pulso e existência ou não de atmosfera protetora podem mudar os tamanhos, formatos e profundidades em microfuros. Produziram-se combinações dos parâmetros que foram usadas para obter furos em chapas de aço AISI 316L com 1 mm de espessura com o uso de uma fonte de laser pulsado Nd:YAG e analisar as propriedades em cada combinação, tais como diâmetros de entrada e de saída, profundidades, conicidade

e formatos observados em estereomicroscópio e microscópio eletrônico de varredura, como também possíveis mudanças na composição do material.

**PALAVRAS-CHAVE:** Microfuro, Laser, Nd:YAG, AISI 316L, Potência de Pico, Largura temporal.

**ABSTRACT:** The evolution of the drilling process has brought us to the development of the pulsed laser drilling method, but we have not defined what the variation of each parameter produces in the micro holes in relation to the quality of the same ones measured based on their format. The present study observed how variations in peak power, temporal pulse width and the existence or absence of protective atmosphere can change the sizes, shapes and depths in micro holes. Combinations of the parameters that were used to obtain holes in 1 mm thick AISI 316L steel plates were made using an Nd: YAG pulsed laser source and analyzing the properties in each combination, such as inlet and outlet diameters exit, depth, conicity and shapes observed in stereomicroscope and scanning electron microscope, as well as possible changes in the composition of the material.

**KEYWORDS:** Micro Hole, Laser, Nd: YAG, AISI 316L, Peak Power, Time Width.

## 1 | INTRODUÇÃO

O processo de furação é uma das operações de usinagem mais antigas, embora tenha evoluído muito no decorrer de milênios ele não consegue superar barreiras como as altíssimas rotações necessárias para alcançar as velocidades de corte em micro furos, dificuldade de furação de ligas endurecidas, superfícies não planas ou fora da direção normal. A furação a laser não enxerga tais barreiras para a execução de furos com diâmetros que variam de  $5\ \mu\text{m}$  a 1 mm com razões de aspecto de 1:200. Geralmente a operação é realizada com um único pulso ou uma sequência de pulsos curtos, com potências de pico que chegam a 50kW (Arrizubieta, 2013).

A combinação de energia e duração do pulso influencia o mecanismo de remoção, pulsos ultracurtos (menores que 100 fs) e altas densidades energéticas (maiores que  $10^{16}\ \text{W/cm}^2$ ) o material é removido por ablação fria. Já com pulso longos (maiores que 100 $\mu\text{s}$ ) e densidades energéticas baixas (menores que  $10^7\ \text{W/cm}^2$ ) o material é removido por expulsão do fundido, este procedimento é o mais usado na indústria (Schulz, 2013).

Um laser pulsado Nd:YAG produz radiação infravermelha de alta intensidade com comprimento de onda de  $1,06\ \mu\text{m}$ , com potências de saída compreendida entre 500 e 12.000 W. Devido ao seu comprimento de onda curto (comparado com lasers de  $\text{CO}_2$ ) permite o processamento de materiais altamente refletivos com menos potência do laser (Bagger, 2001).

O Nd:YAG (granada de ítrio e alumínio dopado com neodímio;  $\text{Nd:Y}_3\text{A}_{15}\text{O}_{12}$ ) é um cristal que é utilizado como gerador de lasers de estado sólido. É o íon de neodímio, que fornece a propriedade de emissão de laser no cristal, como o íon de cromo vermelho em lasers de rubi (Koechner, 1988).

A operação do laser de Nd:YAG foi demonstrado pela primeira vez por J.E. Geusic no Bell Laboratories em 1964.

Normalmente a indústria usa parâmetros dos fabricantes do equipamento para executar o processo sem ao menos saber o que cada parâmetro influencia individualmente na qualidade do furo, tais como, circularidade, conicidade e rugosidade do furo, ou se a quantidade de pulso é realmente adequada à espessura do material.

## 2 | MICROFURAÇÃO A LASER

Há vantagens da utilização de laser para perfuração, as mais importantes são: os furos são localizados com precisão, grande proporção de aspecto e diâmetros de orifícios muito pequenos são alcançados, variedade de materiais pode ser perfurada, a perfuração é muito rápida, os furos podem ser perfurados em ângulos de entrada difíceis, o processo pode ser automatizado, o custo de funcionamento é baixo e sem o desgaste da ferramenta e a ruptura, tornando-se uma alternativa barata para a perfuração em relação a processos como WEDM, brochamento ou outros métodos

destrutivos de perfuração populares. Há algumas limitações, tais como: alto custo do equipamento, alguns defeitos, um furo cego de profundidade precisa é difícil de produzir, a espessura é restrita, o material aderente deve ser removido, a qualidade do furo é determinada por características geométricas: o diâmetro do furo, conicidade, relação de aspecto, e circularidade; e características metalúrgicas: ZTA (zona termicamente afetada), camada ressolidificada, respingos e as microfissuras (Bharatish, 2013; Petronić, 2010).

Perfuração a laser pulsado progrediu notavelmente ao longo dos anos para tornar-se uma ferramenta essencial para a perfuração de microfuros em muitos componentes utilizados nas indústrias tecnologicamente avançadas. O mecanismo básico de remoção de material na perfuração a laser baseia-se na absorção de energia laser a partir de uma série de pulsos de laser no mesmo local. O material é fundido e ejetado para formar um furo. A utilização de laser para micro perfurações ou a micro usinagem na indústria de fabricação pode ser atribuída várias vantagens tais como uma elevada taxa de produção, aplicável a ambos os materiais condutores e não condutores, nenhum dano ou desgaste da ferramenta mecânica, devido ao processamento sem contato, aumento de qualidade do produto, baixo desperdício de material, baixo custo de produção, pequena zona termicamente afetada (ZTA), e tecnologia ecologicamente limpa (Biswas, 2010).

Hoje em dia, o processo é o preferido em muitos setores como maquinaria pesada, na indústria aeronáutica para a fabricação de componentes de turbinas de gás, como microfuros nas lâminas de ligas à base de níquel para o resfriamento, para componentes médicos de aço inoxidável remoção seletiva de camadas superficiais como a ablação dos óxidos condutores transparentes na produção de células solares, sem desgaste da ferramenta, alta flexibilidade e elevada taxa de usinagem. É amplamente aplicado na perfuração de placas de circuitos impressos, de coberturas de diamante depositados por vapor químico, embalagem microeletrônica e diodos super-luminescentes (Arrizubieta, 2013; Bharatish, 2013; Tongyu, 2008; Rajesh, 2015; Döring, 2013).

### **3 | MATERIAIS E MÉTODOS**

Foi utilizado um laser pulsado Nd:YAG com uma potência máxima de 7 kW guiado por fibra óptica, com uma câmera instalada junto ao cabeçote para posicionamento adequado do laser e um bico de gás para a expulsão do material.



Figura 1 – Sistema laser Nd:YAG pulsado, modelo UW-150A United Winners, montado no Laboratório de Soldagem

Fez-se uso de um estereoscópio integrado a um sistema de captura de imagem e aquisição de dimensões para obtenção dos diâmetros de entrada e saída, e área dos furos. Os corpos de prova foram apoiados em uma mesa que possui um fuso para deslocamento horizontal da mesma. O metal utilizado no estudo foi o aço inoxidável AISI 316L na forma de chapas com 1 mm de espessura. Foram confeccionados corpos de prova na dimensão 22 mm por 100 mm.

Como a potência de pico e a largura temporal foram ajustadas como no Quadro 1.

Potência (kW)	1	2	3	4	5	6	7	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5	5,5	6	7
Largura (ms)	1	1	1	1	1	1	1	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Energia (J)	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14

Quadro 1 – Ajustes selecionados para potência de pico e largura temporal

Para cada combinação fizeram-se 10 disparos com e sem atmosfera protetora com argônio a uma vazão de 22 l/min.. Após a execução dos disparos os corpos de prova foram levados ao estereoscópio e foram medidos seus diâmetros de entrada e de saída quando existiam medidos na direção de laminação e na transversal a mesma.

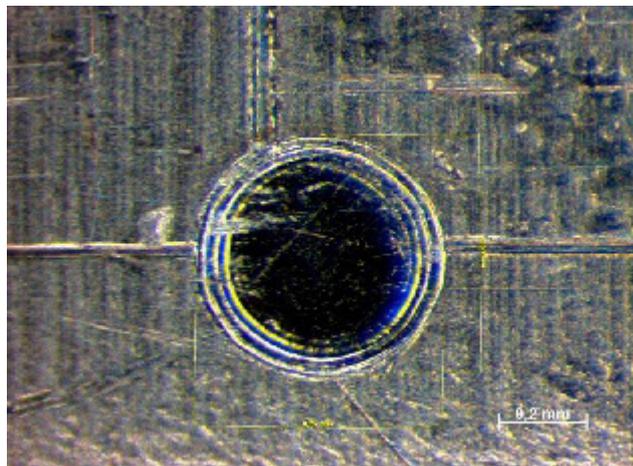


Figura 2 – Medição do diâmetro de entrada do disparo

Em seguida as medições os corpos de prova tiveram seus lados de disparos lixados para identificar quais disparos obtiveram alguma profundidade e quais apenas fundiram a superfície.

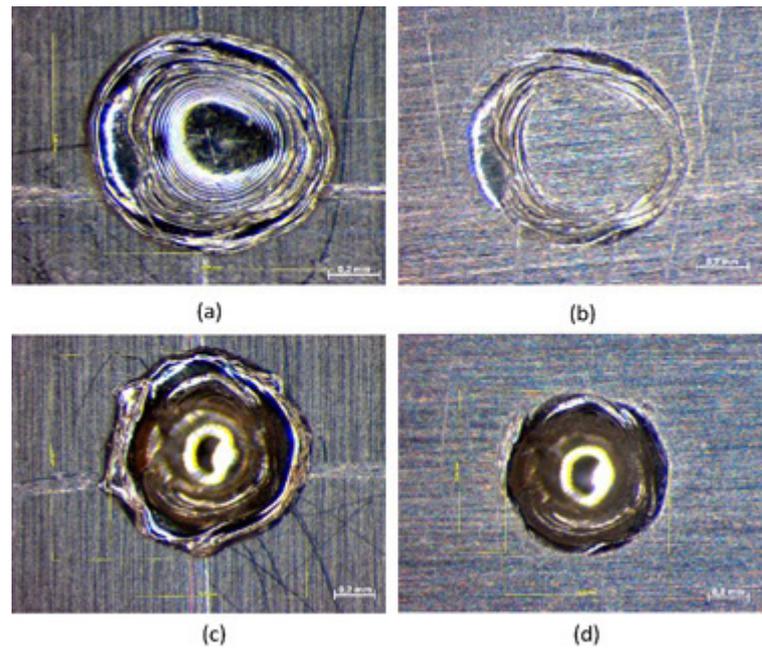


Figura 3 – Comparação antes e após lixamento, (a) e (b) 3 kW 1 ms com atmosfera protetora não obteve profundidade, (c) e (d) 7 kW 1 ms com atmosfera protetora

A etapa seguinte é a medição dos novos diâmetros e áreas de entrada para termos as dimensões sem influência do metal expulso. Para podermos analisar o perfil dos furos que efetivamente apresentaram profundidade os corpos de prova foram cortados na direção da espessura por um processo de eletroerosão a fio.

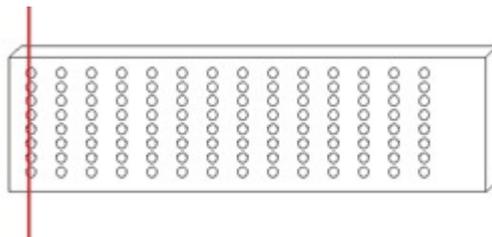


Figura 4 – Corte dos corpos de prova por eletroerosão a fio

Os corpos de prova foram embutidos em baquelite e lixados manualmente, tendo suas dimensões acompanhadas com o uso de um paquímetro para atingir a dimensão requerida.

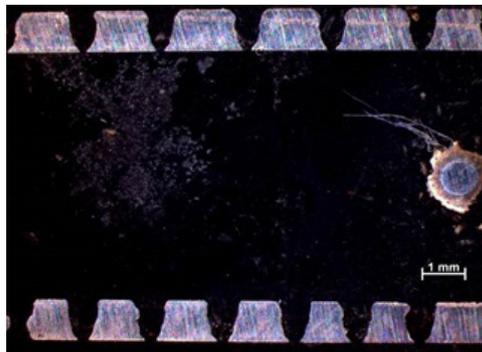


Figura 5 – Corpos de prova após embutimento e lixamento

Com isso pode-se comparar os formatos e profundidades para cada condição.

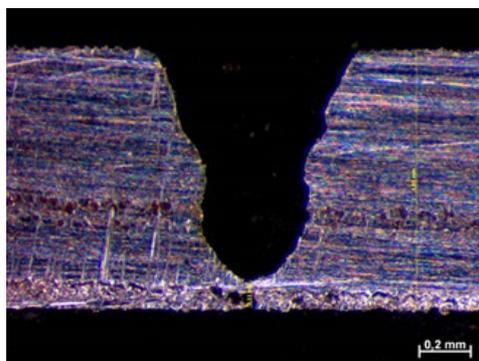


Figura 6 – Medida de profundidade do furo

Após a medição da profundidade as peças foram polidas e atacadas com o regente Vilella para podermos identificar a camada ressolidificada podendo assim medir sua espessura. Em seguida as amostras foram retiradas do embutimento de baquelite e observadas em um microscópio eletrônico de varredura para visualização da topologia dos furos e análise da composição química do metal base e do metal ressolidificado.

#### 4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 7 compara os diâmetros médios de entrada antes do lixamento para as diferentes condições para largura temporal de 2 milissegundos.

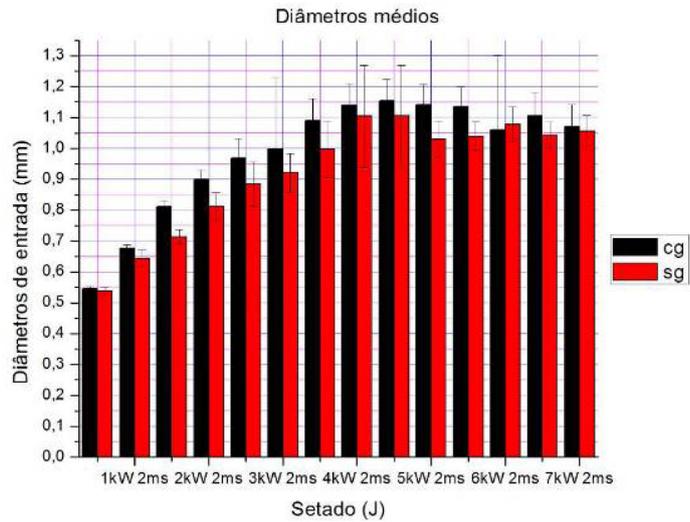


Figura 7 – Comparação de condições para 2ms

Nota-se que apenas na condição de potência de pico de 6 kW obteve-se um diâmetro maior sem atmosfera protetora.

A partir da energia de saída medida e considerando áreas circulares calculadas usando o diâmetro médio temos a relação área e energia de pulso.

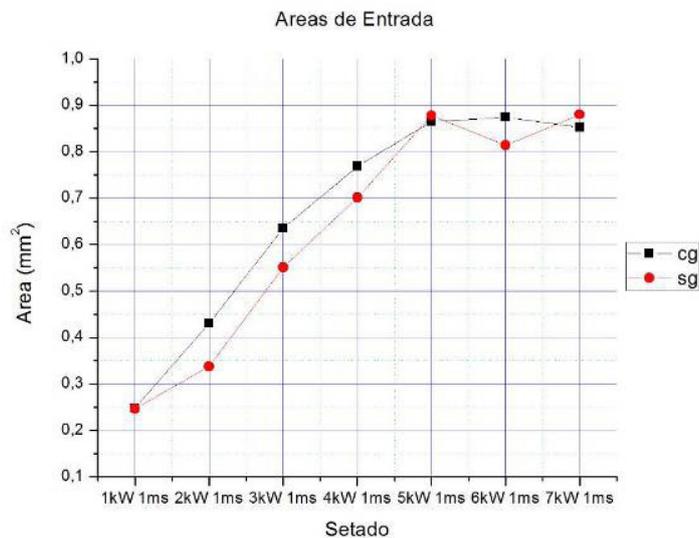


Figura 8 – Comportamento da área em relação a energia do pulso de 1ms

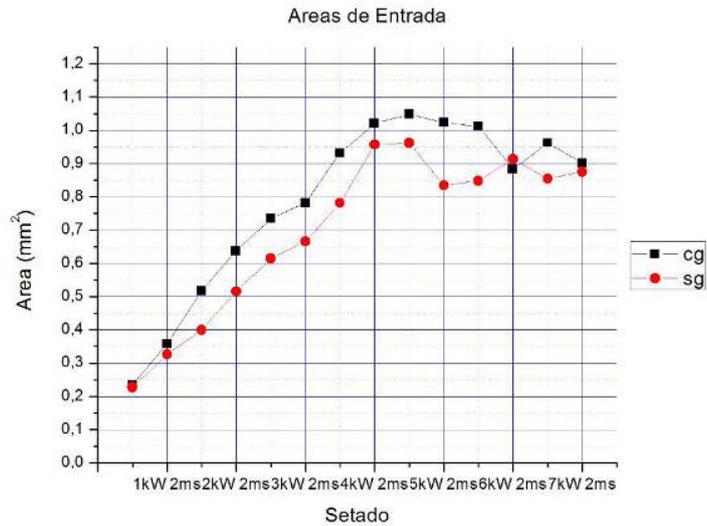


Figura 9 – Comportamento da área em relação a energia do pulso de 2ms

Pode-se ver na Figura 8 que há um aumento da área com aumento da energia até aproximadamente 4,5J, o que foi mostrado no trabalho de Tongyu<sup>(24)</sup>, após esse ponto ocorre uma inversão do fenômeno, na Figura 9 isso ocorre com 8,6J aproximadamente, Rajesh<sup>(25)</sup>, em seu trabalho com aço inoxidável austenítico onde também houve uma diminuição dos diâmetros de entrada com o aumento da corrente da lâmpada, ou seja, da energia do processo com consequente diminuição da área do furo. Note ainda que houve diferença nos diâmetros na direção de laminação e na direção transversal a laminação como mostra a Figura 10.

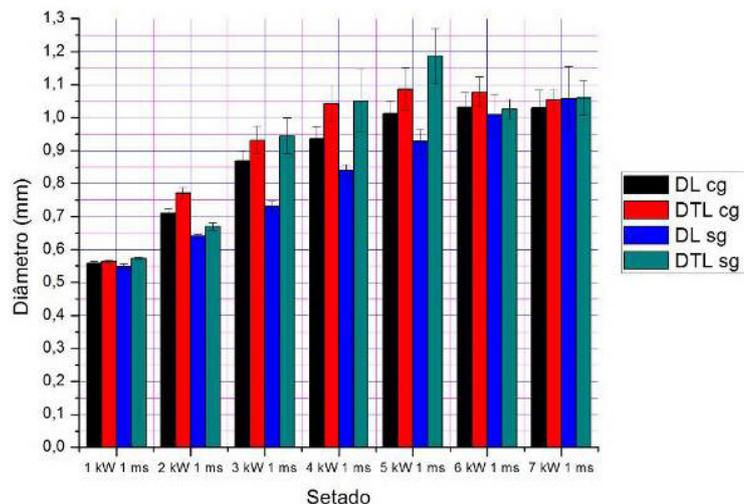


Figura 10 – Comparativos de diâmetros na direção e transversal a laminação 1ms

Além disso a diferença dos diâmetros, ou a perda de circularidade aumenta com o aumento da energia do processo o que já havia sido demonstrado por Biswas<sup>(27)</sup> em seu estudo.

Quando verificamos as saídas dos furos vemos que apenas seis condições alcançaram 1 mm de profundidade e que o diâmetro de saída aumenta com a quantidade da energia do processo, exatamente o contrário do que foi mostrado por Rajesh<sup>(25)</sup>, onde o diâmetro de saída diminuiu com o aumento da energia, e que processos sem atmosfera protetora apresentam diâmetros de saída maiores.

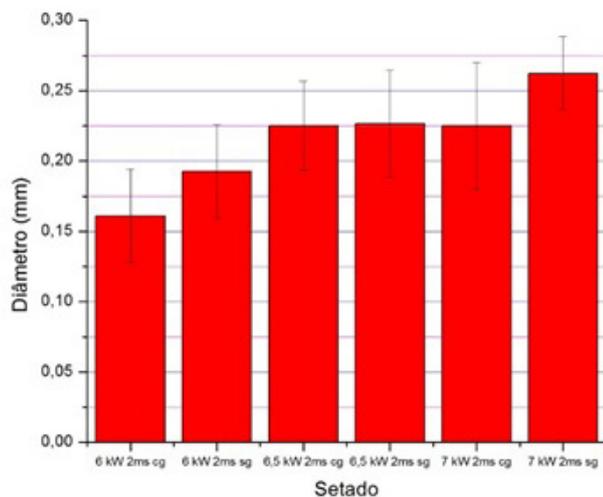


Figura 11 – Diâmetros de saída

Com o aumento da energia de processo a saída do furo vai perdendo seu formato circular e começa a ter expulsão de material fundido na saída.

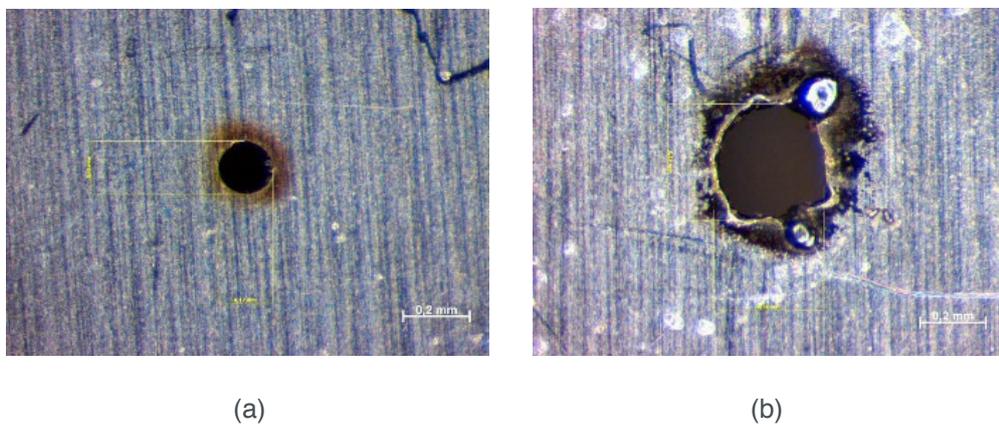


Figura 12 – (a) Saída 6kW 2ms cg, (b) Saída 7kW 2ms sg

A Figura 12 (b) mostra que a expulsão de metal é maior em processos sem atmosfera protetora, o que pode ser inconveniente quando a superfície de saída não pode ser retrabalhada como em bicos aspersores. A conicidade foi calculada a partir dos diâmetros de entrada e saída e da espessura da chapa, quanto mais próximo de 90 graus menos cônico é o furo, quanto mais próximo de zero mais cônico é o furo, a Figura 14 mostra a conicidade obtida em cada condição que produziu furos passantes.

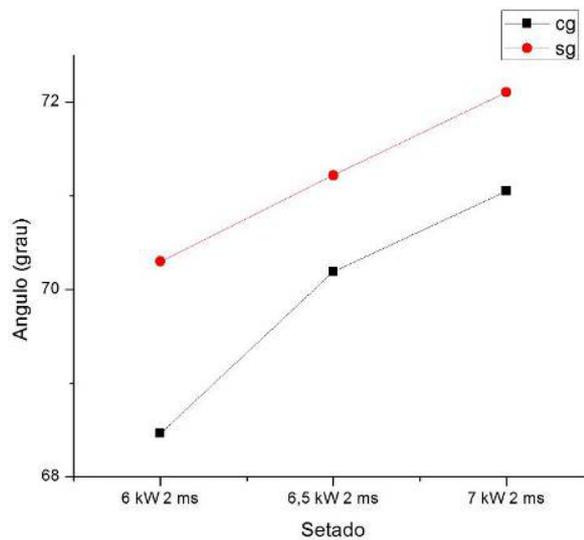


Figura 14 – Conicidade

Vemos que com o aumento da energia do processo a conicidade diminui, pois, os diâmetros de saída aumentam como visto na Figura 11, enquanto os diâmetros de entrada se estabilizam como mostrado na Figura 7, portanto a conicidade só reduziu porque o diâmetro de saída aumentou o que não é desejável quando se produz micro furos.

Ao analisarmos os perfis dos furos após serem expostos ao reagente Vilella pudemos identificar o material ressolidificado e medir sua espessura, notamos um comportamento semelhante em todas as condições apresentando uma espessura próxima a zero na saída dos furos passantes e aumentando sua espessura ao aproximar da entrada chegando a 0,06 mm que está apresentada na Figura 15 (a). Nos furos “cegos” da chapa a camada ressolidificada apresentou uma espessura de 0,03 mm na parte mais baixa reduzindo rapidamente para 0,01 mm e aumentando sua espessura novamente na direção da entrada do furo como vemos na Figura 15 (b).

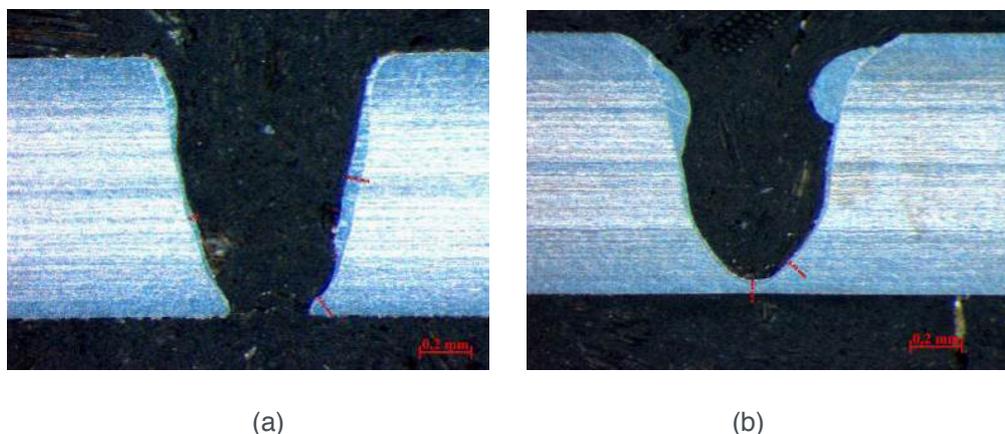
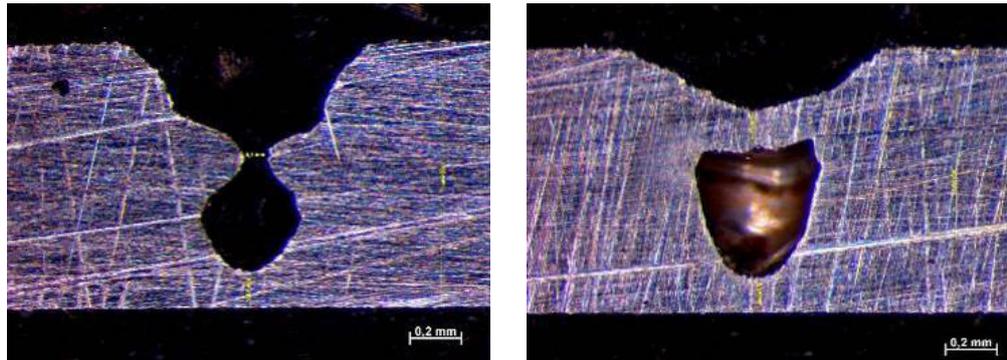


Figura 15 – (a)Perfil de furo passante e (b) cego após ataque químico

Ao observarmos os perfis dos furos identificamos um empescoçamento, que é uma redução do diâmetro do furo aproximadamente na sua altura média ou mesmo o fechamento completo do furo nessa altura demonstrado nas Figura 16.

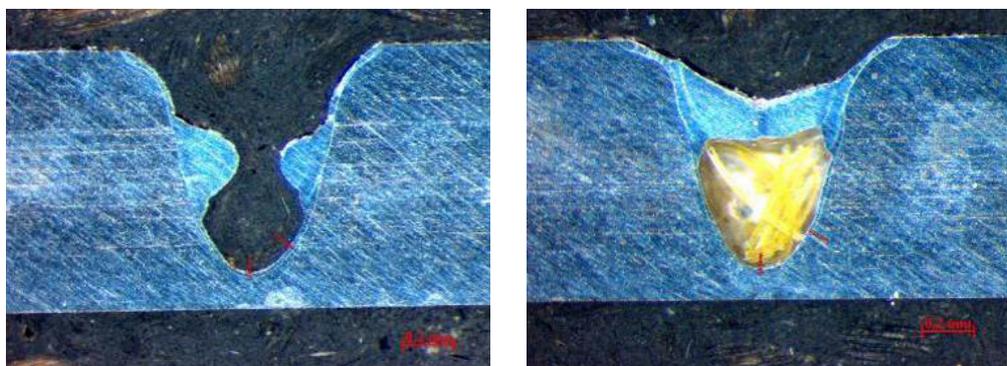


(a)

(b)

Figura 16 – (a)Empescoçamento e (b)fechamento total do furo

Depois do ataque com Vilella vemos que o empescoçamento e o fechamento dos furos é causado pelo material ressolidificado, acredita-se que a vaporização/ sublimação do material ocorra na região mais profunda do furo causando uma grande expansão expulsando a parte fundida que retorna para o furo, o que explica o empescoçamento e a maior espessura do material na entrada do furo, as Figura 17 mostra esse efeito.



(a)

(b)

Figura 17 – Empescoçamento após ataque

Com o uso do MEV (microscópio eletrônico de varredura) observamos melhor os efeitos da largura temporal e uso ou não de atmosfera protetora, a Figura 18 (a) que a marca do pulso com atmosfera protetora apresenta relevo mais suave do que o pulso sem visto na Figura 18 (b) que apresenta no centro o que aparenta ser o início da expulsão de fundido.

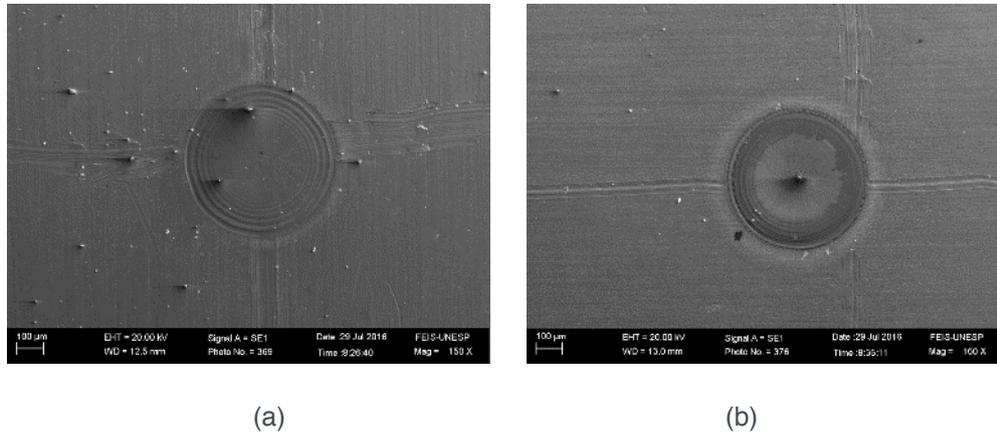


Figura 18 – Superfície após pulso de (a) 1kW 1ms cg e (b) 1kW 1ms sg

A Figura 19 nos mostra que o aumento a largura temporal, mas com a mesma energia do processo, os pulsos causaram menos efeito na superfície mantendo o mesmo comportamento com relação à atmosfera protetora.

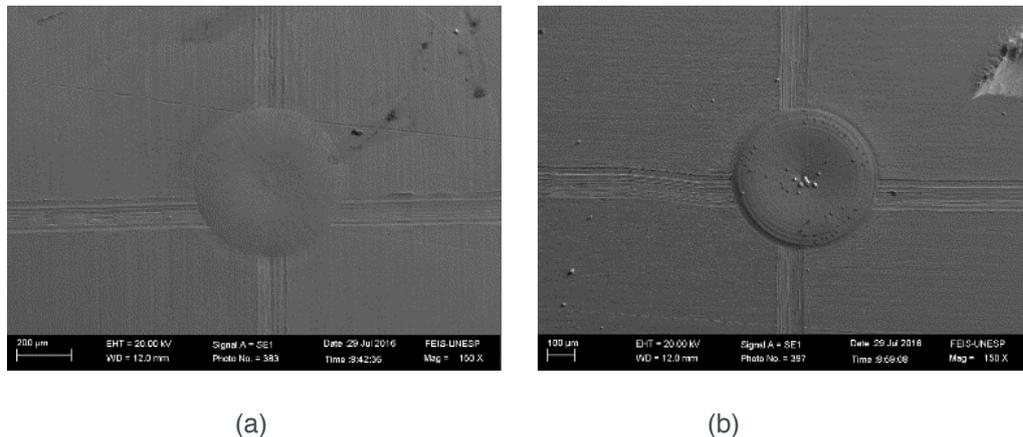


Figura 19 – Superfície após pulso de (a) 0,5kW 2ms cg e (b) 0,5kW 2ms sg

Esse menor efeito quando empregada em atmosfera protetora provavelmente ocorre porque o argônio também é um meio ativo para produção de laser possuindo bandas de absorção de radiação e por não haver realimentação do sistema ele não produz a ampliação somente a absorção reduzindo assim a potência do laser.

As imagens do MEV dos perfis nos furos nos mostram que baixa rugosidade não é algo que pode ser esperado no processo de micro furação a laser a Figura 20 exhibe mudanças muito grande no relevo do furo indicando uma rugosidade alta no interior no furo, além disso podemos ver o escoamento de material da região da entrada do furo para o fundo reforçando a ideia que a vaporização/sublimação ocorre abaixo da superfície expulsando o material e parte retorna para o interior do furo fazendo com que a espessura de material ressolidificado seja maior na entrada do furo e reduzindo em direção à saída. A Figura 21 ratifica essa ideia pois mostra o material expulsa com ondas de escoamento em direção a parte interna do furo.

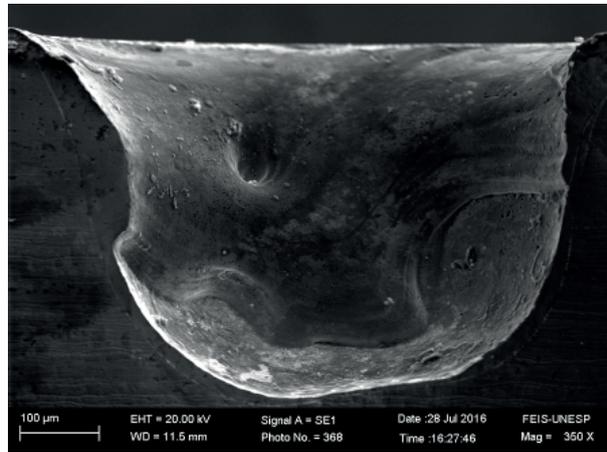


Figura 20 – Perfil do furo

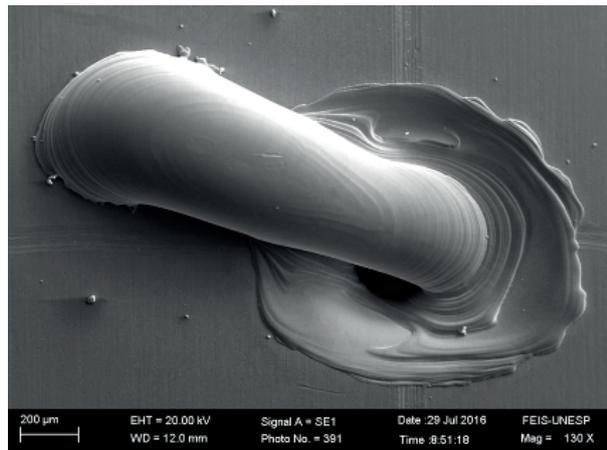


Figura 21 – Material expulso no processo

Realizando uma análise química pelo método EDS (energy dispersive x-ray detector) no metal base e na região ressolidificada observou-se que não houve variação dos elementos além das variações inerentes da liga em pontos distintos. A Figura 22 mostra as regiões onde foi realizado EDS, as Figuras 23 e 24 mostram os resultados da espectrografia de forma. Todas as condições testadas neste estudo apresentaram resultados semelhantes.

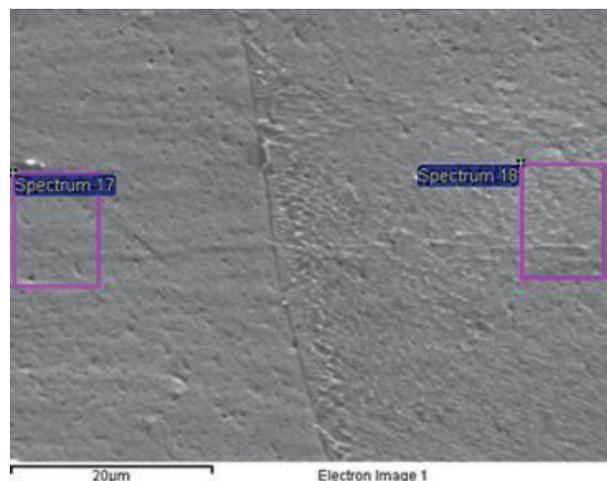


Figura 22 – Regiões analisadas

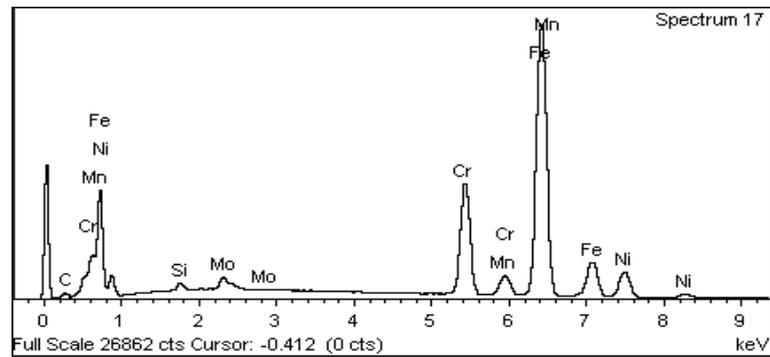


Figura 23 – Espectrografia do metal base

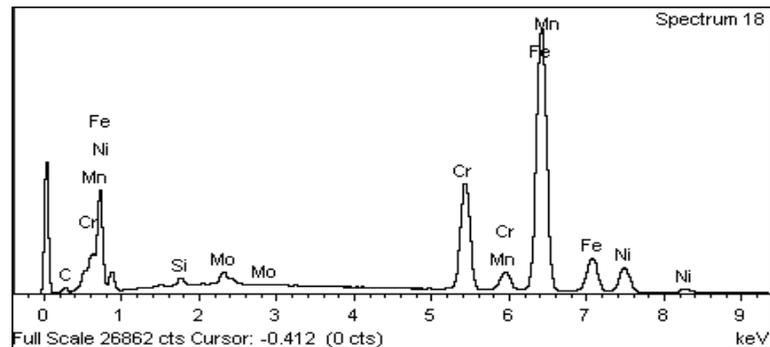


Figura 24 – Espectrografia do metal ressolidificado

## 5 | CONCLUSÃO

A condição ideal onde se obtém o menor diâmetro de saída, 0,22 mm, é de uma potência de pico de 6 kW, largura temporal de 2 ms sem atmosfera protetora de argônio.

O uso de argônio nos obriga a usar maiores potências de pico para conseguir o mesmo resultado pois ele absorve parte da energia do laser.

Potências de pico excessivas deformam as saídas dos furos diminuindo a conicidade, mas há uma deformação da saída perdendo sua circularidade.

A partir de uma energia de processo de 7J o diâmetro de entrada se estabiliza em aproximadamente 0,95 mm.

A análise EDS não apresentou indícios de oxidação, então para microfuração em aço AISI 316L não é necessário uso de atmosfera protetora de argônio.

A vaporização do metal ocorre na região interna da chapa e sua expansão provoca a expulsão do material fundido da parte superior, em potências abaixo da ideal não há expulsão efetiva do metal fundido fazendo com que ele retorne para o interior do furo causando empescoçamento ou completo fechamento do furo na altura média do mesmo.

## REFERÊNCIAS

- (01) ARRIZUBIETA, I. et al, **Internal Characterization and Hole Formation Mechanism**, International Journal of Machine Tools & Manufacture 75, 55-62, 2013.
- (02) SCHULZ, W., EPPELT, U., POPRAWA, R. **Review on laser drilling I. Fundamentals, modeling, and simulation**, Journal of Laser Applications 25, 2013.
- (04) BAGGER, C., OLSEN, F. O. **Pulsed Mode Laser Cutting Of Sheets For Tailored Blanks**, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 115, 1, pp.131-135, 2001.
- (05) KOECHNER, W. **Solid-State Laser Engineering**, Springer-Verlag, 606 pgs, 1988.
- (21) BHARATISH, A. et al, **Characterization of hole circularity and heat affected zone in pulsed CO<sub>2</sub> laser drilling of alumina ceramics**, Optics & Laser Technology 53, 22–32, 2013.
- (22) PETRONIĆ, S. et al, **Analysis of geometrical characteristics of pulsed Nd:YAG laser drilled holes in superalloy nimonic 263 sheets**, Technical Gazette 17, 61-66, 2010.
- (23) BISWAS, R. et al, **A parametric study of pulsed Nd:YAG laser micro-drilling of gamma-titanium aluminide**, Optics & Laser Technology 42, 23–31, 2010.
- (24) TONGYU, W., GUOQUAN, S., **Geometric quality aspects of Nd:YAG laser drilling holes**, Proceedings of 2008 IEEE International Conference on Mechatronics and Automation, 442-446, 2008.
- (25) RAJESH, P. et al, **Experimental and parametric studies of Nd:YAG laser drilling on austenitic stainless steel**, International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2015.
- (26) DÖRING, S. et al, **Hole formation process in ultrashort pulse laser percussion drilling**, Physics Procedia 41, 431–440, 2013.
- (27) BISWAS, R. et al, **A parametric study of pulsed Nd-YAG laser micro-drilling of gamma-titanium**, Optics & Laser Technology 42, 23–31, 2010.

## ESTUDO DO COMPORTAMENTO DE LÂMINAS DE SERRA NO CORTE DA MADEIRA COM APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ELEMENTOS FINITOS

**Daniel Villas Bôas**

Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia Industrial Madeireira  
Itapeva – São Paulo

**Elder Jesus Lima Machado**

Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia Industrial Madeireira  
Itapeva – São Paulo

**Vanessa Ferreira Neves**

Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia Industrial Madeireira  
Itapeva – São Paulo

**RESUMO:** A melhoria das propriedades mecânicas do aço utilizado em lâmina de serra, para aplicação no corte da madeira, é essencial na durabilidade dessa ferramenta. Portanto, conhecer os esforços e as tensões a que são submetidas, mais a melhoria das propriedades mecânicas direcionadas a essas condições, tornam-se importante para o aumento de vida útil das lâminas e redução de custos na indústria madeireira. A pesquisa trata das condições iniciais de tracionamento da lâmina, para montagem em máquina de desdobro de toras. A aplicação de um software para análise de tensões pelo método dos elementos finitos deverá indicar as principais regiões, onde há concentração de tensões ao final da montagem. Os resultados serão analisados e registrados,

para verificar se a intensidade da força de tração utilizada na montagem interfere na vida útil da ferramenta, durante a operação de corte.

**PALAVRAS-CHAVE:** Madeira, lâmina de serra, elementos finitos.

### **ABSTRACT:**

The improvement of the mechanical properties of the steel used in the saw blade, for application in cutting wood, is essential in the durability of this tool. Therefore, knowing the efforts and tensions to which they are subjected, more the improvement of mechanical properties targeted to these conditions, become important for increasing service life of the blades and cost reduction in the timber industry. The research deals the initial conditions of blade traction state, mounted in log sawing machine. The application of software for stress analysis by finite element method should indicate the main areas where there are concentrations of tension at the end of the Assembly. The results will be analyzed and registered, to verify if the intensity of the tractive force used in the Assembly interfere in the tool life, during the cutting operation.

**KEYWORDS:** Wood, saw blade, finite elements.

### **1 | INTRODUÇÃO**

De acordo com Carmo (2014), o

processamento primário da madeira é a principal e primeira atividade para gerar melhorias na redução de custo no setor madeireiro. As máquinas de desdobro que utilizam as serras de fita, especialmente as verticais, são as mais empregadas no mercado nacional de serras para o corte da madeira. As principais características como robustez, facilidade de automação e versatilidade, permitem variar o diâmetro de toras no processo de desdobro.

Quanto à qualidade superficial estabelecida na madeira após o corte, o autor destaca um conjunto de ações como: a modelagem dos dentes da lâmina de serra, a ser definida após a escolha da geometria dos dentes utilizados; o recalque a frio dos dentes da lâmina, a retífica lateral dos dentes e afiação propriamente dita.

As pesquisas de Junior (2011) indicam que todos os tipos de serras fitas são constituídos de lâminas e dentes. Os dentes são formados por entalhes e saliências, que são responsáveis pelos sucessivos ataques nos feixes fibrosos da madeira, arrancando certa quantidade durante a passagem, sob a forma de pequenas partículas conhecidas como cavacos.

O formato e as dimensões do dente têm influência direta sobre o resultado do corte, a geometria ideal é aquela que possibilitará ganhos de qualidade e produtividade “madeira serrada”. Gonçalves (2000) cita alguns tipos de dente aplicados em lâminas de serra com fita larga, os perfis mais utilizados são apresentados na (Figura 01).

Perfil 1 (denominado de perfil C): Possui a garganta ampla e boa rigidez, para aplicação no desdobro de qualquer madeira.

Perfil 2 (denominado perfil P): Permite fracionar o cavaco maior facilidade, para aplicação em todo tipo de madeira.

Perfil 3 (denominado perfil especial): Possui ângulo de saída e espaço de garganta bem amplo, devido a essas características é aplicado no serramento de madeira macia (baixa densidade).

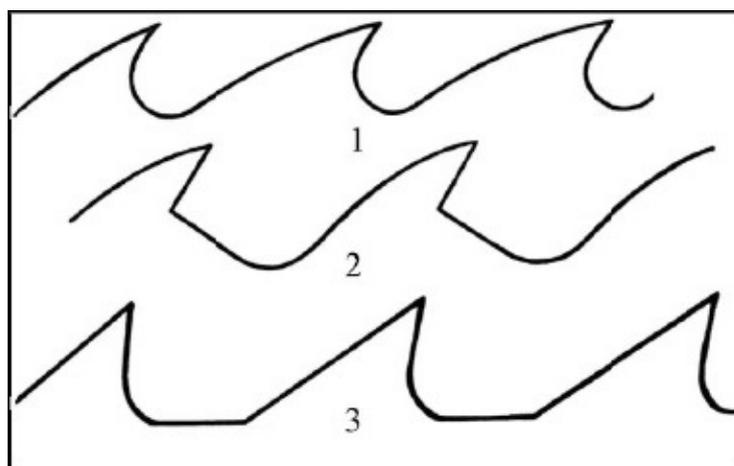


Figura 01: Perfis de Serra Fita Larga (Gonçalves, 2000)

Conforme Gonçalves (2000), a lâmina é exposta a uma variedade de solicitações mecânicas, caracterizada por fatores que agem sobre a parte ativa na região dos

dentos, e outros sobre a banda da lâmina em contato com os volantes da máquina. Os esforços na parte ativa da lâmina e banda de contato são provocados por: força centrífuga, ângulo de inclinação dos volantes, o corte, aquecimento da lâmina, flexão e intensidade de tração entre volantes da máquina.

A tensão trativa entre os vãos livres dos volantes não contribui para a uniformidade da distribuição de tensão em toda lâmina, isso devido à geometria irregular dos dentes. Portanto, uma zona com concentração de tensão é estabelecida no fundo da garganta do dente, o que pode ser suficiente para nuclear uma trinca, e romper a serra. Essa tensão pode ser calculada conforme a equação (A).

Nas pesquisas de Lai (2006), com desvios de lâminas de serra no corte da madeira, foi analisada a tração da lâmina em diferentes condições de trabalho, entre os volantes de rolagem. É importante salientar que a falta de tração gera a deflexão e compromete a vida útil da lâmina (Figura 02).

O valor de ( $K_c$ ) varia de acordo com a variação de perfis dos dentes, devida a forma da cavidade e altura do dente. Assim, diferentes geometrias apresentam diferentes distribuições de tensões. O presente trabalho avalia por meio da análise numérica computacional, a distribuição de tensões de um perfil de serra fita tipo “3” (Figura 01), de comum uso em serrarias para desdobro da madeira na região de Itapeva. No estudo a lâmina está na condição estática e tracionada, características dadas na montagem da serra nos volantes, a fim de se obter o ( $K_c$ ) para o perfil utilizado.

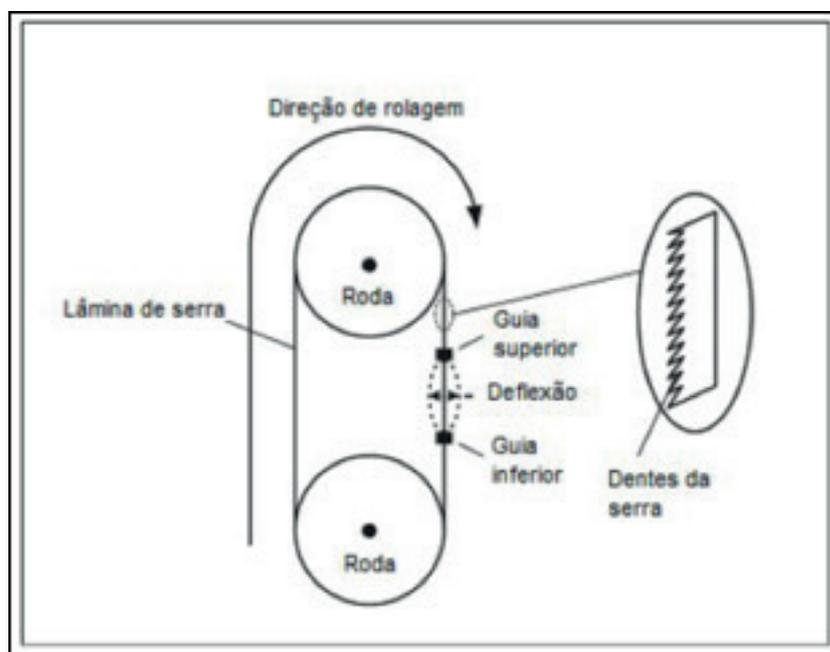


Figura 02 - Mecanismo de uma lâmina de serra e o problema de deflexão (Lai, 2006)

$$\sigma_{max.} = K_c * \sigma_{média} \quad (A)$$

Onde:

$\sigma_{max}$  = Tensão máxima presente no final da garganta do dente

$\sigma_{média}$  = Tensão Média

$K_c$  = Coeficiente de concentração de tensão

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Tipo de Lâmina de Serra Utilizada na Pesquisa

A Figura 03 apresenta o perfil do dente utilizado para a modelagem computacional. Novamente, o perfil especial ou tipo 3 utilizado no desdobro da madeira macia (Figura 1), esse perfil é empregado em lâminas a partir da base inferior da banda até a extremidade superior do dente, com largura mínima de 63,5 mm.



Figura 03 - Perfil especial (Fonte: Autor)

### 2.2. Software para Obtenção das Dimensões Geométricas do Dente

O software livre “ImageJ” foi utilizado para aquisição das dimensões da geometria do perfil, apresentado na Figura 04, que serviu como entrada de dados no software de elementos finitos, para a geração da lâmina de serra em duas dimensões com 1 mm de espessura.

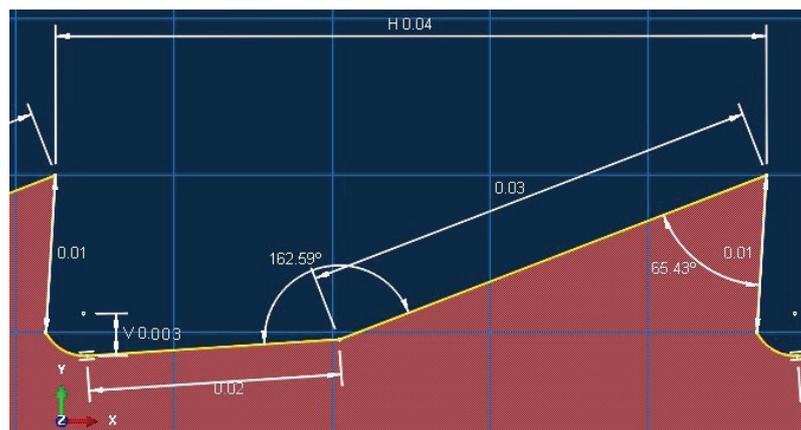


Figura 04 - Dimensões do perfil (Fonte: Abaqus)

### 2.3. Software Utilizado na Análise Numérica

O software utilizado para análise numérica foi o Abaqus 6.12 Student Edition, trata-se de uma ferramenta para simulação de propósito geral, que pode executar simulações estáticas ou dinâmicas, com uma biblioteca extensa de elementos para

modelar praticamente qualquer geometria.

Na discretização da malha na serra utilizou-se próximo ao dente o elemento quadrático CPS8 livre, e estruturado na região da banda, trata-se de um elemento contínuo de segunda ordem e integração completa, que possui oito nós com dois graus de liberdade cada.

Portanto, na região próxima ao dente a malha ficou mais refinada como mostra a Figura 05, essa condição foi utilizada para aumentar a quantidade de elementos e obter resultados mais precisos. Na simulação a serra encontra-se engastada em uma das extremidades, e tracionada na outra. A tensão de tração teve um crescimento linear até o valor de 655 MPa (limite de escoamento do material), considerando-se somente os valores inferiores para análise.

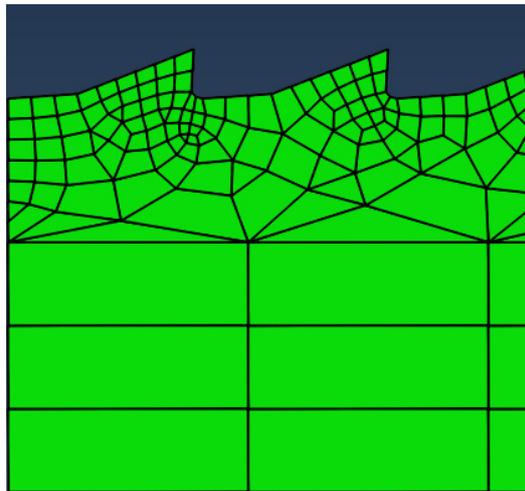


Figura 05: Malha (Fonte: Abaqus)

## 2.4. Material Utilizado na Simulação

O material utilizado na simulação foi o aço 42CrMo<sub>4</sub>, trata-se de material extraído de trabalhos já estudados por Król (2014). Os dados de comportamento do material nas condições elástica e plástica serviram como base de entrada no software.

O Step utilizado é do tipo *Static General*, com 1000 incrementos a cada 0.001 segundos. Dessa forma, o programa gerou 1000 frames com possibilidade de identificação da porcentagem de carregamento para cada frame.

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 3.1. Análise da Concentração de Tensões

Segundo as pesquisas de Gonçalves (2000), realizadas com análise de tensões, a tensão trativa pode variar de 150 MPa até 200 MPa. A Figura 06 mostra a distribuição de tensões de acordo com o critério de Von Mises, para uma tensão trativa de 175

MPa, obteve-se uma tensão de 395,6 MPa.

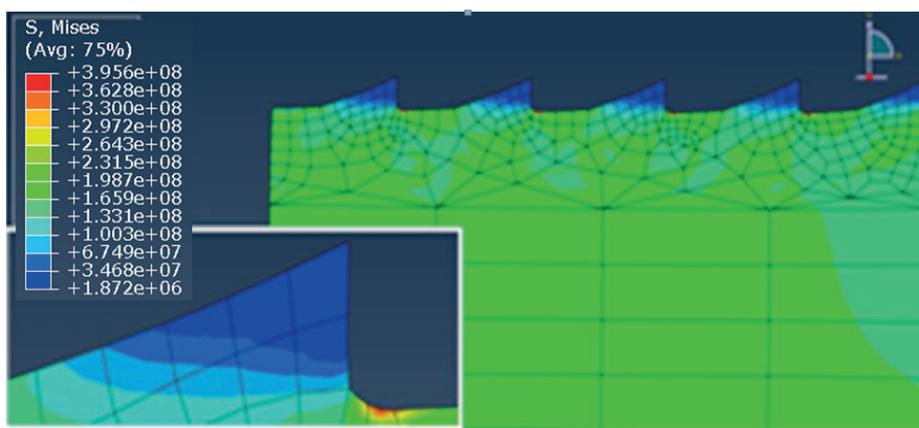


Figura 06: Distribuição de tensões (Fonte: Abaqus)

### 3.2. Coeficiente de concentração de tensão ( $K_c$ )

A tensão trativa que representa o estiramento da montagem entre volatentes foi a tensão média de 175 Mpa, e a tensão máxima foi de 395,6 MPa.

Portanto:

$$\sigma_{max.} = K_c * \sigma_{média}$$

$$K_c = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_{média}}$$

$$K_c = \frac{395,6 \text{ MPa}}{175 \text{ MPa}}$$

$$K_c = 2,26$$

A constante da concentração de tensão obtida para esta geometria foi de 2,26; considerando-se a tensão média constante, a tensão máxima pode ser reduzida alterando-se a geometria do dente.

## 4 | CONCLUSÕES

A constante de concentração de tensões é um fator determinante, para análises de concentração e distribuição de tensões na lâmina de serra. Este fator é fortemente influenciado pela geometria do dente, então trabalhos com alterações de geometria deverão reduzir o valor da constante.

A proposta inicial seria a alteração do raio no fundo da garganta do dente, neste caso, aumentar o raio e analisar os resultados do ( $K_c$ ). A outra proposta seria comparar a constante para os três perfis das lâminas (Figura 01), obter o perfil com menor grau de ( $K_c$ ), e dar prioridade para pesquisas com essa geometria.

## REFERÊNCIAS

CARMO, J.F; LATORRACA, J.V.F; ROCHA, M.P; BRITO, E.O. **Influência da geometria dos dentes das lâminas de serra de fita na qualidade e produtividade da madeira serrada.** FLORESTA, Curitiba, PR, v. 44, n. 2, p. 291 - 302, abr. / jun. 2014.

GONÇALVES, M.T.T. **Processamento da Madeira.** Bauru: USC, 2000

JUNIOR, W.G. **Desempenho do stellite como material de ferramenta no serramento da madeira.** Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá. Guaratinguetá, 2011.

KRÓL, R. **The Finite Element Analysis of swaging the wood bandsaw teeth at the point.** Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny im. Kazimierza Pułaskiego w Radomiu, Wydział Mechaniczny, 2014.

LAI, K.J. et. al. **Hardware implementation of a sub-pixel algorithm for real-time saw blade deflection monitoring.** n. 39, p. 291-309, 2006.

## O EFEITO DE DIFERENTES TIPOS DE HOMOGENEIZAÇÃO SOBRE O COMPORTAMENTO EM DEFORMAÇÃO A FRIO DAS LIGAS Ti-35Nb E Ti-35Nb-0,15Si

### **Késia Filadélfia Dionizio Silva Ramos**

Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais  
São Cristovão – Sergipe

### **Helton José Rodrigues Cabral**

Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais  
São Cristovão – Sergipe

### **Reinan Tiago Fernandes dos Santos**

Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais  
São Cristovão – Sergipe

### **Wilton Walter Batista**

Universidade Federal de Sergipe, Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais  
São Cristovão – Sergipe

**RESUMO:** Dentre os materiais utilizados como implantes ortopédicos, o titânio e suas ligas tem grande destaque. Além da biocompatibilidade é importante que o material apresente propriedades mecânicas compatíveis com a aplicação. Este trabalho investiga o efeito de diferentes tipos de homogeneização sobre a microestrutura e o comportamento em deformação a frio das ligas Ti-35Nb e Ti-35Nb-0,15Si. A homogeneização das ligas foi realizada em duas condições diferentes. Condição 1: amostras tratadas termicamente em forno com atmosfera controlada de argônio de 1000 °C

por 8 horas. Nessa condição, a liga Ti-35Nb-0,15Si apresentou maior ductilidade em relação à liga Ti-35Nb. Condição 2: amostras tratadas em forno com atmosfera de ar ambiente na temperatura de 1000 °C por 8, 24, 48, 72, 96 e 120 horas. Em atmosfera ar ambiente as amostras apresentaram a presença da camada de óxido chamada de camada alfa influenciando na dureza e no nível de deformação a frio.

**PALAVRAS-CHAVE:** Ligas de titânio, Ti-35Nb, Ti-35Nb-0,15Si, Oxidação térmica, Deformação.

**ABSTRACT:** Among the materials used as orthopedic implants, titanium and its alloys has great merit. In addition to biocompatibility it is important that the material has adequate mechanical properties for the application. This work investigates the effect of different types of homogenization of the microstructure and the cold deformation behavior of Ti-35Nb and Ti-35Nb-0,15Si alloys. The homogenization of the alloys was performed in two different conditions. Condition 1: heat-treated samples of controlled argon atmosphere to 1000 °C for 8 hours. In this condition, the Ti-35Nb-0,15Si alloys showed higher ductility compared to Ti-35Nb. Condition 2: samples treated in ambient air atmosphere at 1000 °C for 8, 24, 48, 72, 96 and 120 hours. In ambient air atmosphere samples showed the presence of the oxide layer called alpha-case influencing the toughness and the cold

deformation level.

**KEYWORDS:** Titanium alloys, Ti-35Nb, Ti-35Nb-0.15Si, thermal oxidation, deformation.

## 1 | INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, o uso de materiais metálicos na ortopedia tem sido bastante explorado no processo de restauração de funções comprometidas no sistema biológico (CHEN *et al.*, 2001). As ligas do sistema Ti-Nb-Si, do tipo  $\beta$ , apresentam propriedades que atendem aos requisitos dos materiais utilizados em implantes ortopédicos: biocompatibilidade, elevada resistência mecânica e baixo módulo de elasticidade. Os elementos de liga Nb e Si foram adicionados no Ti pelas seguintes razões: são elementos não citotóxicos, estabilizam a fase  $\beta$ , aumentam a resistência mecânica e atuam na redução do módulo de elasticidade (NIINOMI *et al.*, 2012).

O Ti possui uma transformação alotrópica na temperatura de 882 °C, na qual ele passa da fase  $\alpha$ , com estrutura hexagonal compacta, para a fase  $\beta$ , com estrutura cúbica de corpo centrado (DORAISWAMY e ANKEM, 2003). Em condições de deformação ou elevada taxa de extração de calor, podem ser formadas fases metaestáveis, por exemplo, as fases  $\alpha'$ ,  $\alpha''$  e  $\omega$ . Essas fases surgem quando o equilíbrio termodinâmico não é alcançado (MANTANI e TAJIMA, 2006). As fases e, conseqüentemente, as propriedades das ligas de Ti são altamente dependentes da composição, tratamentos térmicos e termomecânicos empregados.

O objetivo deste trabalho consistiu no estudo de diferentes condições de tratamento térmico de homogeneização e o seu efeito na deformação e na correlação microestrutura-propriedades.

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Para a produção das ligas foram utilizados os seguintes materiais: Ti, Nb e Si. O Si foi utilizado na forma de pó, enquanto que o Ti e o Nb foram utilizados na forma de chapas. O Ti e o Nb foram decapados quimicamente com o intuito de remover óxidos presentes na superfície. A tabela 1 apresenta os materiais utilizados, a procedência, o grau de pureza e as soluções usadas na decapagem.

Material	Procedência	Grau de pureza (%)	Decapagem química
Titânio	MDT Implantes Ortopédicos	Grau 2 99,9	30ml de HF, 30ml de HNO <sub>3</sub> e 30ml de H <sub>2</sub> O
Nióbio	CBMM	99,8	50ml de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 20ml de HNO <sub>3</sub> , 20ml de HF e 10ml de H <sub>2</sub> O
Silício	Alfa Aesar	99,9	---

Tabela 1. Materiais utilizados.

Foram produzidas as ligas Ti-35Nb e Ti-35Nb-0,15Si (% massa). A massa dos elementos foram medidas em uma balança analítica para a produção de lingotes de 50 gramas. A produção das ligas foi realizada em forno de fusão a arco voltaico com eletrodo não consumível de tungstênio, sob atmosfera controlada de argônio em um cadinho de cobre refrigerado a água. O processo de fusão foi repetido seis vezes para garantir a completa mistura dos elementos. Antes da fusão, o forno foi submetido a 30 minutos de vácuo, dividido em três lavagens com argônio em intervalos de 10 min.

Os lingotes fundidos foram submetidos ao tratamento térmico de homogeneização com o objetivo de corrigir variações de composição, decorrentes do processo de solidificação no cadinho de cobre refrigerado. O tratamento foi realizado em dois tipos de atmosferas: Forno tubular de quartzo (forno 1) com atmosfera inerte de argônio, submetido a 30 minutos de vácuo, com lavagens com argônio em intervalos de 10 minutos, para evitar a alta reatividade do titânio. O tratamento térmico de homogeneização realizado no forno tipo mufla (forno 2) empregou atmosfera de ar ambiente para verificar a reatividade do titânio. A tabela 2 mostra os parâmetros dos tratamentos térmicos de homogeneização.

Forno	Atmosfera	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Resfriamento
01	Argônio	1000	8	Em forno
			8	Em forno
			24	Ambiente
02	Ar Ambiente	1000	48	Ambiente
			72	Ambiente
			120	Ambiente

Tabela 2. Parâmetros dos tratamentos térmicos de homogeneização.

As ligas Ti-35Nb e Ti-35Nb-0,15Si homogeneizadas foram submetidos ao processo de deformação a frio. Os corpos de prova na forma de blocos maciços apresentavam as seguintes dimensões: largura de 5 mm, altura de 9 mm e comprimento de 14 mm. O corte dos corpos de prova foi realizado com discos abrasivos.

A deformação a frio foi realizada em uma matriz semiaberta visando maior uniformidade de deformação. A deformação empregou uma matriz de deformação projetada no DCEM-UFS (Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais – UFS), observada na figura 1. O processo foi considerado um forjamento em matriz aberta. Os corpos de prova maciços foram colocados no canal central da matriz e submetidos à compressão. Para a aplicação da carga foi utilizada uma prensa hidráulica Marcon modelo MPH-15 com capacidade de carga de 15 toneladas. Os corpos de prova foram recobertos com teflon e lubrificadas com desengripante para diminuir o atrito com as

paredes da matriz.

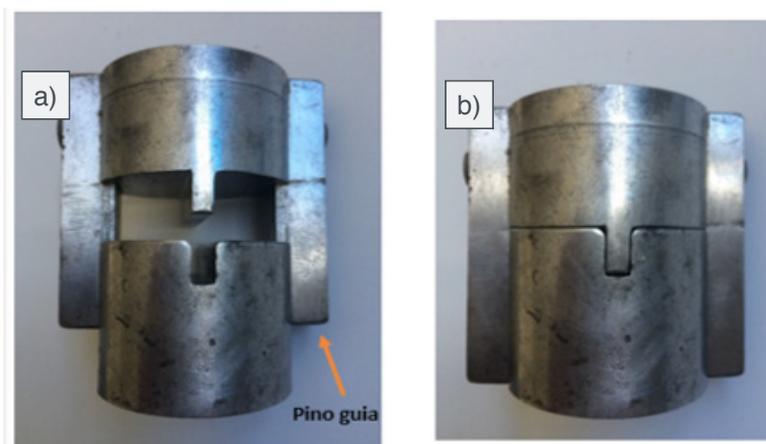


Figura 1. Matriz aberta: (a) partes separadas e (b) partes unidas.

As amostras em forma de tarugos foram submetidas a metalografia: embutimento, lixamento e polimento. O embutimento empregou resina poliéster isoftálica. O lixamento foi realizado com lixas de carbetto de silício (SiC) na sequência: 80, 180, 220, 340, 400, 500, 600, 800, 1.200 e 1.500. Antes do polimento em cada pano, as amostras foram submetidas a banho de ultrassom em uma lavadora ultrassônica digital para garantir uma maior limpeza. O polimento foi realizado em panos com abrasivo de pasta de diamante de 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ , sequencialmente, lubrificados com álcool etílico em uma politriz da marca Arotec.

As ligas homogeneizadas e deformadas a frio foram submetidas a ensaios de dureza em um durômetro da Future-tech, modelo FV-300, com carga de 5 Kgf e tempo de impressão de 10 segundos. Foram feitas dez impressões em cada amostra, a partir das quais foram calculados os valores médios de dureza Vickers. O ensaio foi realizado partindo da superfície da amostra em direção ao núcleo.

Para a revelação da microestrutura, as amostras foram atacadas quimicamente com solução de Kroll (91 mL de  $\text{H}_2\text{O}$ , 3 mL de HF e 6mL de  $\text{HNO}_3$ ), conforme recomendação ASM (Handbook). As microestruturas das ligas foram analisadas através de microscopia óptica (MO) utilizando um microscópio modelo Carl Zeiss Axio Scope A.1

Os difratogramas de raios X foram obtidos a partir de amostras lixadas e expostas a radiação Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) em um equipamento D8 Advance da Bruker Axs Brasil de acordo com as seguintes especificações: voltagem de 40 kV; corrente de 40 mA; varredura de  $2\theta$  de 30 a 90°; incremento de 0,02° por passo; tempo de leitura de 0,1s por passo. Para a identificação das fases utilizou-se as fichas de padrões do JCPDS (Joint Committee for Power Diffraction Standards).

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os corpos de provas das ligas Ti-35Nb e Ti-35Nb-0,15Si homogeneizadas em atmosfera de argônio e deformadas a frio, apresentaram redução da altura e aumento do comprimento. A tabela 3 apresenta os resultados referentes à deformação.

Liga	Carga (Toneladas)	Medidas Iniciais (mm)	Medidas Finais (mm)
Ti-35Nb	15	5,0 x 9,0 x 14,0	5,0 x 8,0 x 16,0
Ti-35Nb-0,15Si	15	5,0 x 9,0 x 14,0	5,0 x 5,5 x 18,0

Tabela 3. Medidas dos corpos de provas antes e depois da deformação.

A liga Ti-35Nb-0,15Si apresentou maior deformação em relação à liga Ti-35Nb. Este resultado deve-se ao comportamento do Si que é estabilizador da fase  $\beta$  (fase dúctil) e supressor da fase  $\omega$  (fase dura) (JING *et al.*, 2008). Uma vez que a liga Ti-35Nb-0,15Si apresentou maior ductilidade em relação à liga Ti-35Nb, esta foi escolhida para ser o objeto dos tratamentos de homogeneização da condição 2 (homogeneização em atmosfera ar ambiente em 24, 48, 72, 96 120h).

Todas as amostras da liga Ti-35Nb-0,15Si foram pesadas em balança analítica antes e depois de cada homogeneização. O objetivo dessa análise foi quantificar uma possível alteração de massa das amostras. A tabela 4 apresenta todas as medidas realizadas mostrando que a reatividade da liga foi contínua na temperatura 1000 °C, sendo caracterizada pela difusão do oxigênio e aumento da espessura das camadas de óxidos externas de forma permanentes, diferente do que ocorre em temperaturas baixas, onde a camada de óxido formada é protetora. Observou-se que ocorreu ganho de massa proveniente da formação de camadas de óxidos de  $TiO_2$  (normalmente rutilo, anatase e brookita) formadas nas superfícies das amostras. Esse resultado foi decorrente do comportamento que o titânio e suas ligas possuem em absorver oxigênio em solução sólida no seu retículo cristalino até cerca de 40% em temperaturas elevadas, sendo também formada uma camada protetora na superfície da liga como um revestimento cerâmico em temperaturas baixas (KUMAR, 2010). Foi observado que nos tempos mais longos de homogeneização ocorreu maior ganho de massa.

Forno	Atmosfera	Tempo	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Ganho de Massa (%)
01	Argônio	8h	7,645 ± 0,003	7,641 ± 0,002	Não houve
		8 h	8,091 ± 0,004	8,101 ± 0,003	0,1 %
02	Ar ambiente	24 h	8,460 ± 0,003	8,516 ± 0,002	0,6 %
		48 h	6,638 ± 0,002	7,150 ± 0,003	7,7 %
		72 h	6,654 ± 0,001	7,267 ± 0,004	9,2 %
		96 h	6,985 ± 0,004	7,845 ± 0,005	12,3 %
		120 h	5,199 ± 0,003	6,560 ± 0,003	26 %

Tabela 4. Alteração da massa das amostras da liga Ti-35Nb-0,15Si nos tratamentos térmicos de homogeneização.

As diferentes condições de homogeneização influenciaram a microestrutura das amostras analisadas. A amostra homogeneizada durante 8h em atmosfera de argônio e resfriada no forno apresentou uma microestrutura com grãos da fase  $\beta$ . A amostra homogeneizada por 8h em atmosfera ambiente e resfriada no forno também apresentou microestrutura constituída pela fase  $\beta$ . A figura 2 apresenta a micrografia das amostras homogeneizadas por 8h nos dois tipos de atmosferas.

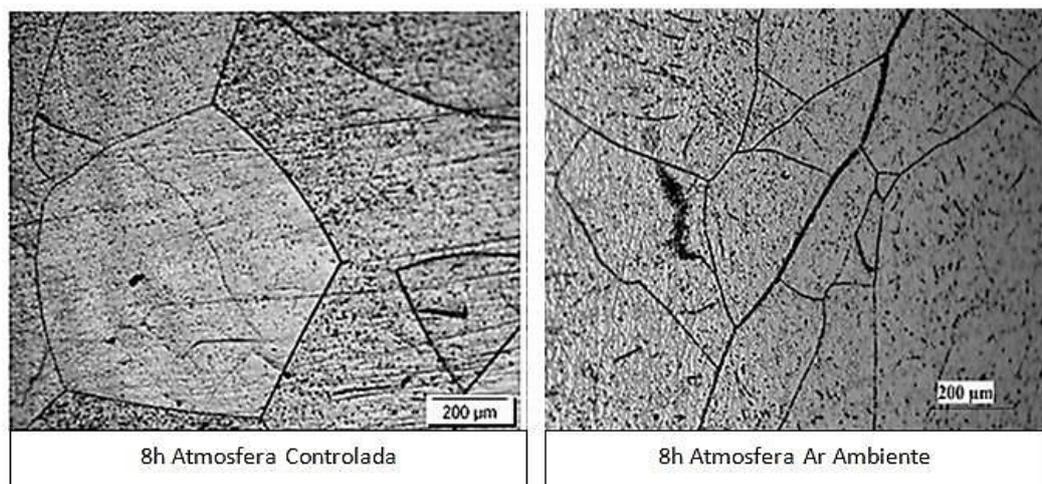


Figura 2. Micrografia das amostras homogeneizadas por 8h em atmosfera de argônio e atmosfera de ar ambiente.

Fonte: UFS, 2016.

Nas homogeneizações por 8h nas atmosferas de argônio e ar ambiente, com resfriamento no forno, foram visualizados somente picos referentes à fase  $\beta$  do Ti confirmando a micrografia. A figura 3 apresenta as difrações de raios-X das amostras.

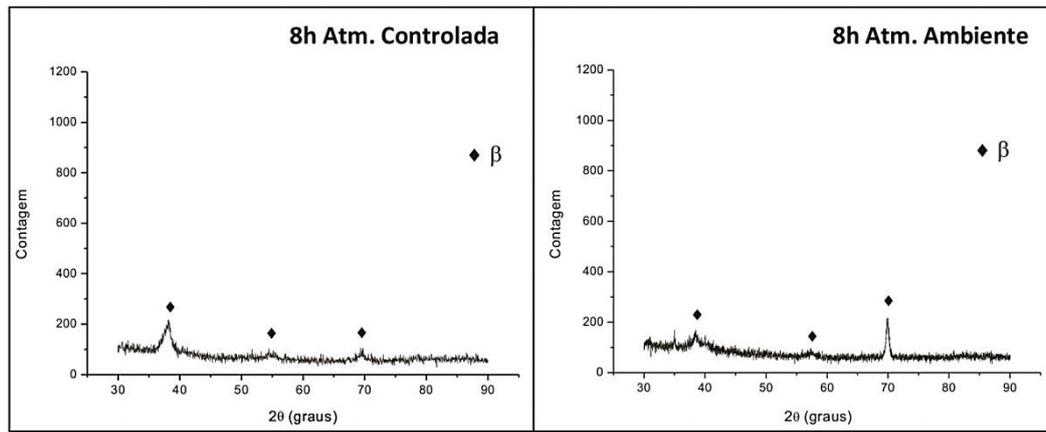


Figura 3. Difração de raios-X das amostras homogeneizadas por 8h em diferentes atmosferas.

Fonte: UFS, 2016.

As amostras homogeneizadas durante 24 e 48h em atmosfera ambiente foram resfriadas ao ar e apresentam em sua micrografia grãos maiores em relação às amostras homogeneizadas durante 8h. Na micrografia não foi possível visualizar fase martensita. O maior tempo de aquecimento das amostras 24 e 48h favoreceu o aumento dos grãos.

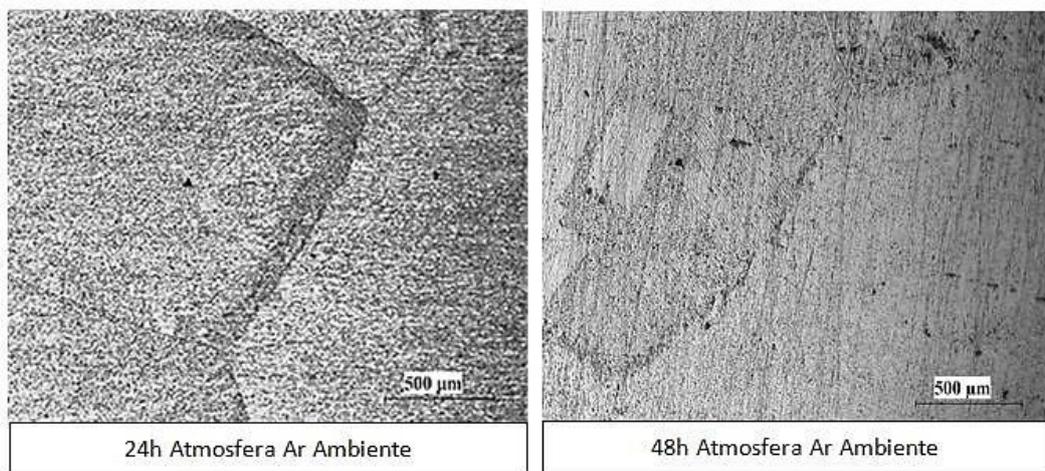


Figura 4. Micrografia das amostras homogeneizadas por 24 e 48h em atmosfera de ar ambiente.

Fonte: UFS, 2016.

As difrações de raios-X das amostras homogeneizadas por 24 e 48h revelaram picos referentes à fase martensita  $\alpha''$ . O surgimento da martensita  $\alpha''$  é explicado pelo fato das amostras terem sido resfriadas ao ar, conseqüentemente houve uma elevada taxa de extração de calor e a formação de  $\alpha''$  (SOUZA, 2008).

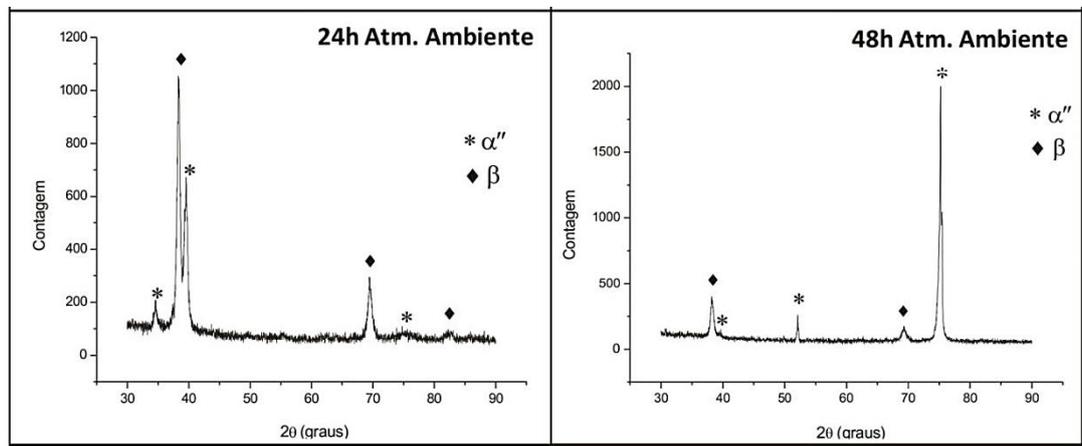
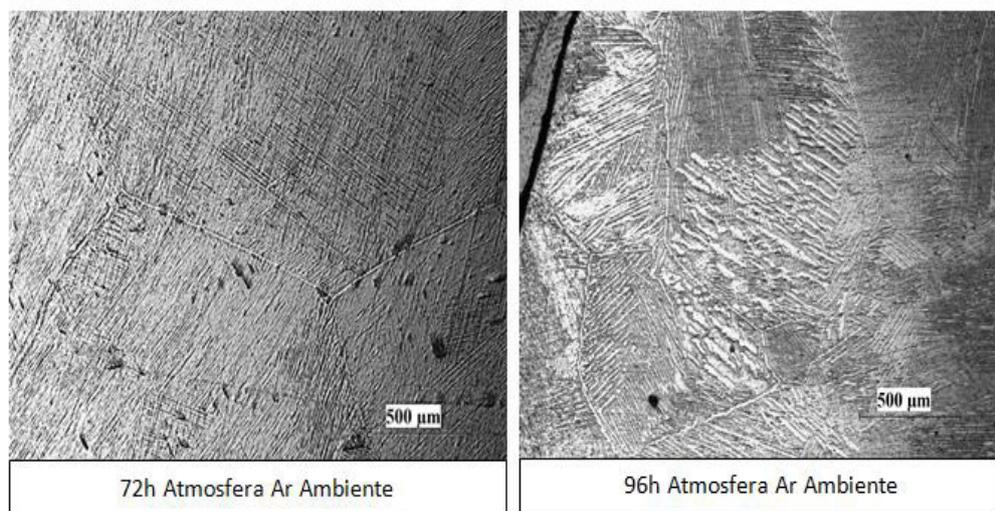


Figura 5. Difração de raios-X das amostras homogeneizadas por 24 e 48h em atmosfera ambiente.

Fonte: UFS, 2016.

As amostras homogeneizadas por 72, 96 e 120 h em atmosfera ambiente e resfriadas ao ar apresentaram microestruturas com a fase martensita, diferente das amostras homogeneizadas por 24 e 48h. Resultado explicado pelas seguintes razões: maior o tempo de aquecimento da amostra, maior a taxa de extração de calor e por isso as micrografias das amostras 72, 96 e 120h evidenciam a fase martensita  $\alpha''$ .



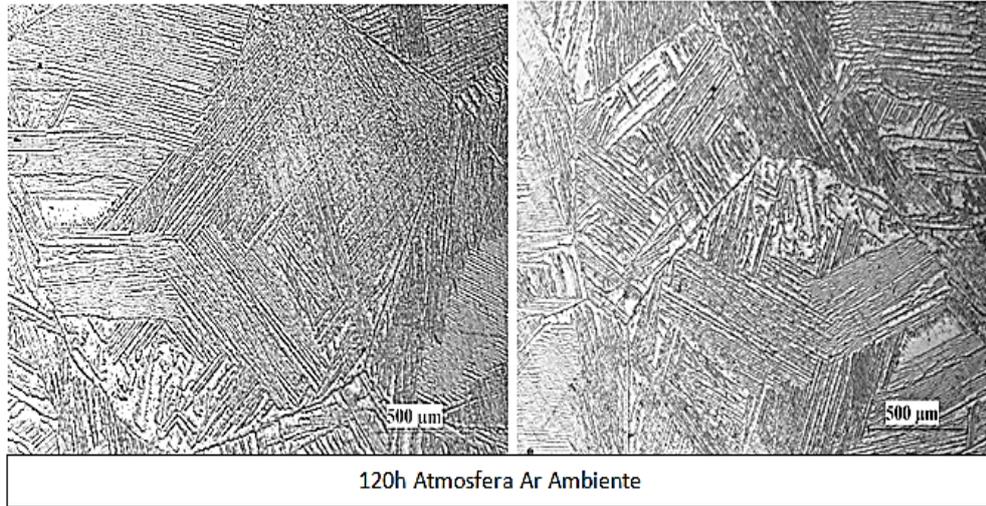


Figura 6. Micrografia das amostras homogeneizadas por 72, 96 e 120h em atmosfera de ar ambiente.

Fonte: UFS, 2016.

Nas difrações de raios-X observam-se picos referentes à fase  $\alpha''$  confirmando a martensita observada nas micrografias.

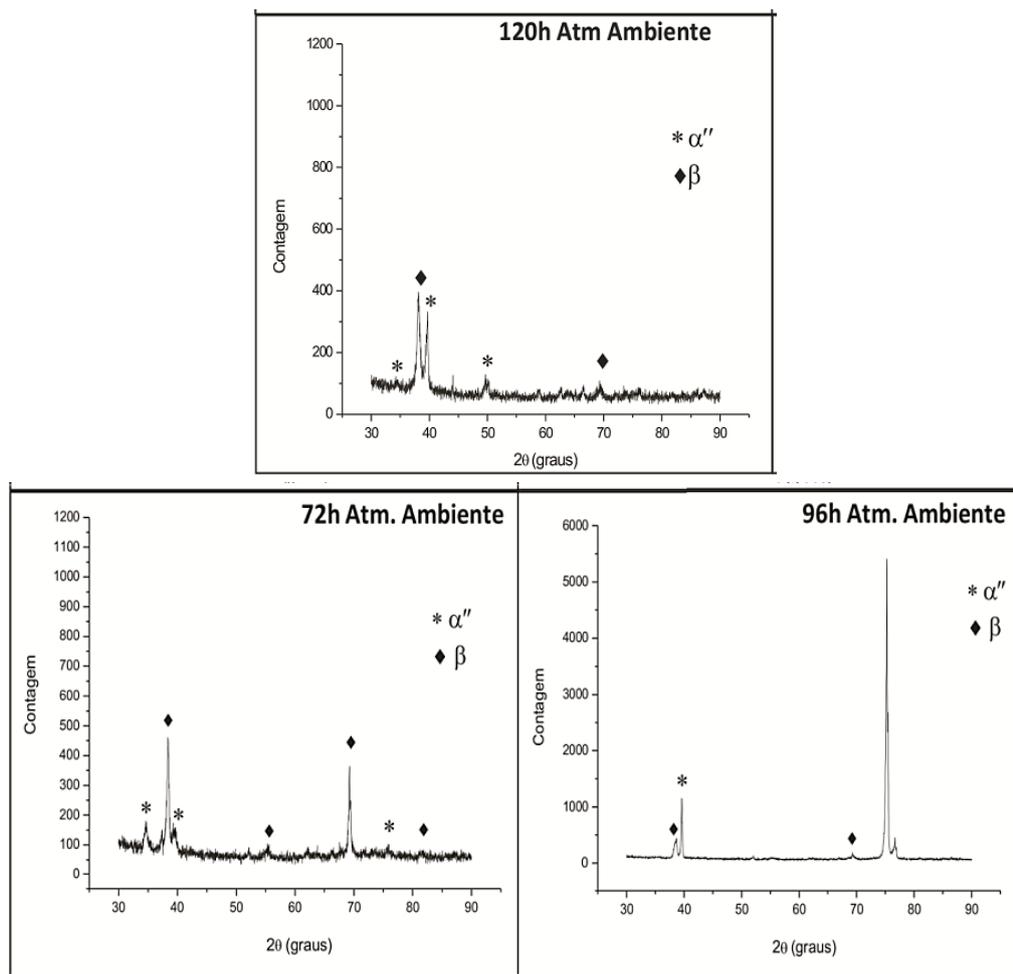


Figura 7. Difração de raios-X das amostras homogeneizadas por 72, 96 e 120h em atmosfera ambiente.

Fonte: UFS, 2016.

As amostras analisadas tinham o formato de um tarugo. A metalografia foi realizada na superfície do tarugo para análises de microscopia óptica e difração de raios-X já apresentadas em cada condição. O processo de metalografia removeu toda a camada de óxido, por isso os picos referentes a óxidos de titânio não foram identificados. A camada de óxido formada na lateral do tarugo foi preservada e posteriormente analisada por DRX, onde foram detectados picos referentes aos óxidos rutilo, brookita e anatase.

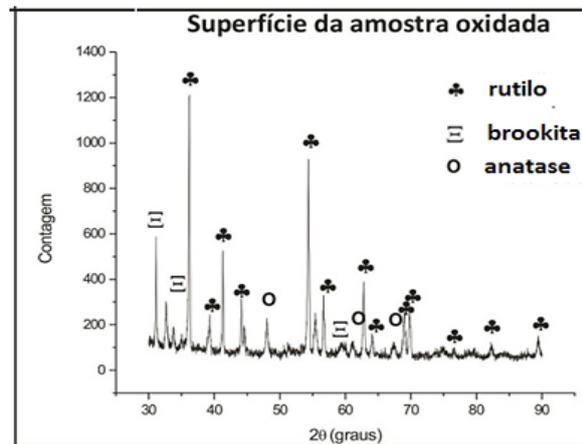


Figura 8. Difração de raios-X da camada de óxido formada na amostra.

Fonte: UFS, 2016.

Para medir os valores de dureza Vickers, nas regiões internas e externas, as amostras foram cortadas transversalmente, embutidas a frio e lixadas. As medidas de dureza das regiões internas e externas das amostras, foram realizadas da borda (área próxima à superfície da amostra) em direção ao núcleo (área central da amostra). A tabela 5 apresenta os valores da dureza Vickers das amostras nas diferentes condições de homogeneização.

Na atmosfera de ar ambiente, os resultados evidenciaram que os valores médios das bordas foram mais altos em relação ao núcleo devido ao fato da difusão de oxigênio acontecer na região da borda da amostra. No intervalo até 24 horas ocorreu a formação da camada de óxido até a sua saturação. Com o aumento do tempo de homogeneização foi possível perceber um pequeno decréscimo da dureza, isso pode estar relacionada ao aumento da fase  $\alpha'$  que segundo a literatura apresenta menor dureza que a fase  $\beta$  (SOUZA, 2008).

Na atmosfera de argônio os valores da dureza na superfície e no centro não mudaram, indicando que na atmosfera inerte o material não apresentou modificações na microestrutura e na dureza, comportamento diferente da atmosfera oxidante, onde ocorreu modificação na superfície e no centro da amostra. Isso explica os valores baixos de dureza em argônio e valores altos em atmosfera oxidante.

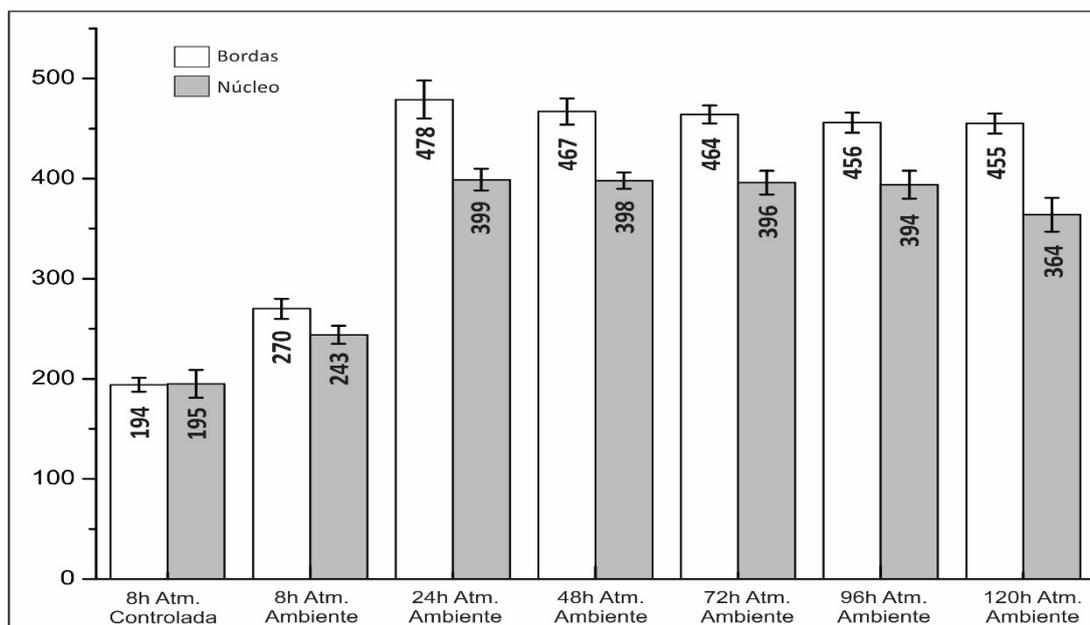


Tabela 5. Valores da dureza Vickers das amostras homogeneizadas.

As amostras da liga em análise, Ti-35Nb-0,15Si, que foram homogeneizadas em atmosfera ar ambiente foram deformadas a frio na matriz aberta projetada. Os corpos de prova com largura de 5 mm, altura de 7 mm e comprimento de 11 mm foram produzidos e submetidos à compressão. A deformação foi calculada empregando variação das medidas das alturas inicial e final dos corpos de prova, após a compressão, observados na tabela 6.

Tempo (h)	Carga (toneladas)	Medida inicial (mm)	Medida final (mm)	Deformação (%)
Condição: Homogeneização Ar ambiente				
24	10	5,0 x 7,0 x 11,0	5,0 x 5,0 x 14,0	28 %
48	10	5,0 x 7,0 x 11,0	5,0 x 4,5 x 16,0	35 %
96	10	5,0 x 7,0 x 11,0	Desintegrou-se	0
120	10	5,0 x 7,0 x 11,0	Desintegrou-se	0

Tabela 6. Comportamento das amostras homogeneizadas em ar ambiente em deformação a frio.

Os corpos de prova deformados das amostras homogeneizadas por 24, 48, 96 e 120h apresentaram fraturas e trincas. As amostras homogeneizadas por 24h e 48h apresentaram grande quantidade de trincas, entretanto, foi possível medir as dimensões finais, enquanto nas amostras homogeneizadas por 96 e 120h não foi

possível fazer a medição final, pois as amostras desintegraram-se totalmente e ficaram em forma de pó.

A amostra homogeneizada por 48h apresentou maior ductilidade em relação à de 24h devido ao maior período de tempo de homogeneização que favorece o crescimento dos grãos, aumenta a ductilidade e reduz a resistência mecânica.

O tempo que a amostra ficou exposta na atmosfera de ar ambiente influenciou diretamente a deformação. A amostra homogeneizada por 48h apresentou mais trincas em relação à amostra de 24h, e as amostras homogeneizadas por 96 e 120h desintegraram-se totalmente, isso devido ao fato de que o maior tempo de exposição na atmosfera oxidante, mais oxigênio pode ser difundido endurecendo a amostra tornando-a frágil e quebradiça.

De acordo com os resultados obtidos nos tratamentos térmicos de homogeneização adotados nesse trabalho foi possível observar a elevada afinidade do titânio com o oxigênio, através da formação de uma camada de óxido sobre a superfície da liga exposta à atmosfera de ar ambiente. Além disso, a elevada solubilidade do oxigênio causou difusão deste elemento ao longo de uma camada abaixo da superfície oxidada tendendo a aumentar a dureza e a resistência por solução sólida intersticial. Em atmosfera de ar ambiente a camada de óxido formada influenciou a dureza, o nível de deformação a frio e ocorreu fratura sob deformação.

#### 4 | CONCLUSÕES

De acordo com os ganhos de massa das amostras tratadas em atmosfera de ar ambiente concluiu-se que quanto maior o tempo de exposição da liga a uma atmosfera oxidante em altas temperaturas, maior o ganho de massa proveniente da camada de óxido formada e do oxigênio difundido.

As difrações de raios-X confirmaram as micrografias revelando a formação da fase  $\alpha$ ” nas condições em que as amostras foram resfriadas ao ar. A difração de raios-X na superfície da amostra confirmou a formação da camada de óxido (rutilo, anatase e brookita).

Foi verificado aumento de dureza das amostras homogeneizadas por 8h, de 194 HV em atmosfera de argônio para 270 HV em atmosfera de ar ambiente devido à difusão do oxigênio na liga de titânio. A exposição em atmosfera oxidante por mais tempo (24, 48, 72, 96 e 120h) produziu aumento máximo de dureza de 478 HV.

A difusão do oxigênio nas amostras homogeneizadas em atmosfera oxidante endureceu e fragilizou as amostras apresentando diversas trincas e fraturas em deformação a frio.

Com esse trabalho foi possível verificar que as condições de homogeneização da liga Ti-35Nb-0,15Si influenciaram diretamente a microestrutura, a dureza, as transformações de fases e o comportamento da liga em deformação a frio.

## REFERÊNCIAS

ASM Handbook. V9. **Metallography and Microstructures**. ASM International. Materials Park. OH, 2004.

CHEN, G. Z.; FRAY, D. J. FARTHING, T. W.; **Cathodic deoxygenation of alpha case on titanium and alloys in molten calcium chloride**. Metallurgical and Materials Transactions B, v. 32B, 2001.

DORAISWAMY, D.; ANKEM, S. **The Effect of Grain Size and Stability on Ambient Temperature Tensile and Creep Deformation in Metastable Beta Titanium Alloys**. Acta Materialia, v.51, pp. 1607-1619, 2003.

JING, B.; HUANG, Q.; LIANG, T.; et al. **Liquid–Solid Phase Equilibria of Nb-Si-Ti Ternary Alloys**, Chinese Journal of Aeronautics. v. 21, pp. 275-280, 2008.

KUMAR, S. **Thermal oxidation of Ti6Al4V alloy: Microstructural and electrochemical characterization**, Materials Chemistry and Physics, v. 119, p. 337–346, 2010.

MANTANI, Y.; TAJIMA, M. **Phase Transformation of Quenched  $\alpha'$  Martensite by Aging in Ti–Nb Alloys**, Materials Science and Engineering A, pp. 315-319, 2006.

NIINOMI, M.; NAKAI, M.; HIEDA, J. **Development of New Metallic Alloys for Biomedical Applications**, Acta Biomaterialia, v.8, pp. 3888-3902, 2012.

SOUZA, S. A. **Transformações de Fases e Correlações Microestrutura/Propriedades de Ligas Biocompatíveis dos Sistemas Ti-Nb e Ti-Nb-Ta**. Tese de D.Sc., UNICAMP, Campinas, SP, Brasil, 2008.

## LIGA DE MAGNÉSIO AZ91D: AVALIAÇÃO DA BIODEGRABILIDADE E DO COMPORTAMENTO MECÂNICO

### Ronaldo Veronês Nascimento

Universidade do Extremo Sul Catarinense –  
UNESC

Criciúma – Santa Catarina

### Ângela Beatriz Coelho Arnt

Universidade do Extremo Sul Catarinense –  
UNESC

Criciúma – Santa Catarina

### Marcio Roberto da Rocha

Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC  
Blumenau – Santa Catarina

### Steferson Luiz Stares

Universidade Federal de Santa Catarina  
Florianópolis – Santa Catarina

**RESUMO:** Neste trabalho foi estudada a biodegradabilidade e a resposta frente a esforços mecânicos de placas e parafusos fabricados a partir de uma liga comercial a base de magnésio. Materiais metálicos e suas ligas são frequentemente utilizados na fabricação de dispositivos ortopédicos e implantes para reconstrução óssea, pois podem associar propriedades mecânicas e de biodegradabilidade. O magnésio e suas ligas têm ganhado destaque nesse cenário, associado há necessidade do elemento magnésio no metabolismo humano. As ligas de magnésio apresentam resistência mecânica melhorada e permitem o controle das taxas de corrosão. A liga AZ91D utilizada

nesse trabalho é constituída de 8,5-9,5% de alumínio e 0,45-0,9% de zinco, em peso, com balanceamento do percentual de magnésio. Para avaliar a biodegradabilidade dessa liga, foi confeccionada uma placa com espessura de 1,3 mm que foi exposta a testes de corrosão conforme a norma ASTM F1635, em solução de Simulation Body Fluid (SBF) em área equivalente a 1,00 cm<sup>2</sup>. A resposta mecânica foi avaliada por ensaio de cisalhamento, com a utilização de parafuso com rosca métrica M2x0,6 com 9 mm de comprimento conforme norma ASTM F2502. A taxa de corrosão obtida para o tempo de ensaio permitiu uma análise qualitativa da liga na solução que simula os fluidos corporais. O valor obtido no ensaio de cisalhamento foi de 94,4 MPa, patamar que pode ser considerado satisfatório para dispositivos utilizados na fixação de fraturas.

### **PALAVRAS-CHAVE:**

Magnésio, biodegradabilidade, degradação, implantes.

**ABSTRACT:** This work is presented the study on the biodegradation and the mechanical stresses of plates and screws made from a commercial alloy magnesium base. Metallic materials and alloys are often used in the manufacture of orthopedic devices and implants for bone reconstruction, as they may involve mechanical properties and biodegradability. Magnesium and its alloys have gained prominence in this

scenario, there is associated need of magnesium element in human metabolism. Magnesium alloys have improved strength and allow control of corrosion rates. The AZ91D alloy used in this work consists of 8.5-9.5% aluminum and 0.45 to 0.9% zinc, by weight percent magnesium balancing. To assess the biodegradability of this alloy, was made a plaque with a thickness of 1.3 mm exposed to corrosion testing according to ASTM F1635, Body Fluid Simulation solution (SBF) equivalent to 1.00 cm<sup>2</sup> area. mechanical response was evaluated by shear test, using screw with metric thread triangular M2x0,6 9 mm long according to ASTM F2502 (2005). The corrosion rate for the time assay allowed a quantitative analysis of the alloy in the solution which simulates body fluids. The value obtained in the shear test was 94.36 MPa, a level that can be considered suitable for devices used in fracture fixation.

**KEYWORDS:** Magnesium alloy, biodegradability, strength.

## 1 | INTRODUÇÃO

Ligas a base de magnésio são comumente utilizadas na indústria de transporte e aeroespacial. Podem ser utilizadas em substituição aos biomateriais devido a sua abundância, e principalmente à similaridade de propriedades ao osso humano. O desenvolvimento e utilização de implantes biodegradáveis é uma área muito estudada, pois permite que os materiais utilizados sejam dissolvidos ou adsorvidos depois de implantados. Materiais da classe dos polímeros são comumente utilizados para esse fim, mas apresentam baixa resistência mecânica. <sup>[1]</sup>

Estudos *in vivo* demonstraram que o magnésio, que é um elemento essencial no metabolismo humano, é adequado como biomaterial para utilização em implantes médicos. O magnésio como material para implantes degradáveis fornece tanto biocompatibilidade como propriedades mecânicas, apresentando densidade específica (1,74-2 g/cm<sup>3</sup>) e módulo de Young (41-45 GPa) similares as do osso humano (1,8-2,1 g/cm<sup>3</sup>, 3-20 GPa). <sup>[1,2,3]</sup>

As ligas de magnésio apresentam resistência mecânica melhorada e permitem o controle das taxas de corrosão de acordo com os elementos adicionados. A liga AZ91D utilizada neste projeto é composta de 8,5-9,5% de alumínio e 0,45-0,9% de zinco, em peso, com balanceamento do percentual de magnésio, é uma das ligas de magnésio mais utilizadas comercialmente devido a sua excelente relação de peso e resistência mecânica e por apresentar baixa liberação de hidrogênio. No entanto, como todas as ligas a base de magnésio, esta liga possui grande suscetibilidade a corrosão <sup>[1,2,4]</sup> o que limita muitas aplicações de engenharia, especialmente em ambientes electrolíticos, aquosos. Porém, torna-se uma propriedade interessante para aplicações de biomateriais, em que a corrosão *in vivo* do implante à base de magnésio, com o devido controle, possibilita o desenvolvimento de um dispositivo bio-absorvível. <sup>[2,5]</sup>

A avaliação do comportamento mecânico através de ensaios de cisalhamento e das taxas de corrosão da Liga AZ91D em uma solução que simula os fluidos corporais

denominada de *Simulated Body Fluid* (SBF), fornecem informações que permitem qualificar a sua aplicabilidade como material para implantes biodegradáveis. [5,6,7]

Assim, neste trabalho foi avaliado o comportamento de *biodegradabilidade e a resposta mecânica em placas e parafusos, respectivamente fabricados a partir de uma liga comercial a base de magnésio*

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização do trabalho, foi utilizada a liga de magnésio AZ91D, na forma de lingotes fundidos, sem tratamento posterior. Este material teve sua composição química verificada por microsonda (HITACHI, mod. TM3030/Swift ED3000) e como referência a norma ASTM B94. A análise foi realizada em uma amostra com área de 10 mm<sup>2</sup> e os resultados expressam a média de cinco medições em diferentes áreas da referida amostra. Os resultados são apresentados na Tabela 1.

Elemento	Mg	Al	Cu	Zn	Mn	Si
%em massa	90,57	8,56	-	0,70	-	-
ASTM B94	Bal.	8,3-9,7	0,03 máx.	0,35-1,00	0,15-0,50	0,10 máx.

Tabela 01 – Composição química das amostras utilizadas.

Primeiramente os lingotes foram seccionados e torneados em um torno CNC (ROMI MOD) na forma de parafusos, conforme indicado na Figura 1 (a e b). As roscas obtidas foram laminadas com a utilização de um cossinete de aço rápido M2x0,5mm. O processo de usinagem ocorreu sem o uso de fluido refrigerante/lubrificante para evitar contaminação das amostras. Foram produzidos parafusos e placas, os quais tiveram suas características mecânicas e químicas, respectivamente avaliadas.

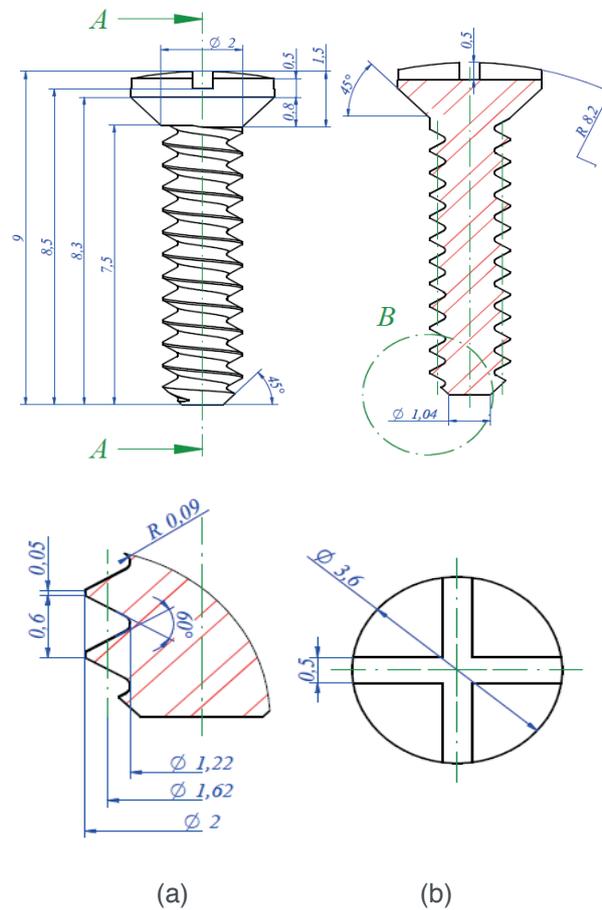


Figura 1: Desenho técnico do parafuso da liga AZ91 (dimensões em mm).

Para verificação do comportamento mecânico, foram realizados ensaios de microdureza Vickers (FUTURE-TECH, modelo FM-700) com carga igual a 200 gf com um tempo de indentação igual a 15 segundos. Os resultados obtidos representam a média de 05 medidas.

Para a determinação do comportamento de cisalhamento dos parafusos fabricados, foi construído o dispositivo mecânico de aço inox ASTM 304, apresentado na Figura 2. As amostras foram inseridas nas peças móveis do dispositivo formando um conjunto único. Após deslocamento, a amostra foi cisalhada em três partes perpendiculares ao longo de seu eixo. Foi utilizada uma máquina universal de ensaios (EMIC – modelo DL30000), com célula de carga de capacidade máxima de 500 N. A velocidade de deslocamento do cabeçote foi de 5 mm/min. Cinco amostras foram submetidas ao teste de resistência ao cisalhamento.

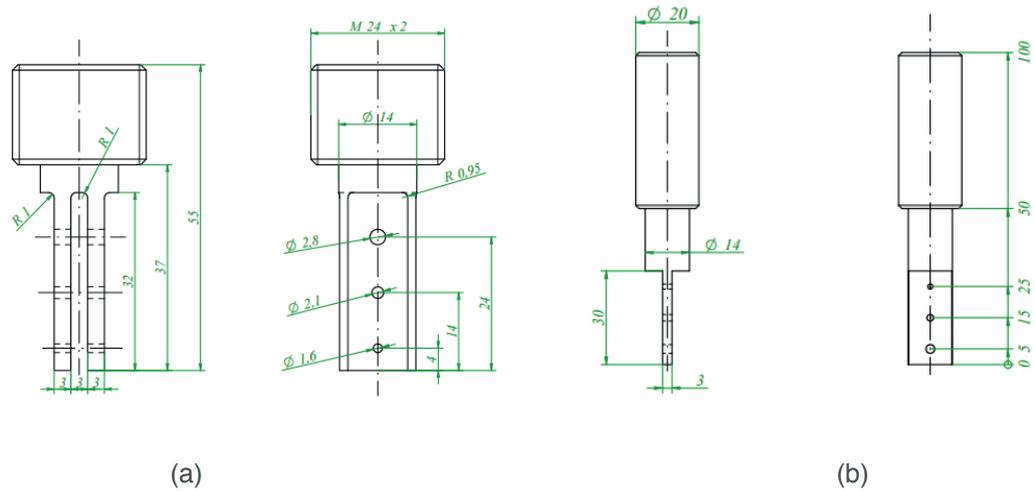


Figura 2: Desenho do dispositivo de ensaio de cisalhamento parte 1 (a) e parte 2 (b)

A resistência ao cisalhamento da amostra foi calculada, como:

$$\tau_{cp} = \frac{2 \cdot F_m}{\pi \cdot d^2}$$

Em que:

$T_{cp}$  = Resistência ao cisalhamento (MPa)

$F_m$  = Força máxima registrada (N)

$d$  = Diâmetro médio do parafuso (mm)

Para avaliação da biodegradabilidade e da taxa de corrosão da liga AZ91, foram confeccionadas placas, conforme Figura 3. Para obter as dimensões de 20 x 20 mm e 1,3 mm de espessura, as placas foram primeiramente usinadas (centro de usinagem ROMI, modelo D600), e após lixadas (# 2000), e submetidas ao teste de corrosão com a utilização de um Potenciostato/galvanostato (Biologic SP-2000) com célula de corrosão de 250 mL com uma rede de platina como contraeletrodo e eletrodo de referência de calomelano saturado (SCE), em contato com a solução de *Simulated Body Fluid* (SBF). O pH da solução foi mantido em torno de 7,45. Os ensaios foram realizados em temperatura média de 37 °C por circulação de água externa em banho termostático. A área da placa de exposição ao ensaio foi de 1 cm<sup>2</sup>. A composição da solução SBF utilizada foi: NaCl 8,03 g/L, NaHCO<sub>3</sub> 0,355 g/L, KCl 0,225 g/L, K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>·3H<sub>2</sub>O 0,311 g/L, MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,311g/L, 1,0 M HCl 39,0 mL, CaCl<sub>2</sub> 0,292 g/L, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,072g/L e tris ((OHCH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CNH<sub>2</sub>) 6,118g/L.

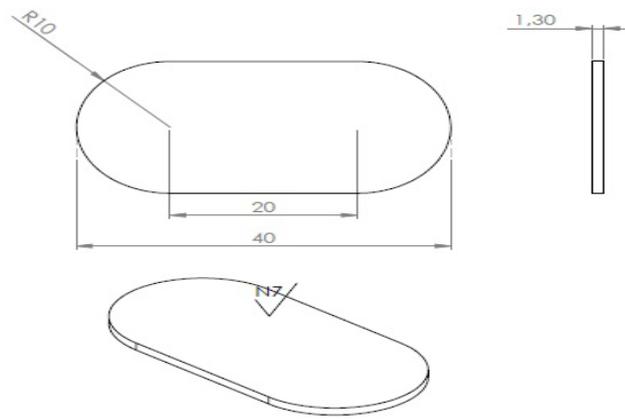


Figura 3: Desenho esquemático das placas (dimensões em mm).

Os testes foram realizados nos tempos de 15, 45, 60 e 120 min. Após um período de estabilização de 30 minutos na solução a espectroscopia de impedância eletroquímica foi obtida no potencial de circuito aberto (OCP) de 3 MHz a 100 mHz, com uma amplitude de tensão perturbativa de 5 mV. A polarização linear foi realizada por meio de uma velocidade de aplicação de potencial de 10 mV/min com uma variação de potencial de -500 mV vs Eoc até 500 mV, para determinação da taxa de corrosão. As medições electroquímicas foram determinados por espectroscopia de impedância. A polarização linear, usado para obter as taxas de corrosão, foi avaliada utilizando o software de CE-Lab. Foram realizados testes de corrosão por imersão, em temperatura média de 37°, com a utilização de três pinos imersos em 200 mL de solução SBF, por 3, 5 e 7 dias, respectivamente.

Para caracterização microestrutural e superficial, as amostras foram avaliadas via microscopia óptica (*Olympus, modelo BX41M-led*) e eletrônica de varredura (*Zeiss modelo MA10*), Para revelação das microestruturas do material na condição inicial, amostras extraídas do lingote foram lixadas e polidas e, posteriormente atacadas com reagente constituído de 5 ml de ácido acético e 95 ml de etanol.

### 3 | DISCUSSÕES DOS RESULTADOS

Na Figura 4 está apresentada a microestrutura obtida do lingote na sua condição de como recebido. Pode ser observada que a microestrutura é composta de fase alfa, com pequenas partículas precipitadas de fase beta (em menor quantidade) distribuídos nos contornos de grãos recristalizados. Pode também ser observada a ocorrência de pequenos poros na microestrutura do material, resultado do processo de solidificação.



Figura 4 – Microestrutura da amostra de AZ91D fornecido.

Os implantes com dimensões  $\varnothing 2,0 \times 10,5$  mm de comprimento fabricados no presente trabalho apresentaram uma resistência ao cisalhamento final de  $94,3 \pm 8,1$  MPa, a qual ficou acima da resistência do osso cortical de 68 MPa ao cisalhamento (COWIN et al., 2001), satisfazendo a necessidade dos valores de resistência mecânica do material para superar os valores de resistência do osso cortical para uma fixação segura. Os ensaios de cisalhamento efetuados na presente série mensuraram os efeitos cisalhantes na direção perpendicular ao longo do eixo do implante. Este modo foi selecionado devido a este tipo de carga ser importante na prática onde o escorregamento dos fragmentos ósseos nos planos da fratura cria um cisalhamento similar.

Os implantes de fixação são fabricados para aproximar e estabilizar o osso, melhorando a resposta de cura e a união biológica. Dispositivos bioabsorvíveis devem fornecer resistência mecânica inicial apropriada para suportar os esforços, o que, em última instância, serão suportados pelo osso cicatrizado.

Como a resistência do dispositivo bioabsorvível diminui com sua degradação, a carga resultante é transferida para o osso, transformando-se em um estímulo mecânico para a remodelação óssea. Para o bom desempenho do implante, este deve satisfazer requisitos de resistência mecânica e taxa de degradação para ser aceito como seguro na fixação de fraturas. Dessa forma, esta série de experimentos teve como objetivo obter os valores de resistência mecânica dos parafusos fabricados neste trabalho e compará-los com os valores apresentados em dados disponíveis na literatura. Na Figura 5 está representado o parafuso após o ensaio de resistência ao cisalhamento e na Figura 6 é observada a superfície de fratura do parafuso após ensaio de cisalhamento.

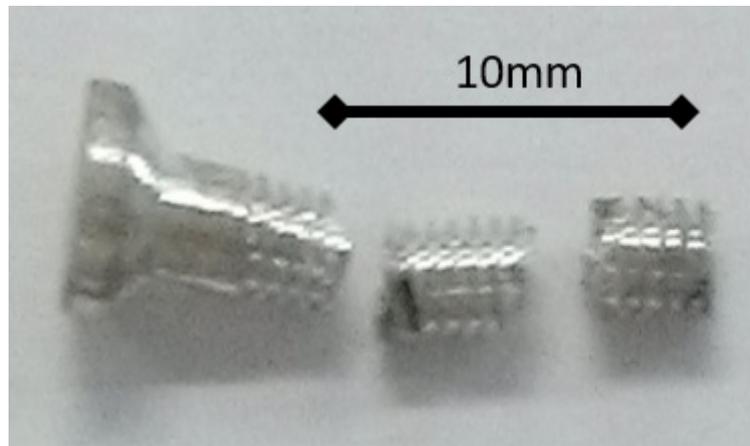


Figura 5: Parafuso de liga AZ91D submetido a cisalhamento duplo.

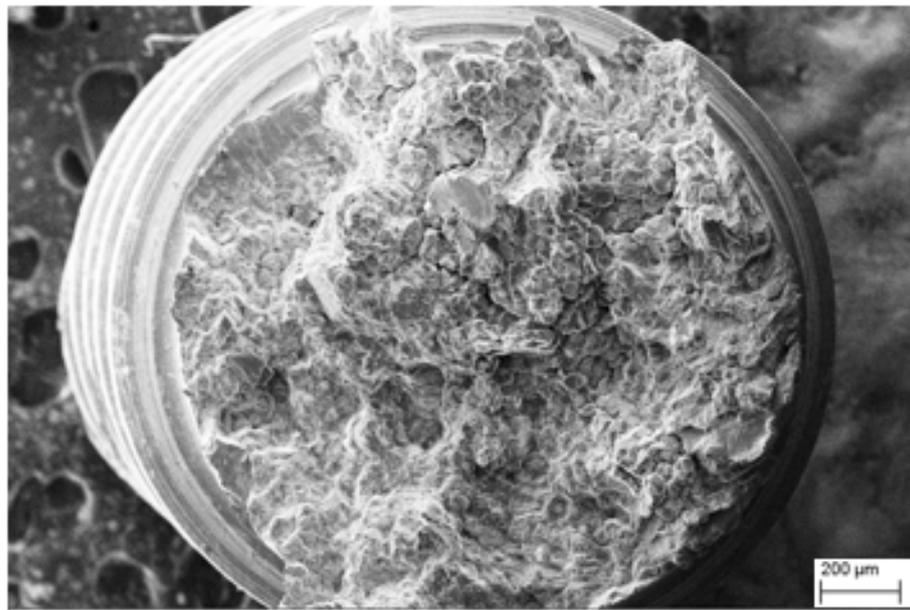


Figura 6 – Microestrutura de fratura do parafuso após ensaio de cisalhamento.

Os parafusos fabricados apresentaram baixa deformação plástica antes do seu rompimento. Isto resultou da presença de concentradores de tensão na liga fundida, da baixa coesão intergranular, e devido ao tipo de empacotamento atômico do magnésio (HC). De acordo com norma técnica, deformações inferiores a 3% em tração são esperadas nestas ligas. A média das medidas de dureza da superfície do parafuso foi de 68 HV.

Na Tabela 2 estão apresentadas as taxas de corrosão obtidas conforme o potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) e corrente ( $I_{corr}$ ) aplicados.

Tempo (min)	Ecorr (V)	Icorr ( $\mu\text{A}$ )	Taxa de corrosão (mm/a)
15	-1,644	38,759	0,85
45	-1,629	100,351	2,21
60	-1,614	65,400	1,44
120	-1,614	105,774	2,33

Tabela 2: Taxa de corrosão

Durante o ensaio de 60 minutos foi observado o turvamento da solução SBF, o que pode ter contribuído para a obtenção da taxa de corrosão de 1,44 mm/a, abaixo da taxa obtida no tempo de exposição de 45 min.

Na Figura 7 estão representadas as curvas de polarização da liga AZ91, nos respectivos tempos de 15, 45, 60 e 120 minutos.

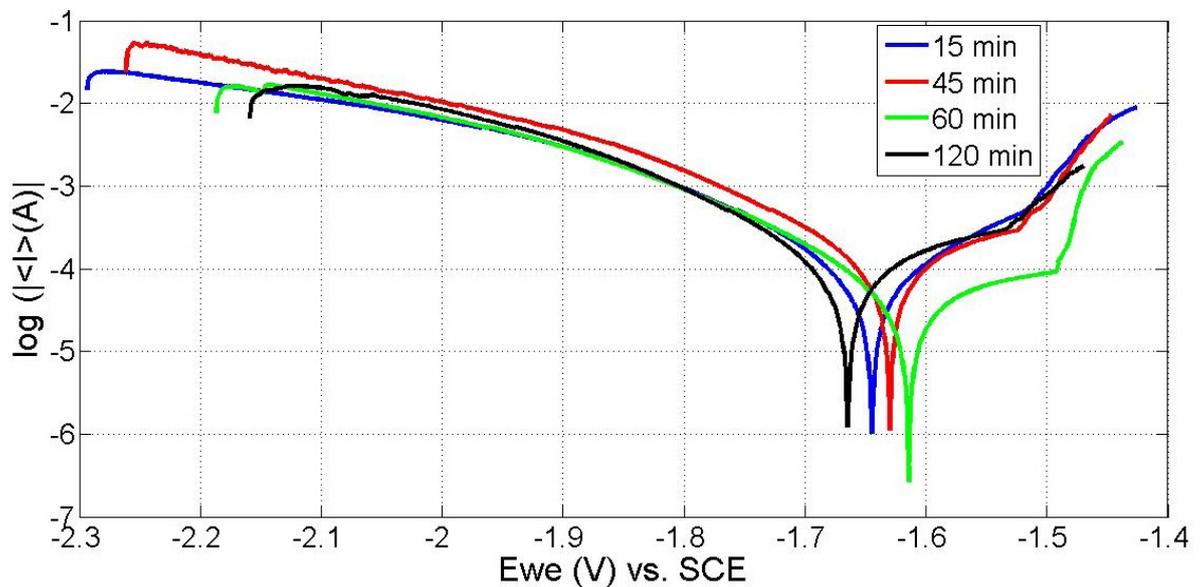


Figura 7: Curva de polarização da liga AZ91 em solução SBF.

O comportamento da liga foi praticamente constante, pequeno desvio foi obtido no tempo de 60 minutos. É importante salientar a sensibilidade da solução SBF, quanto a formação de precipitados de íons e consequente alteração no pH, o que pode ter contribuído para o desvio de comportamento.

Quanto à corrosão galvânica, o magnésio possui o mais elevado potencial de electronegatividade dos metais estruturais e, em consequência, uma grande tendência à polarização anódica em soluções salinas.

Em relação ao teste de corrosão por imersão, foi avaliada a superfície corroída dos parafusos após 3 dias de exposição. Nesse ensaio a perda de massa sofrida pelo parafuso em imersão foi 5 vezes menor que o valor inicial. Nos demais tempos 5 e 7 dias, respectivamente o parafuso foi totalmente corroído/dissolvido na solução SBF, fator esse monitorado pela alteração do pH, que ficou altamente alcalino.

Na Figura 8 é apresentada a superfície do parafuso produzido após 3 dias

de imersão na solução de teste. Nesta figura pode ser observada a ocorrência de corrosão localizada, de natureza não homogênea, e com maior intensidade na região de rosca do parafuso. A corrosão desenvolvida do tipo por pites é caracterizada a partir da propagação e coalescência de sítios e predominou nos parafusos produzidos. Este fato é importante, pois a corrosão por este mecanismo promove uma rápida incapacitação quanto ao suporte de carga destes elementos, o que poderia contribuir com uma falha prematura dos mesmos, caso aplicados em implantes. Outro fato é que possivelmente a deformação imposta no processo de abertura das roscas do parafuso teve impacto importante sobre o processo de corrosão, já que a alta concentração de defeitos cristalinos tende a aumentar o potencial de corrosão nessas regiões.

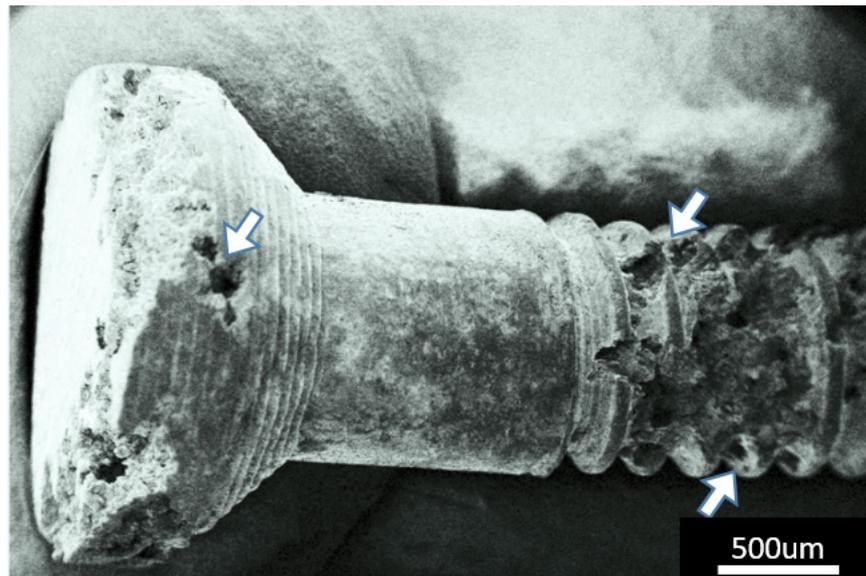


Figura 8: Parafuso após ensaio de corrosão por imersão em solução SBF. As setas indicam a ocorrência de corrosão localizada (pites) ao longo do corpo do parafuso.

#### 4 | CONCLUSÕES

A liga AZ91D apresentou resistência ao cisalhamento superior a 94 MPa a qual está acima do valor de referência para aplicação em condições de implantes. Porém, nos ensaios de corrosão na solução que simula os fluidos corporais (SBF), foi determinada uma taxa de corrosão de 2,33mm/a, o que pode ser considerada alta e levaria rapidamente à degradação do material e de suas propriedades mecânicas. Aliada a isto, também o modo de ocorrência da corrosão, com o desenvolvimento de pites e localizada intensamente nas regiões das roscas, indica que o processo de fabricação tem forte efeito sobre a durabilidade dos artefatos produzidos com a liga AZ91D. A intensa deformação contribui de forma significativa na taxa de corrosão e, portanto, deve ser considerada no projeto dos artefatos produzidos com esta liga.

Por fim, maiores estudos ainda se fazem necessários para definir a relação quantitativa entre a taxa de corrosão e a deformação imposta, bem como os modos de

minimizá-las de forma eficiente.

## AGRADECIMENTOS

À J. T. Langbehn, e F. A. Xavier pelo fornecimento do material utilizado no presente trabalho.

## REFERÊNCIAS

KIRKLAND, N.T. et al. ***A survey of bio-corrosion rates of magnesium alloys***. Corrosion Science. Volume 52, Issue 2, February, 2010. p287-291

STAIGER M.P et al. ***Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: A review***. Biomaterials, v.27, 2006. p1728-1734

WITTE, F. ***The history of biodegradable magnesium implants: A review***. Acta Biomaterialia, v.6, 2010. p1680-1692

XIN, Y; HU, T.; CHU, P.K. ***Invitro studies of biomedical magnesium alloys in a simulated physiological environment: A review***. Acta Biomaterialia, v.7, 2011. p1452-1459

ZHAO, D. *et al.* ***Current status on clinical applications of magnesium-based orthopaedic implants: A review from clinical translational perspective***, Biomaterials, v.112, 2017. p287-302

ZHENG, Y.F.; GU, X.N.; WITTE, F. ***Biodegradable metals***. Materials Science and Engineering: R: Reports, Volume 77, March 2014. p.1-34

ZHOU, Y. eT all. ***Microstructures, mechanical and corrosion properties and biocompatibility of as extruded Mg–Mn–Zn–Nd alloys for biomedical applications***. Materials Science and Engineering: C, Volume 49, 1 April 2015. p.93-100

## INFLUÊNCIA DO PH E DO TEMPO DE IMERSÃO NA SILANIZAÇÃO JUNTO DE TANINOS PARA PROTEÇÃO ANTICORROSIVA DE AÇOS GALVANIZADOS

**Bruno Pienis Garcia**

LACOR - Univeridade Federal do Rio Grande do Sul

Porto Alegre - RS

**Álvaro Meneguzzi**

LACOR - Univeridade Federal do Rio Grande do Sul

Porto Alegre - RS

**RESUMO:** Os estudos apresentados propõem uma nova alternativa à utilização do cromo hexavalente na preparação de superfícies de aço galvanizado para pintura, que precisam ter uma capacidade anticorrosiva relevante. Propomos através de tratamentos de superfície por imersão utilizando silano junto ao inibidor tanino, uma alternativa aos revestimentos protetores do tipo barreira empregados em aços galvanizados. Utilizou-se de diferentes pH's para se avaliar qual o melhor comportamento levando se em consideração a acidez da solução e em quais tempos de imersão a sinergia é promovida. Os substratos foram desengraxados e depois da imersão curados para posterior caracterização por técnicas eletroquímicas, MEV e EDS. Os ensaios revelaram uma boa sinergia entre o silano TEOS e o inibidor tanino. Alguns parâmetros demonstraram um desempenho superior comparado ao galvanizado sem

tratamento. A alternativa proposta tem potencial e indica que no futuro podemos apresentar uma alternativa concreta para a substituição do cromo em processos industriais.

**PALAVRAS-CHAVE:** silanização, taninos, TEOS, aço galvanizado

**ABSTRACT:** The studies presented propose a new alternative to the use of hexavalent chromium in the manufacture of galvanized steel surfaces for painting, which must have a relevant anticorrosion capacity. We propose by immersion for surface treatments using silane with the tannin inhibitor, an alternative to the protective coatings used in galvanized steel. We used different pH's to evaluate what the best behavior taking into account the acidity of the solution and in which synergy immersion times is promoted. Substrates were cleaned and after immersion cured for further characterization by electrochemical techniques, SEM and EDS. The tests revealed a good synergy between the TEOS silane and tannin inhibitor. Some parameters have demonstrated superior performance compared to galvanized steel without treatment. The alternative proposal has potential and indicates that in the future we can provide a real alternative for the replacement of chromium in industrial processes.

**KEYWORDS:** silanization, tannins, TEOS, galvanized steel

## INTRODUÇÃO

Uma das grandes tarefas da ciência que trabalha no desenvolvimento de revestimentos protetores anticorrosivos é aliar materiais que possam ter propriedades resistentes contra qualquer tipo de corrosão, junto de técnicas e substâncias que possam ser alternativas sustentáveis. O resultado dessas ações promove uma interação inteligente de tecnologia e consciência, para que possamos cada vez mais inibir os processos corrosivos e diminuir os gastos empregados com substituição de peças e manutenção de equipamentos, além de preservar o meio ambiente.

O aço galvanizado é um material amplamente utilizado em vários dos setores de construção pois tem como característica ser altamente resistente mecanicamente além de ser dúctil. Juntamente disso, a sua capacidade de se defender contra a corrosão pelos revestimentos que este material lança mão garantem a ele um emprego quase certo em todas as ocasiões que se necessita de um material de grande qualidade.

Um dos tratamentos mais comuns que este material se utiliza para garantir seu total rendimento é o revestimento de conversão à base de cromato aumentando sua resistência anticorrosiva e também a sua capacidade de aderir a outros materiais subsequentes como as tintas, sendo este até hoje o método mais efetivo na preparação deste metal.<sup>(1)</sup>

Apesar de garantir grandes propriedades ao aço galvanizado a ciência tenta desenvolver novas alternativas ao emprego do cromato visto que este é um material altamente cancerígeno e nocivo aos seres humanos e ao meio ambiente, respectivamente.

Com o desenvolvimento da pesquisa algumas formas de se tentar a exclusão do uso de cromatos vem sendo apresentadas como é o caso dos revestimentos a base de silanos, pois apesar de também gerarem resíduos em uma escala bem menor e que também merece atenção, são caracterizados por terem uma fácil destinação e tratamento.

Os silanos que são considerados ótimos agentes de acoplamento e podem apresentar satisfatórias ligações entre as interfaces orgânicas e inorgânicas oferecendo uma boa aderência entre tintas e substrato.

Junto dessa alternativa mais sustentável vem se estudando cada vez mais substâncias orgânicas que possam auxiliar na contenção da corrosão em diversos tipos de materiais e um deles é o tanino, que é um inibidor natural de corrosão, extraído de plantas, atóxico e biodegradável.<sup>(2)</sup>

O emprego de silanos possui a capacidade de proteger o metal da corrosão através do método de barreira, mas que precisam ser densos e de preferência hidrofóbicos. Entretanto a camada obtida normalmente não é de alta qualidade apresentando trincas, falhas e poros na estrutura<sup>(2)</sup>. Logo, nessa pesquisa tem-se o objetivo de se aplicar o tanino junto na superfície como uma opção a essas características, inibindo qualquer oxidação que possa ocorrer devido esses fatores.

## MATERIAIS E MÉTODOS

A primeira parte do trabalho foi realizada para que encontrássemos qual a faixa de pH seria mais sinérgica entre o silano TEOS e o inibidor natural Tanino. Logo após encontrarmos a faixa ideal analisamos em diferentes tempos de exposição o comportamento do revestimento através de análises eletroquímicas.

Para todas as amostras de aço galvanizado previamente ao processo de obtenção do revestimento na superfície foi utilizado um processo de limpeza, para que eliminássemos quaisquer gorduras e sujeiras da área que seria recoberta. A limpeza foi feita com a ajuda de um desengraxante alcalino da marca Saloclean 667N fornecido pela Klintex® na concentração de 70g/L sendo elas previamente lavadas com detergente e esponja para remover o excesso de sujidades e só assim passarem para essa solução durante 10min e 80 °C. Foi escolhido um desengraxante alcalino pois os grupos hidroxila provenientes da solução adeririam a superfície em grande quantidade favorecendo a ligação dos grupos silanol com o substrato, resultando em um revestimento mais homogêneo e denso.

Após ficarem imersas em solução todas as amostras passaram pelo teste de quebra d'água, para garantir a efetividade do procedimento.

As soluções para imersão e obtenção do revestimento foram feitas utilizando-se o silano do tipo TEOS fornecido pela Sigma-Aldrich 98% e dissolvido em água, deionizada e destilada e álcool etílico na proporção 2%, 49%, 49% junto do inibidor Tanino dissolvido na mesma solução na concentração de 2g/L. O tempo de hidrólise do silano TEOS com Tanino foi de 24 horas.

A etapa de imersão foi realizada com um elevador de discos MA 765 Marconi no qual foi empregado uma velocidade de 420mm/min para descida e subida do aço galvanizado e um tempo de imersão de 2 minutos visto que a espessura do filme não se altera muito entre períodos que variam de 30 segundos a 30 minutos<sup>(4)</sup>.

Após o recobrimento com o filme de silano todas as amostras foram colocadas na estufa para a etapa de cura durante 1 hora e com a temperatura de 100°C para que se finalizasse a confecção do filme protetivo.

Nesta primeira parte o pH foi variado de 2.5 até 11.5. Após identificarmos que a melhor faixa de pH ficava compreendida entre os valores de 4,5, 5,5 e 6,5 (todos ajustados com Ácido acético ou Hidróxido de Sódio) as amostras foram analisadas em diferentes tempos para estudarmos de que modo a sinergia dos compostos funcionava melhor. A cromatização foi realizada utilizando-se os mesmos parâmetros com a solução de Na<sub>2</sub>S, CrO<sub>3</sub> e NaCl com um tempo de imersão de 2 minutos.

As análises feitas foram de Polarização Pontenciodinâmica e Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) utilizando células de três eletrodos com solução de 0,1M de NaCl, contendo um eletrodo de referência do tipo Ag/AgCl e um contra eletrodo de platina, sendo o eletrodo de trabalho o substrato em análise. Ainda, se avaliou as imagens das superfícies com a ajuda de um Microscópio Eletrônico de Varredura

(MEV) e também os elementos que estavam presentes na superfície lançando mão de um EDS.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

### Espectroscopia de Impedância Eletroquímica

As figuras (1) e (2) abaixo apresentam os gráficos de impedância obtidos com diferentes valores de pH na solução de TEOS e Tanino comparados com as amostras de branco e cromatizado. Nas figuras (1) e (2) apresenta-se as condições básicas e ácidas respectivamente. Já na figura (2) apresenta-se as condições escolhidas para a posterior análise em diferentes tempos de exposição.

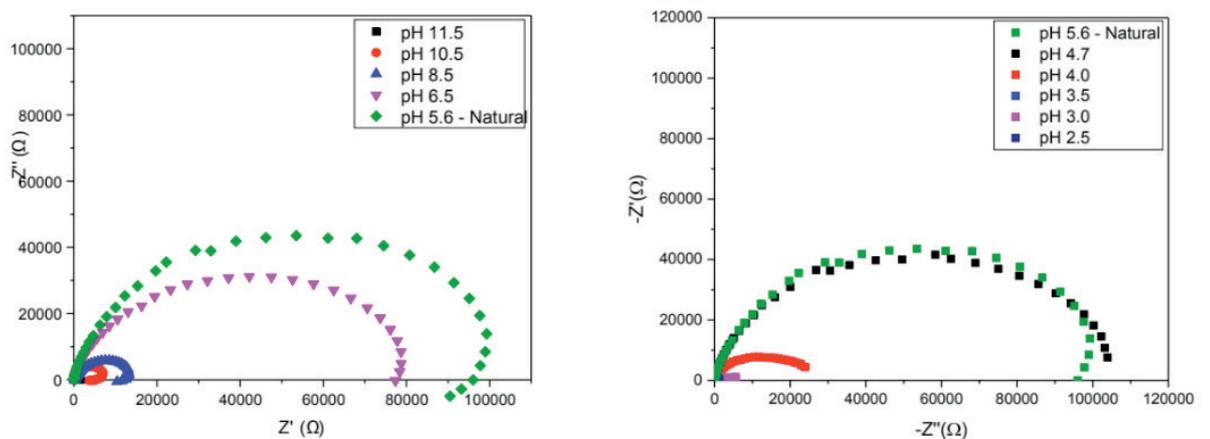


Figura 1 Espectroscopia de impedância eletroquímica para valores de pH básicos e ácidos junto do pH natural da solução.

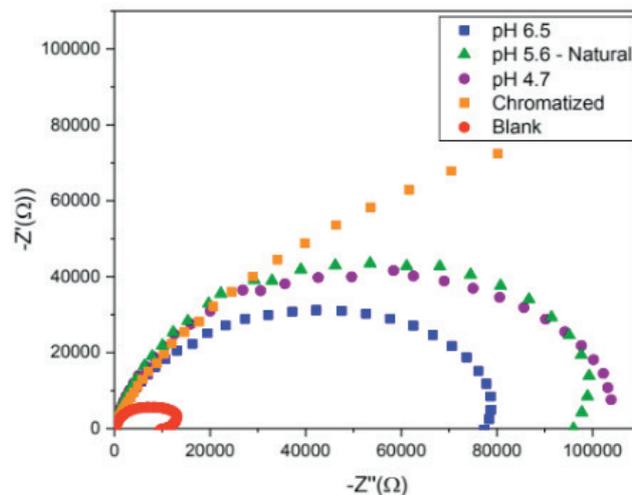


Figura 2 Espectroscopia de impedância eletroquímica dos valores de pH escolhidos para posterior exposição junto das curvas de cromatizado e branco.

Fica evidente que os valores de pH 6.5, 5.6 (Natural, sem calibração do pH) e 4.7, foram as condições onde se apresentaram as melhores resistências nos ensaios de impedância. Assim, estes valores após serem definidos como as faixas a serem aprofundadas neste estudo, foram novamente ensaiadas mas com diferentes tempos de exposição novamente se utilizando da espectroscopia de impedância eletroquímica. Os fatores avaliados nesta segunda etapa consistiram-se na variação da concentração de Tanino (2g/L e 10g/L) e o tempo de imersão dentro da solução (2min e 10min). Todas as amostras tiveram diferentes tempos de exposição que foram: tempo zero, realizadas logo após o revestimento estar pronto, 2 semanas e, 1 mês. Já a nomenclatura das amostras segue a seguinte norma: 1º Valor de pH, 2º Concentração de Tanino em solução e 3º Tempo de imersão. Abaixo seguem-se os espectros obtidos com todas as amostras em todos os diferentes tempos avaliados além dos mesmos resultados com as amostras de Branco (Galvanizado sem revestimento) e Cromatizado.

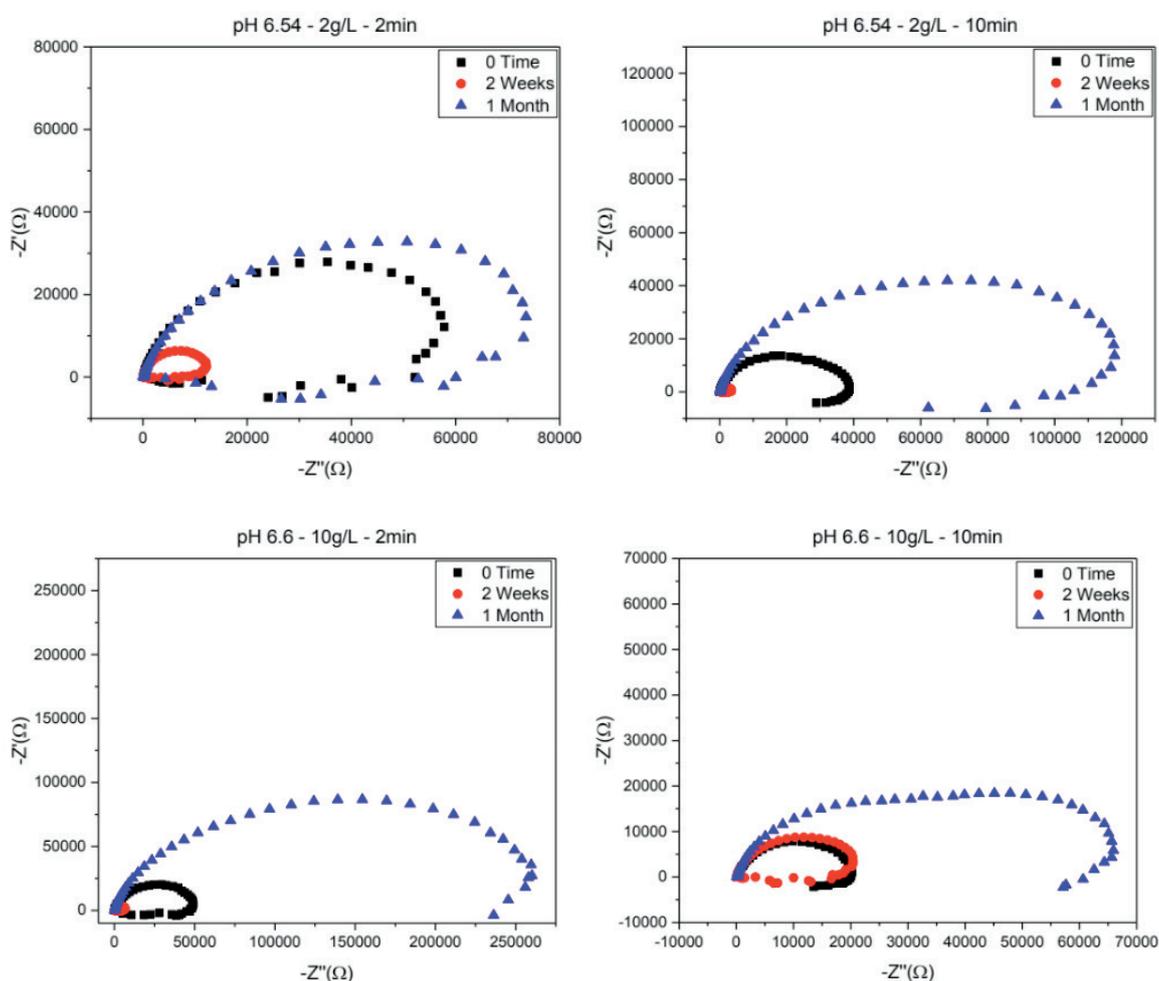


Figura 3 Diagramas que mostram a variação do pH básico com duas concentrações de tanino (2g/L e 10g/L) e dois tempos de imersão (2min e 10min).

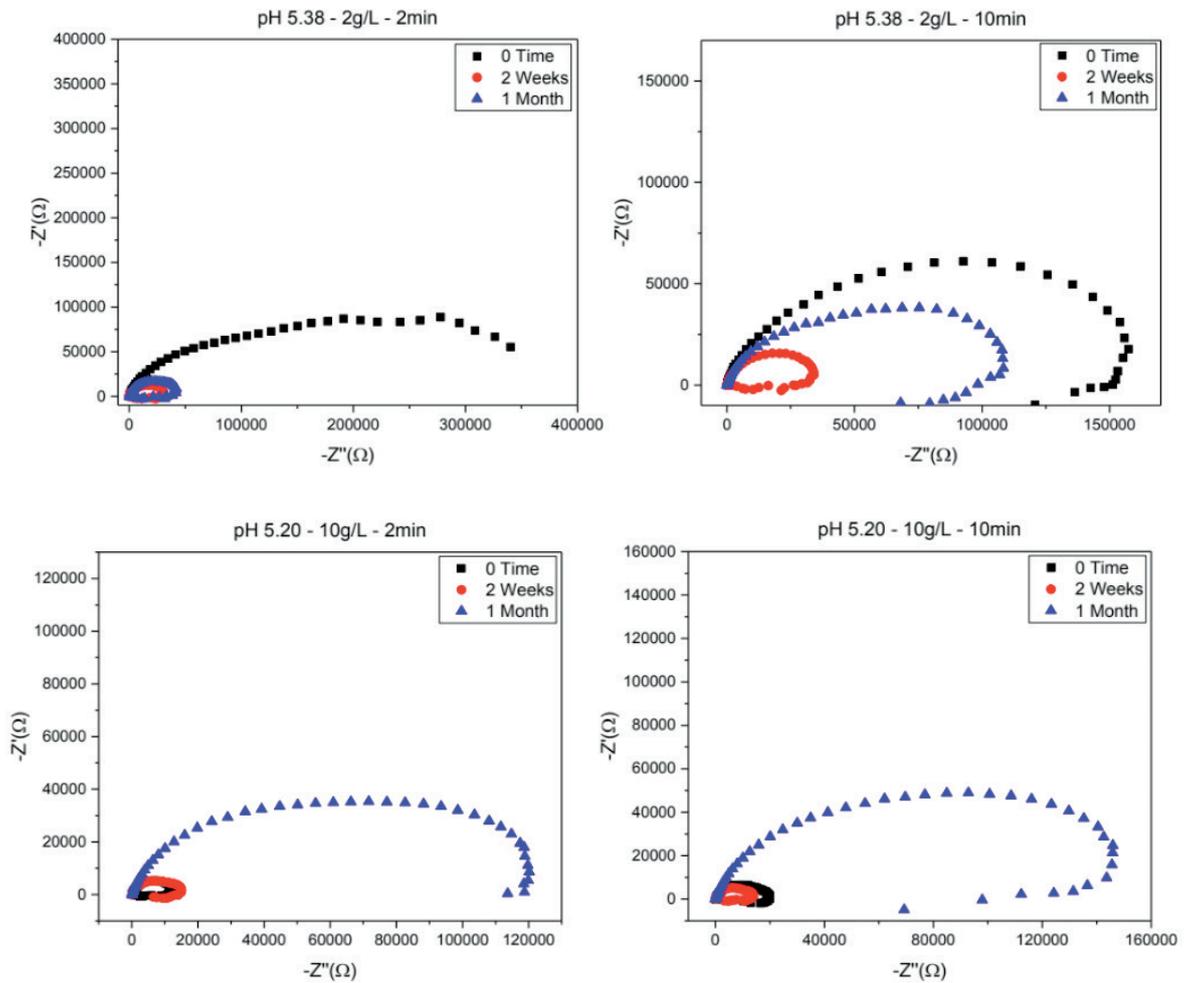
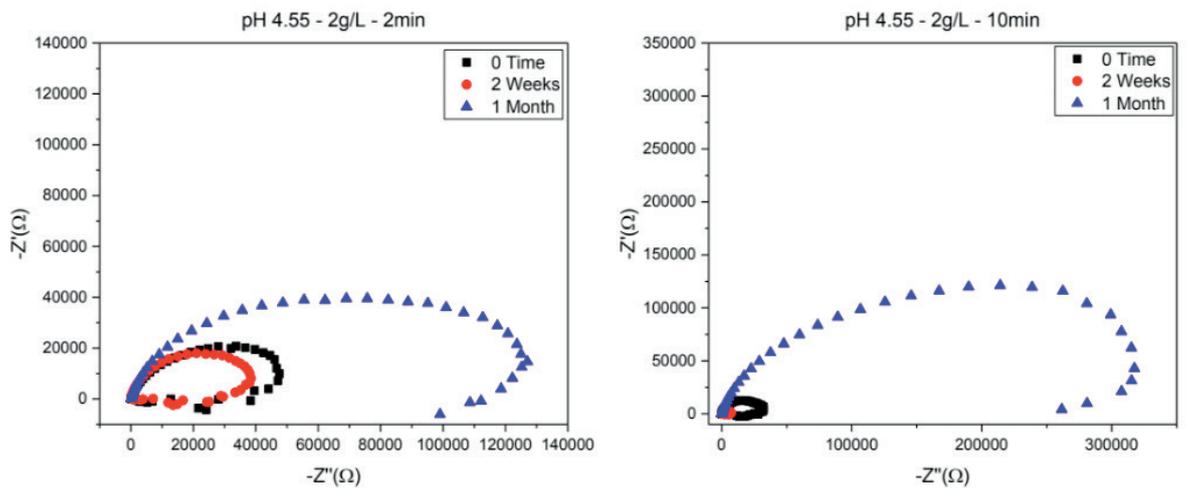


Figura 4 Diagramas que mostram a variação do pH natural com duas concentrações de tanino (2g/L e 10g/L) e dois tempos de imersão (2min e 10min).



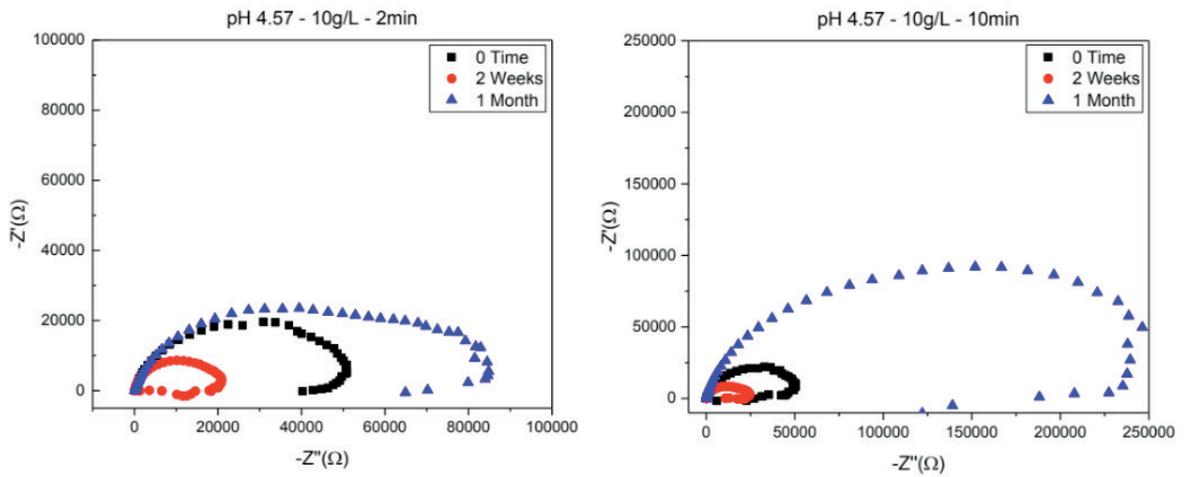


Figura 5 Diagramas que mostram a variação do pH ácido com duas concentrações de tanino (2g/L e 10g/L) e dois tempos de imersão (2min e 10min).

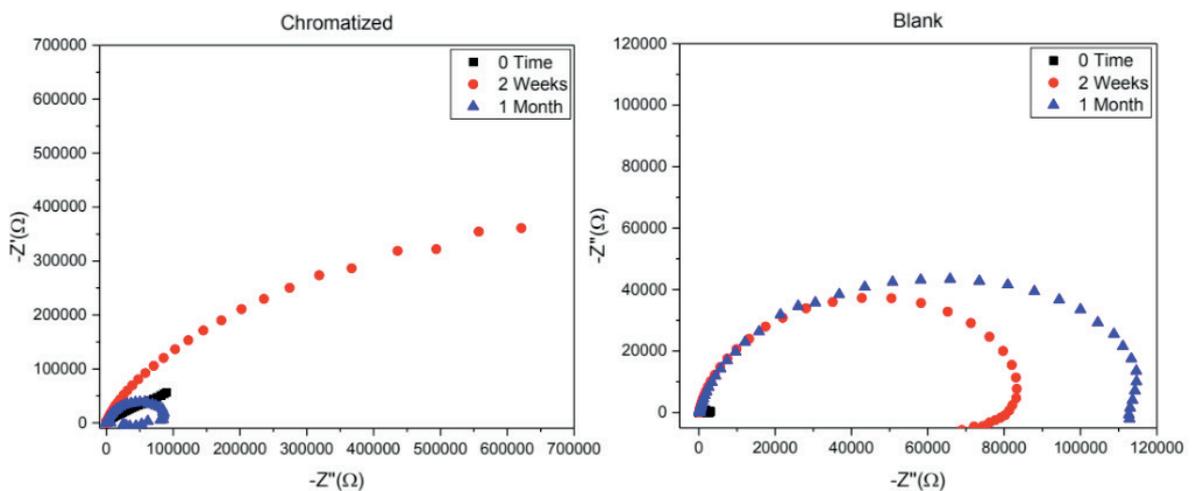


Figura 6 Diagramas que mostram a variação dos comportamentos de peças cromatinizadas e brancas com 3 diferentes tempos de exposição.

Investigando os resultados apresentados após os três tempos de exposição das amostras salientamos algumas condições que foram mais resistentes ao mesmo sistema e assim, para explorar ainda mais esses resultados, efetuamos análises de MEV e EDS.

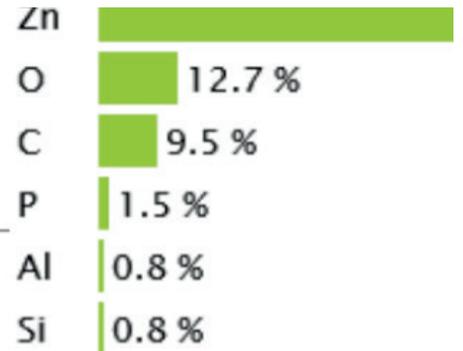
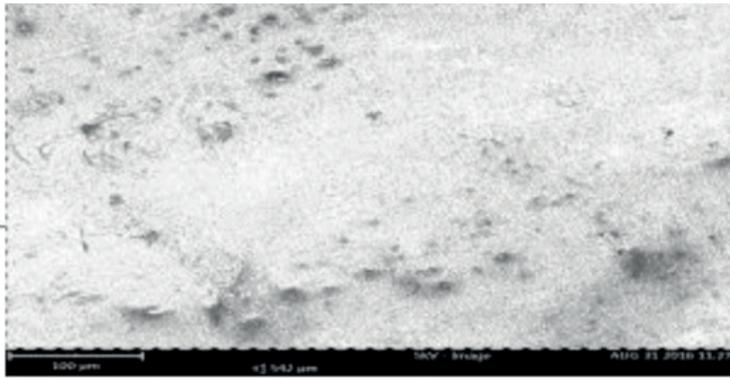
### Microscópio Eletrônico de Varredura e Espectroscopia de Raios-x de Energia Dispersiva

Experimentos utilizando MEV e EDS foram empregados no estudo com as amostras que tiveram melhores resultados nos tempos de exposição de 1 mês. Logo, as figuras abaixo mostram as imagens das amostras de pH 6.6 – 10g/L-2min, pH 5.38 – 10g/L – 10min, pH 4.55 – 2g/L – 10min, pH 4.55 – 10g/L – 10min e seus respectivos espectros de EDS para tempos de exposição de 2 semanas.

pH 6.6 – 10g/L-2min

MEV

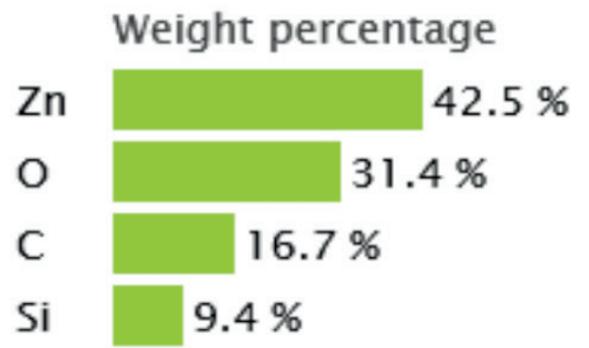
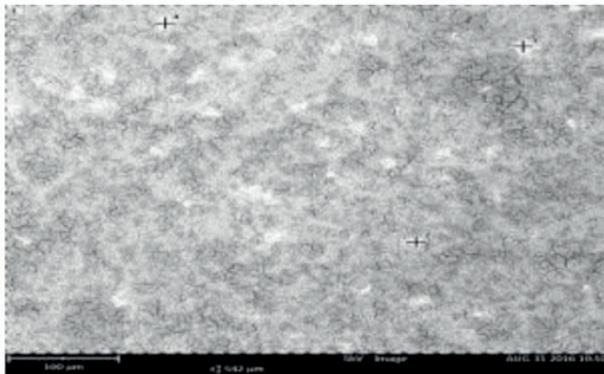
EDS



pH 5.38 – 10g/L – 10min

MEV

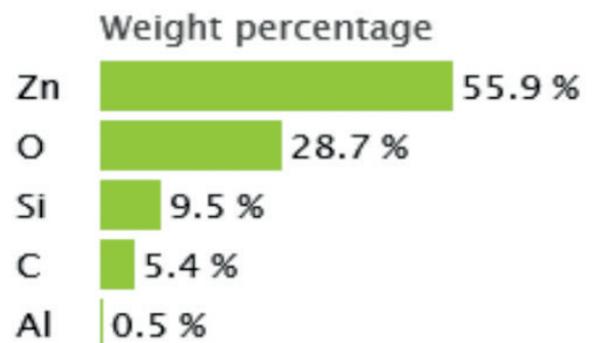
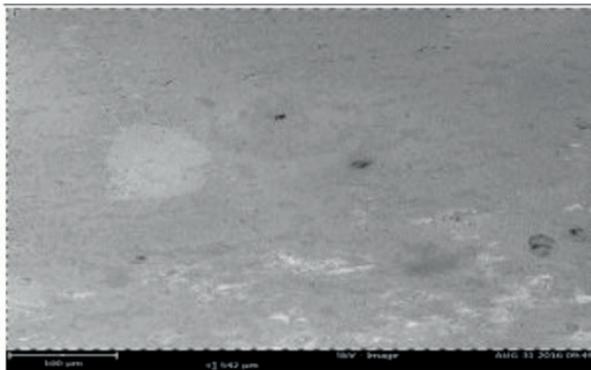
EDS



pH 4.55 – 2g/L – 10min

MEV

EDS



pH 4.55 – 10g/L – 10min

MEV

EDS

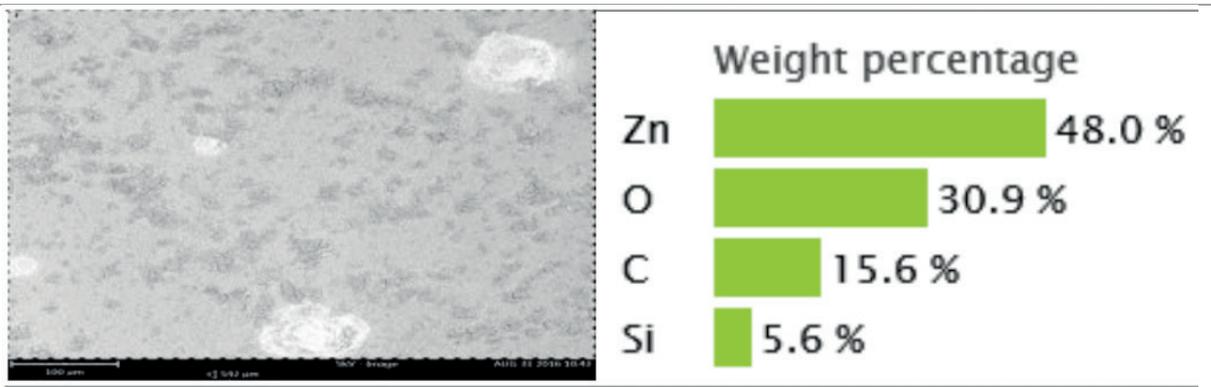


Tabela 1 Análises de MEV e EDS para as amostras com melhor resistência nos experimentos de impedância eletroquímica.

Com base nos resultados apresentados pelos experimentos mostrados acima podemos inferir que o aumento nos tempos de imersão das amostras em solução favoreceu um aumento da aparição de Silício nas superfícies dos substratos, uma vez que utilizamos uma tensão baixa da ordem de 5Kv para termos uma avaliação primordialmente superficial. Já para concentrações mais altas de tanino da ordem de 10g/L verificou-se uma maior concentração de carbono no EDS confirmando assim a presença de Tanino e também para maiores tempos de imersão a quantidade de Zinco diminui consideravelmente mostrando que uma camada mais densa e homogênea de Silano e Tanino foi obtida. Fazendo ainda uma comparação entre os resultados de EIE e EDS conseguimos enxergar que os melhores resultados acontecem para a faixa de pH compreendida entre 4.5 pois é nessa faixa que variando as concentrações de Tanino e tempos de imersão obtemos uma maior sinergia entre o sistema Zinco (superfície do aço galvanizado) Silano TEOS e Tanino. Tanto as impedâncias imaginárias quanto as reais foram as maiores nessa faixa quanto os valores de zinco comparados juntamente com os valores de Silício e Carbono.

## CONCLUSÃO

Após encontrarmos as três melhores faixa de pH, que foram apresentadas como sendo ácida, básica e a natural, os sistemas que melhor se adequaram aos fatores e condições impostas durante os ensaios foram compreendidos por pH 6.6 – 10g/L-2min, pH 5.20 – 10g/L – 10min, pH 4.55 – 2g/L – 10min, pH 4.55 – 10g/L – 10min. Além disso, com ensaios de MEV e EDS, e fazendo uma análise conjunta com os resultados obtidos por EIE, descobrimos que a faixa que trabalha sinergicamente junto de Silano TEOS, Tanino e Zinco é a faixa ácida, mesmo variando a concentração de Tanino e o tempo de imersão. Maiores estudos ainda precisam ser feitos para indicarem condições onde uma interação ainda maior possa ser apresentada de modo

a ser definitivamente uma alternativa a utilização de cromatos.

## REFERÊNCIAS

J. FERREIRA, R. S. T. **Revestimento a base tanino para substituição de cromatização em aço galvanizado.** In: 4º Congresso Internacional de Tecnologias para o Meio Ambiente. Bento Gonçalves – RS, Brasil: 2014

BASTOS, L. L. **Revestimento de silano com inibidor a base de tanino para o aço galvanizado.** 2013, Dissertação, Universidade Federal do Rio Grande do Sul,

DOUGLAS MARGAREZZI SCHMIDT. **Obtenção e avaliação de revestimentos de silano e tanino para a substituição da cromatização em aços galvanizados.** Junho de 2016, 54p. Universidade Federal do Rio Grande do Sul,

P. PUOMI, W. J. VAN O. **Corrosion Protection Properties of Organofunctional Silanes – An Overview.** Corros. Prot. Prop. Organofunctional Silanes –An Overv., v. Volume 10, p. 25, 2005.

## A NEW PROCEDURE TO DETERMINE THE PERMITTIVITY OF RADAR ABSORBING MATERIALS

### **Tamara Indrusiak Silva**

Brazilian Army Technological Center, Av. das Américas, 28705 - Barra de Guaratiba, Rio de Janeiro - RJ, 23020-470, tammy.indrusiak@gmail.com.

### **Iaci Miranda Pereira**

Brazilian Army Technological Center, Av. das Américas, 28705 - Barra de Guaratiba, Rio de Janeiro - RJ, 23020-470.

### **Jorge A. Mitrione Souza**

Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro

### **Marbey Manhães Mosso**

Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro

### **Ângelo M. Leite Denadai**

Federal University of Juiz de Fora, Campus Governador Valdares

### **Jéferson Gomes da Silva**

Federal University of Juiz de Fora, Campus Governador Valdares

### **Alan Reis de Oliveira**

Federal University of Juiz de Fora, Campus Governador Valdares

### **Bluma Guenther Soares**

Federal University of Rio de Janeiro

test sets. Most of the techniques usually execute EM characterization of RAM with waveguides and vector network analyzer (VNA) that involves calibration procedures time consuming, complexity and are always frequency band limited according waveguide high pass and dominant mode operation. However, this combination holds certain complexities such errors or noise. Besides, waveguides, even at X band, are configured as large hollow metal pipes with very difficult assembling during measurements procedures. To reduce those complexities and problems, this paper proposes a new approach, using time domain reflectometry (TDR), for measuring the EM properties. The TDR evaluates the reflections in a transmission line and permits to analyze the properties that cause the reflection. Thus, in the present work, the scalar reflection loss techniques are used to characterize epoxy and epoxy/nanoferrite systems to be used as RAM. The epoxy/nanoferrite systems were produced by modifying the epoxy resin with nanoparticles of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  at concentrations of 0%, 10% and 20%. Results certify that TDR techniques can be used for EM characterization, being a less time consuming measurement and broadband measurement method.

**KEYWORDS:** radar absorber material, permeability, permittivity, vector network

**ABSTRACT:** Permittivity is an important electromagnetic (EM) property of materials used as radar absorbing material (RAM). Nowadays, there are many methods for measuring this property although they require very complicated

analyzer, time domain reflectometer, iron oxides.

## 1 | INTRODUCTION

As mentioned before, permeability and permittivity are important electromagnetic properties of materials used as Radar Absorber Material – RAM (CULLITY; GRAHAM, 2009; DIAS; MARTIN; REZENDE, 2012). Nowadays, there are many methods for measuring those properties, which several times requires complicated test sets or limits the dynamic range (MORADI, 2007). Nevertheless, the majority of electromagnetic characterization of absorbing materials is executed using a diversity of waveguides or transmission lines and the parameters are measured by vector network analyzer (VNA) (COLLIER; SKINNER, 2007). However, this method holds certain complexities which may create errors or noise that are ignored by the researcher. For example, as many as 15 complex error terms can be found during the calibration of a two-port VNA, i.e.: wrong calibration between analyzer and waveguide through connecting cables, adapter and connectors (BARMUTA et al., 2014). Another problem is the accuracy required for sample holders and all waveguide sections. Therefore, the sample must be exactly the same size of those sections, reducing the characterization to a small number of samples (BROWN, 1946). As the manufacturing tolerance becomes a significant portion of the waveguide size, its dimensions restricts the frequency band (AGILENT TECHNOLOGIES, 2004; COLLIN, 1992) Thus, measurements at different frequency bands require different waveguides and calibrations, and, therefore, the quantification may become impossible. For instance, for lower frequencies, the waveguide dimensions become impractically large, and for higher frequencies the dimensions become impossibly small (AGILENT TECHNOLOGIES, 2004). In these situations, the RAMs are mainly characterized using calibration kit in the X-band (8.2-12.4 GHz).

Besides calibration, the quality and stability of the cables, adapters and connectors can affect the measurement (DUNSMORE, 2012) and may result in wrong calibration and inaccuracy. As highlighted at Handbook of Microwave Component Measurements (DUNSMORE, 2012), the first-order effect of cables add loss and mismatch in a measurement. For short cables, the loss is not significant but the mismatch can add directly to the source match and directivity of the VNA to degrade performance. With error correction, the effect of mismatch can be substantially reduced (to the level of the calibration standards quality) with cable stability, but since cable instability limits the repeatability of the cable mismatch and often is the dominant error in a return-loss measurement. Furthermore, when applying the VNA technique, the permittivity is obtained by Nicolson-Ross-Weir (NRW) algorithm based on ASTM D5568, that may become unstable signal when S11 results are close to zero (PAULA; REZENDE, 2011; PEREIRA, 2007).

To overcome the disadvantages associated to the VNA measurements in this work a new approach using microstrip line is being presented. The new method uses basic concepts of transmission line allied to a much more simple assembly and calibration.

## 2 | MATERIAL AND METHODS

### 2.1 Sample Preparation

$\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ , and  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  were prepared through the hydrothermal reaction of metal sulfates or mixture of them in a highly alkaline and oxidative environment ( $[\text{NaOH}] = 1.25 \text{ M}$  and  $C_{\text{H}_2\text{O}_2} = 0.625 \text{ \% v/v}$ ) at  $120 \text{ }^\circ\text{C}$  during 2 h. The reactions were conducted in an automatized isothermal reactor containing a stainless metallic vessel of 1.2 L coupled with a collecting real-time data of T ( $^\circ\text{C}$ ), pH and pressure ( $\text{kgf/cm}^2$ ). Following, the materials were washed and removed from aqueous environment by filtration. Then, they were incorporated in a commercial epoxy resin at proportion of 10% and 20% wt. Each composite resin was applied onto an aluminum plate with dimensions of 5 cm x 5 cm in order to obtain specimen with 1 mm of thickness. The curing time of resin was 24 h and a specimen containing pure epoxy resin was also prepared and used as reference.

### 2.2 TDR Method Theory

In Time Domain Reflectometry (TDR) approach, an incident pulse (quantified as voltage) is propagated into a transmission line in order to detect the reflections (PACKARD, 1969). Using this approach, a directional coupler and a sampling gate linked to an oscilloscope, can describe, in the time domain, the incident and reflected signals. The amplitudes of both signals yield the desired information. As the excitation signal is a real pulse, the signals are called real pulse TDR (MORADI, 2007). The variation (peaks) of the observed reflected signal indicates the physical location of the impedance or reflection coefficient discontinuity (PACKARD, 1969). Since the method detects the discontinuity, it is possible to analyze the EM properties of the material that causes the reflection (LIHUA et al., 2003), allowing to study how the input voltage step is affected by the presence of the sample in which it travels (MERIEM et al., 2010). The measuring platform consists of a terminated transmission line with a  $50 \text{ } \Omega$  load.

The first task is to measure a terminated microstrip transmission line supported only by the connectors. This procedure corresponds to use the free space as a substrate ( $\epsilon = \epsilon_0$ ). The TDR screen, displaying the curve Reflection Coefficient versus distance indicates the  $50\Omega$  characteristic impedance of the line. In the second task, the sample is introduced between the microstrip line and ground plane and the plot Reflection coefficient versus distance indicates the characteristic impedance of the line with the sample as a substrate.

Figure 1 shows the measuring platform of the TDR operation system.

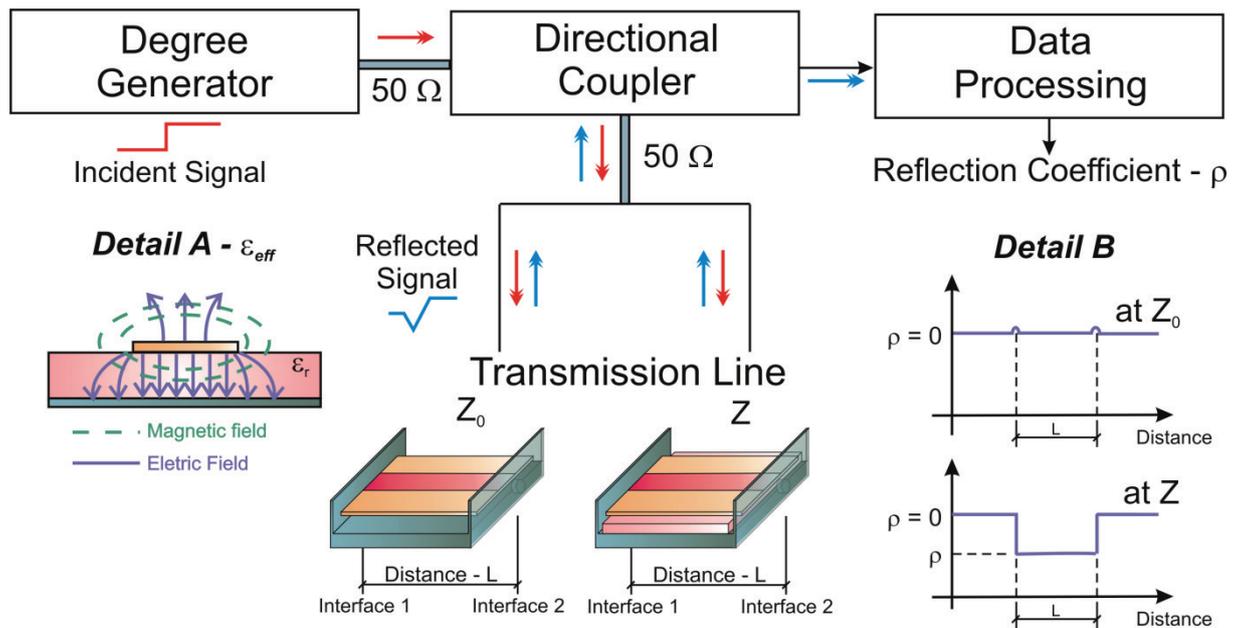


Figure 1- Scheme of test setup typical of a time domain reflectometer and geometry of a microstrip line (COLLIER; SKINNER, 2007).

The two tasks indicated above can be better explaining assuming that when a step voltage signal is introduced in a transmission line configuration, the signal propagates until an impedance discontinuity produces a reflection signal. This reflection signal is detected and sampled by a directional coupler.

The pulse propagates toward the microstrip line, whose characteristic impedance ( $Z_0$ ) is designed in such a way as to yield a similar impedance of the generator (MATTEI et al., 2008). The TDR screen shows the discontinuity according the plot at Figure 1 – Detail B – indicating the reflection coefficient versus distance, presenting the new impedance level produced by the discontinuity.

The reflection coefficients ( $\rho$ ) is defined according Eq. (A) (ANTONOVICI, 2015; COLLIN, 1992; DASCHER, 1996).

$$\rho^2 = \frac{E_r}{E_i} \quad (A)$$

Basically, the TDR measurements are described in terms of this coefficient.

By measuring the  $\rho$  of the air assembled  $Z_0 = 50 \Omega$  line. When  $\rho \leq 0.05$  the sample is introduced under the line, consequently, the discontinuity changes accordingly  $\rho$  is different from zero and a new transmission line impedance ( $Z$ ) is obtained, according Eq. (B).

$$Z = \left( \frac{1 - \rho}{1 + \rho} \right) \cdot Z_0 \quad (\text{B})$$

It is well known that in free space the  $Z_0$  is described by Eq. (C).

$$Z_0 = \sqrt{L_0 / C_0} \quad (\text{C})$$

where  $L_0$  and  $C_0$  are, respectively, inductance and capacitance per unit of length in free space.

Therefore, the new capacitance of the line, enclosing the sample, is described by Eq.(D).

$$Z = \sqrt{\frac{L_0}{C_0 \epsilon_{eff}}} \quad (\text{D})$$

Finally, the method described above determines effective permittivity ( $\epsilon_{eff}$ ), Eq. (E).

$$\sqrt{\epsilon_{eff}} = \frac{Z_0}{Z} \quad (\text{E})$$

The permittivity is measured as effective because a portion of the fields is in air above the substrate (Figure 1 – Detail A) and the other portion permeates the material.  $\epsilon_{eff}$  is a function of the material permittivity, the microstrip line width ( $W$ ) and microstrip thickness ( $h$ ). Therefore, the  $\epsilon_{eff}$  is lower than the substrate's permittivity (COLLIN, 1992). Once  $\epsilon_{eff}$  is calculated, the dielectric constant of the material ( $\epsilon_r$ ) can be obtained considering the dimension of the microstrip using a Schneider's Equation (SCHNEIDER, 1969), Eq.(F).

$$\epsilon_{eff} = \frac{\epsilon_r + 1}{2} + \frac{\epsilon_r - 1}{2} \left( \frac{1}{F} \right) \quad (\text{F})$$

where  $F$  is obtained according to Eq. (F)

$$F(w, h) = \sqrt{1 + 10 \frac{h}{w}} \quad (\text{G})$$

### 2.3 TDR Experimental Setup

The setup for TDR system consisted in a HP Model 1815B oscilloscope connected to a HP Model 1817A remote sampler via a HP 1106 tunnel diode pulse generator that produce the EM pulse. The arrangement provides the input parameter necessary for

the operation system, illustrated in Figure 1. The tunnel diode generated a pulse with rise time of 20 ps and 250 mV. A 50  $\Omega$  connector is used to join the TDR to the microstrip line through another low low-loss coaxial cable. Finally, a 50  $\Omega$  load is connected at the end of the microstrip line. The system is built to obtain  $Z_0$  50  $\Omega$ . When the specimen is placed in the microstrip line it produces a change in the initial waveform pulse. The change is due to the reflected pulse and is employed to measure  $\rho$  and determine  $Z$  as describe in Eq. (B).

## 2.4 VNA Experimental Setup

To compare the TDR dielectric measurements, VNA dielectric measurements were also carried out. A two port waveguide transmission/reflection method has been employed for measurement of complex permittivity values of studied materials. The measurement set up consisted of a VNA Model Agilent N5230C PNA – L series, a X-band waveguide calibration kit, a sample holder, and a wave guide. The VNA was connected in the rectangular waveguides to measure the scattering parameters ( $S_{11}$  and  $S_{21}$ ) in X-band (8.2-12.4 GHz). The rectangular samples of 0.85 mm were inserted into rectangular sample holder which matches the internal dimensions of X-band waveguide (25×13mm). The sample holder was placed between the flanges of the rectangular waveguide, connected to the two ports VNA. It was present results based on  $S_{11}$  parameter and impedance and reflection coefficient from Smith Chart. Additionally, the  $\epsilon_r$  was calculated from scattering parameters (ASTM D5568-08) using the Agilent 85071E material measurement software.

## 3 | RESULTS

### 3.5 TDR Results

The results of permittivity from TDR technique is presented at Figure 2.

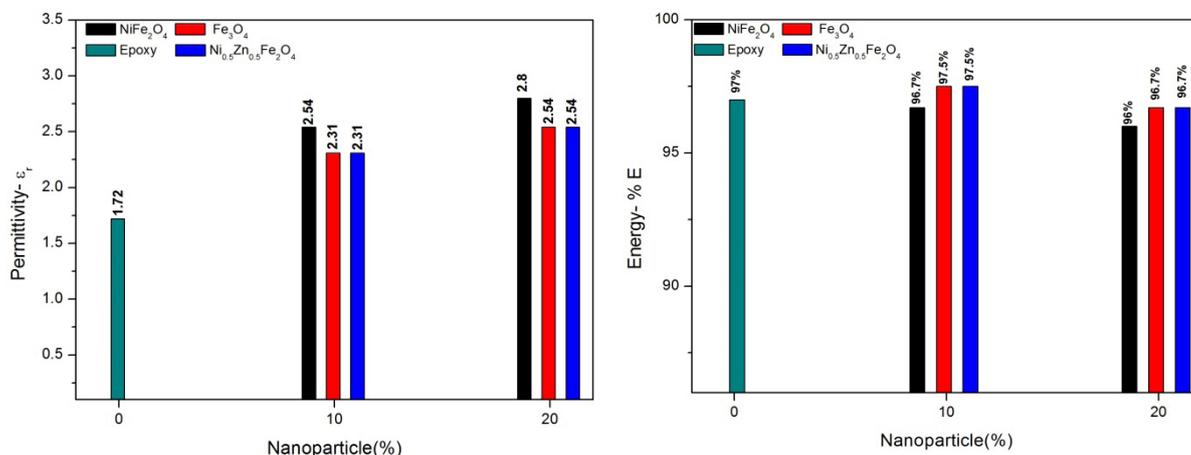


Figure 2- Results from TDR technique: (a) permittivity and (b) %E.

It's possible to see that the average permittivity of the samples is around 2.5. This variation is due to the type and concentration of nanoparticles. In **Erro! Fonte de referência não encontrada.**(b), we can see the %E calculated from reflection coefficient. It's observed that for all samples the reflection is low, and 96%, i.e., the reflected energy is around 4%.

### 3.6 VNA Results

The permittivity VNA results are presented in Figure 3 as a function of frequency X-Band (8.2-12.4GHz) of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  samples.

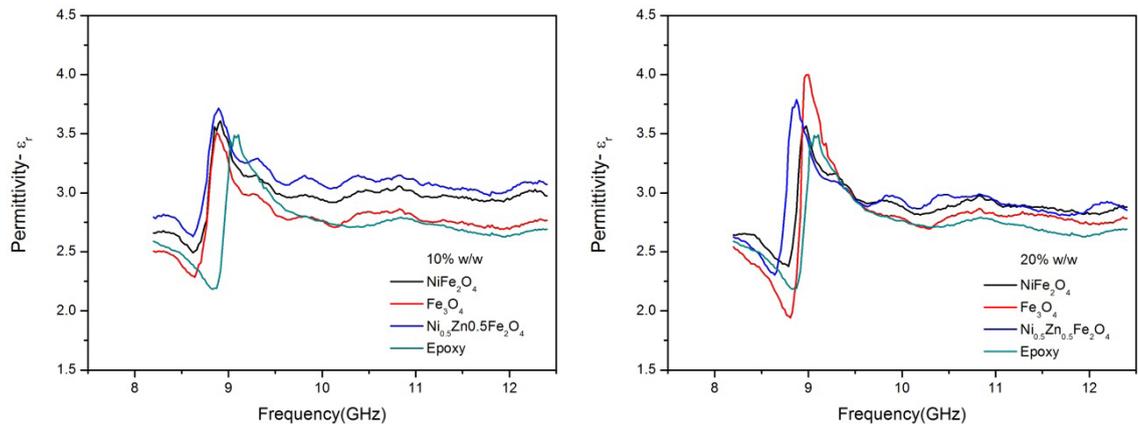


Figure 3-Permittivity VNA Results: (a) 10% w/w samples and (b) 20% w/w samples.

In Figure 3, for all samples,  $\epsilon_r$  is almost constant from 9 to 12 GHz with  $\epsilon_r \approx 3.0$ . It is observed a well-defined resonance peak presented around 8.8 GHz. At higher concentration, the peak shifted to higher frequency. At low concentration, the  $\epsilon_r$  of  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  samples is slightly bigger than  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  or  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . As the nanoparticle concentration increases, the sample behaviors, from 9 to 12 GHz, changes and the  $\epsilon_r$  of  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  decreases to  $\epsilon_r \approx 2.4$ .

Nevertheless, at the resonance peak increases to  $\epsilon_r \approx 4.0$ . The energy lost (%E) is presented in **Erro! Fonte de referência não encontrada.** %E  $\epsilon_r \approx$  represents the  $\epsilon_r$  plus the absorbed energy.

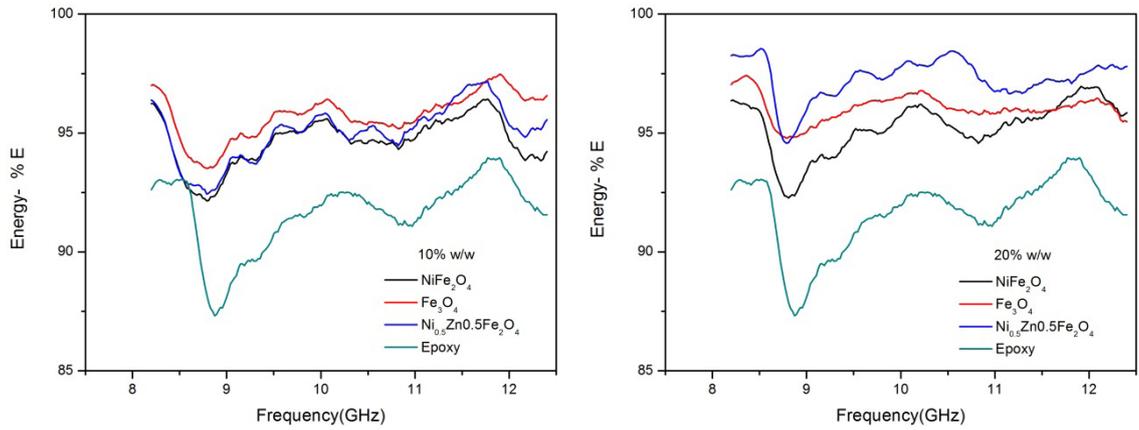


Figure 4-%E Results: (a) 10% w/w samples and (b) 20% w/w samples.

In Figure 4 is shown the  $\%E \approx 96\%$  for all nanoparticles. However, at 8.8 GHz is observed the  $\%E$  minimum around 92%. It was observed that as more particles are added to the epoxy, the comportment of  $\epsilon_r$  and  $\%E$  changes, indicating the influence nanoparticles concentration on EM properties.  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  20% presents the best results. In Figure 3(b), the  $\%E$  of nanocomposites is around 96% for Epoxy is 92%. At the resonance peak at Figure 3(b), the  $\%E$  minimum is observed for nanocomposites between 92% and 94% and 87% for epoxy. As observe, the  $\epsilon_r$  maximum is the  $\%E$  is minimum.

### 3.7 Results Discussion

The permittivity values measured using the VNA are ranging between 1.5 and 4 and the resulted obtained applying the TDR is around 2.5. The difference is due to the measurement mode. VNA acquires the results in a specific frequency range (from 8.2 to 12.4 GHz) in the frequency domain. The TDR measures broadband frequency in the time domain. The obtained values agree quite well with literature (HIPPEL, 1954). However, the NRW algorithm that calculated the  $\epsilon_r$  for VNA technique has some limitations, i.e., calibration. Due to setup and procedures, calibration technique requires data-based standards with known electrical performance and its results must be accurate to avoid errors and incoherent results. Otherwise, the acquired results are inexact (COLLIER; SKINNER, 2007).

Compared to the TDR method, calibration requires considerable time to be executed. Besides calibration errors, during the measurements, VNA setup might cause multiple reflections on the samples, reducing the accuracy. The multiple reflections occurs due to the thickness of the samples, when its thickness is less or equal to the half of incident wavelength (KIM et al., 2014; LUUKKONEN et al., 2011; PAULA; REZENDE, 2011).

When compared with conventional methods, the TDR technique might be more

efficient and precise because the pulse/step generator does not need calibration, the measurements are faster and more straightforward. Moreover, the pulse generator can eliminate the multiple reflections mismatch error (NICOLSON; ROSS, 1970)

Therefore, TDR systems is suggested to improve the accuracy of the  $\epsilon_r$  through the  $\rho$  and it is able to evaluate quickly whether the material is an efficient absorber or not.

## 4 | CONCLUSION

For the permittivity and loss tangent measurements, a new approach using microstrip line was presented. Allied to an easier assembly and a straightforward calibration method, the obtained technique uses basic concepts of transmission line and time domain reflectometry. To illustrate the simplicity of the new approach, the permittivity and loss tangent also was acquired using the VNA method, which is a common time consuming measurement that demonstrates certain complexities as calibration. Comparing the results, there were no significant differences. Therefore, the time domain reflectometry method is potential tool for acquiring the electromagnetic properties of radar absorbing materials.

## 5 | ACKNOWLEDGEMENT

The authors are grateful to the Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG: APQ-00645-12, APQ-00435-14), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq: 310175/2014-3, MCT/CNPq-NANO: 550321/2012-8), UFJF PROPESQ/PROPG and Financiadora de Estudos e Pesquisas (FINEP: 0633/13) for financial support.

## REFERENCES

- AGILENT TECHNOLOGIES. **Agilent Network Analyzer Basics**. Analysis, p. 1–94, 2004.
- ANTONOVICI, D. **Advances in Time Domain Reflectometry Characterisation for High Speed Interconnects**. 21st International Symposium for design and technology in Electronic packaging. Anais, 2015.
- BARMUTA, P. et al. **General method of seven-term statistical calibration with partially defined standards**. 2014 20th International Conference on Microwaves, Radar and Wireless Communications, MIKON 2014, p. 0–3, 2014.
- BROWN, L. W. **Problems And Practice in The Production Of Wave-Guide Transmission Systems** \*. Radio Section Paper, p. 639–646, 1946.
- COLLIER, R.; SKINNER, D. **Microwave Measurements**. Third Edit ed. London, Unidted Kingdom: The Institution of Engineering and Thecnology, 2007.

- COLLIN, R. E. **Foundations for Microwave Engineering**. Second Edi ed. Cleaveland: John Wiley & Sons, 1992.
- CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. Second Edi ed. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, 2009. v. 53.
- DASCHER, D. J. **Measuring parasitic capacitance and inductance using TDR**. *Hewlett Packard Journal*, v. 47, n. 2, p. 1–19, 1996.
- DIAS, J. D. C.; MARTIN, I. M.; REZENDE, M. C. **Reflectivity of hybrid microwave absorbers based on NiZn ferrite and carbon black**. *Journal of Aerospace Technology and Management*, v. 4, n. 3, p. 267–274, 2012.
- DUNSMORE, J. P. **Handbook of Microwave Component Measurements: With Advanced VNA Techniques**. New Delhi, India: John Wiley & Sons, 2012.
- HIPPEL, A. R. VON. **Dielectric Materials and Applications**. New York: John Wiley & Sons, 1954.
- KIM, J. et al. **A New Method for the Determination of the Reflection and Transmission Characteristics of Dielectric Materials**. n. 4, p. 1–4, 2014.
- LIHUA, S. et al. **Measurement of the Frequency-Dependant Dielectric Constant of Concrete Materials by TDR and Wavelet Modeling Method**. *IEEE Electrical Insulation Magazine*, n. 59908014, p. 626–629, 2003.
- LUUKKONEN, O. et al. **An approach to finding the correct branch from the forest of possible solutions for extracted effective material parameters**. v. 1, p. 2–5, 2011.
- MATTEI, E. et al. **Electromagnetic parameters of dielectric and magnetic mixtures evaluated by time-domain reflectometry**. *IEEE Geoscience and Remote Sensing Letters*, v. 5, n. 4, p. 730–734, 2008.
- MERIEM et al. **Diagnostics and experiments on dielectric properties using Time Domain Reflectometry (TDR)**. *Solid Dielectrics (ICSD)*, 2010 10th IEEE International Conference on, p. 1–4, 2010.
- MORADI, G. **Measuring the Permittivity of Dielectric Materials Using Std Approach**. *Progress In Electromagnetics Research*, v. PIER 77, p. 357–365, 2007.
- NICOLSON, A. M.; ROSS, G. F. **Measurement of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques**. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, v. 19, n. 4, p. 377–382, 1970.
- PACKARD, H. **TDR Sampler Group 1815A, 1815B and 1816A, Operation and Service Manual**. [s.l: s.n.].
- PAULA, A. L. DE; REZENDE, M. C. **Modified Nicolson-Ross-Weir ( NRW ) method to retrieve the constitutive parameters of low-loss materials**. *IEEE Microwave and Guided Wave Letters*, p. 488–492, 2011.
- PEREIRA, J. J. **Caracterização eletromagnética de materiais absorvedores de microondas via medidas de permeabilidade e permissividade complexas na banda X**. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Taubaté, 2007.
- SCHNEIDER, M. **Dielectric loss in integrated microwave circuits**. *Bell System Technical Journal*, v. 48, n. 7, p. 2325–2332, 1969.

## DESENVOLVIMENTO DE UM REVESTIMENTO A BASE DE NIÓBIO PARA PROTEÇÃO CONTRA CORROSÃO DE AÇO-CARBONO (SAE 1020)

### **Paloma Detlinger**

Universidade Estadual do Centro Oeste,  
Departamento de Química  
Guarapuava – Paraná

### **Brian Utri**

Universidade Estadual do Centro Oeste,  
Departamento de Química  
Guarapuava-Paraná

### **Guilherme Arielo Rodrigues Maia**

Universidade Estadual do Centro Oeste,  
Departamento de Química  
Guarapuava-Paraná

### **Rodrigo Helleis**

Universidade Estadual do Centro Oeste,  
Departamento de Química  
Guarapuava-Paraná

### **Cynthia Beatriz Fürstenberger**

Universidade Estadual do Centro Oeste,  
Departamento de Biologia  
Guarapuava-Paraná

### **Everson do Prado Banczek**

Universidade Estadual do Centro Oeste,  
Departamento de Química  
Guarapuava-Paraná

**RESUMO:** O método dos precursores poliméricos foi empregado na preparação de um revestimento a base de Nióbio para a proteção contra corrosão do aço carbono (SAE 1020). O revestimento foi aplicado sobre o substrato

metálico por imersão durante 15 minutos numa resina contendo nióbio e obtida pelo método Pechini. Após a amostra foi calcinada em forno mufla, a 450°C durante 1 hora. As placas revestidas foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) e polarização potenciodinâmica anódica (PPA) e catódica (PPC). Os resultados de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE), polarização potenciodinâmica anódica (PPA) e catódica (PPC) mostraram que a aplicação do revestimento ao aço carbono aumentou a resistência à corrosão do metal base. Os resultados das análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) mostraram que o revestimento é homogêneo, e não possui heterogeneidades como trincas em sua morfologia.

**PALAVRAS-CHAVE:** Método *Pechini*, Pré – Tratamento, Espectroscopia de Impedância Eletroquímica.

**ABSTRACT:** The polymer precursor method was employed in the preparation of a Niobium based coating for carbon steel (SAE 1020) corrosion protection. The coating was applied to the metal substrate by immersion for 15 minutes on a resin containing niobium and obtained by the Pechini method. After the sample was

calcined in a muffle oven at 450 ° C for 1 hour. The coated plates were characterized by scanning electron microscopy (SEM), electrochemical impedance spectroscopy (EIS) and anodic potentiodynamic polarization (PPA) and cathodic (PPC). The results of electrochemical impedance spectroscopy (EIS), anodic potentiodynamic polarization (PPA) and cathodic (PPC) showed that the application of the coating to the carbon steel increased the corrosion resistance of the base metal. The results of scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS) showed that the coating is homogeneous, and has no heterogeneities such as cracks in its morphology.

**KEYWORDS:** Pechini Method, Pre - Treatment, Electrochemical Impedance Spectroscopy

## 1 | INTRODUÇÃO

Componentes de máquinas e peças metálicas são submetidas a ambientes corrosivos como meios com alta concentração de sais e condições de grande desgaste, necessitam de uma alta resistência à corrosão (CASTILLEJO et al., 2014). Entre os materiais metálicos mais utilizados está o aço carbono que é constituído de uma liga de ferro e carbono, amplamente empregada na produção de peças e máquinas de diversos setores industriais, como na produção de automóveis e eletrodomésticos (VIOMAR et al., 2004; GENTIL, 2011). Este metal possui uma baixa resistência à corrosão e é submetido a processos de tratamento de superfície antes de ser utilizado (VIOMAR et al., 2004; ANNIES et al., 2010).

Dentre os principais métodos de tratamento de superfície do aço carbono, está a fosfatização (OLIVEIRA; SANTANA, 2013). Este método consiste na deposição química de uma camada de fosfatos na superfície metálica, sendo estes fosfatos responsáveis por inibir os processos corrosivos (VIOMAR et al., 2004; ANNIES et al., 2010; RODRIGUES et al., 2014). Apesar de ser um revestimento amplamente utilizado, este gera um grande problema ambiental devido ao lodo tóxico resultante. Além disso, utiliza o íon  $Ni^{2+}$  como aditivo, que é extremamente alergênico (VIOMAR et al., 2004; OLIVEIRA; SANTANA, 2013). Considerando o grande impacto ambiental gerado pelos banhos fosfatizantes e a necessidade de proteção dos materiais contra a corrosão, o estudo de novos métodos de proteção é de extrema importância.

Revestimentos protetores constituídos de nióbio vêm sendo amplamente estudados como protetores contra a corrosão de diversos materiais metálicos (LOPES et al., 2015) devido a sua elevada resistência e biocompatibilidade (OLIVARES-NAVARRETE et al., 2011; RINCON. A, ORJUELA.G; OLAYA, 2014; ANTUNES REIS et al., 2015).

A biocompatibilidade dos materiais constituídos de nióbio foi estudada pela deposição de filmes finos sobre implantes dentários de aço inoxidável. (OLIVARES-NAVARRETE et al., 2011) Segundo o estudo o revestimento de nióbio melhorou a

biocompatibilidade e estendeu a vida útil dos implantes dentários.

A resistência contra a corrosão promovida por um revestimento a base de NbC sobre o aço AISI 1045 foi avaliada por alguns pesquisadores. (RINCON.A, ORJUELA.G; OLAYA, 2014) Os resultados indicaram que a presença do NbC melhorou a resistência à corrosão do substrato.

O uso de revestimentos de nióbio sobre aço carbono 1010 também foi estudado (ANTUNES REIS et al., 2015). Segundo o estudo o revestimento promoveu a proteção do aço carbono contra os processos corrosivos.

Revestimentos de NbC aplicado sobre o aço AISI 52100 foi utilizado em rolamentos de máquinas. Este revestimento aumentou a resistência à corrosão do material além de aumentar a resistência mecânica do metal (FERNANDES et al., 2015).

Dentre os vários métodos de obtenção de revestimentos a base de nióbio está o método *Pechini* ou método dos precursores poliméricos (ANTUNES REIS et al., 2015). Esse método consiste na utilização de um ácido orgânico dicarboxílico para formação de um quelato com um cátion metálico. Ao quelato adiciona-se um poliálcool e, por via de reação de condensação, se obtém um poliéster. Em uma segunda etapa, é feito um tratamento térmico para eliminar a fase orgânica, obtendo-se assim o produto desejado. As vantagens desse método são a possibilidade de proporcionar uma boa homogeneidade química dos componentes em escala molecular, controle direto e preciso da estequiometria em sistemas complexos (TEREZO; PEREIRA, 2000; FREITAS et al., 2006; TUSSOLINI et al., 2014; LOPES et al., 2015). Além disso, é um processo rápido, e possui um custo relativamente baixo (ANTUNES REIS et al., 2015).

As diferentes etapas realizadas até a obtenção da resina e a proporção molar dos reagentes utilizados influenciam diretamente na morfologia do revestimento formado e, conseqüentemente na sua aplicação (GALCERAN et al., 2007; TUSSOLINI et al., 2014).

Camadas de óxido de nióbio foram depositadas sobre a liga de alumínio 3003 e os melhores resultados foram obtidos utilizando razões molares ácido cítrico:etileno glicol 1:4, e entre o ácido cítrico:nióbio 10:1. Os autores constataram também, que a melhor temperatura de queima para a formação do revestimento é 450°C, e os melhores tempos de deposição e escorrimento da solução foram 15 e 5 minutos, respectivamente (TUSSOLINI et al., 2014).

Nesse sentido, o objetivo deste trabalho foi preparar e caracterizar um revestimento a base de nióbio obtido pelo método *Pechini*, para a proteção contra corrosão do aço-carbono (SAE 1020).

## 2 | MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Preparação das placas de aço carbono (SAE 1020)

Para remoção de sujidades e óxidos da superfície das placas e promoção da aderência do revestimento ao substrato, a superfície das placas foi preparada utilizando lixas de carbetto de silício com granulometrias #220, #320, #400, #600 e #1200 respectivamente. Após o processo de lixamento as placas foram lavadas com água destilada para retirada de quaisquer impurezas residuais, e secas com jato de ar frio.

### 2.2 Preparação da resina pelo método *Pechini*

A resina para o revestimento das placas de aço carbono foi preparada pelo método *Pechini*, utilizando os seguintes materiais: etileno glicol (99,99%, Aldrich), ácido cítrico (99,999%, Aldrich), complexo amoniacal de nióbio (CBMM, Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração) em uma proporção molar de 4 mols de etileno glicol, 1 mol de ácido cítrico e 0,1 mol de nióbio.

Inicialmente aqueceu-se o etileno glicol até uma temperatura de 60 °C. Adicionou-se sob agitação magnética, o ácido cítrico, após sua completa dissolução, foi adicionado o complexo amoniacal de nióbio. A mistura permaneceu sob agitação magnética e temperatura de 60 °C durante uma hora para completa reação de poliesterificação.

### 2.3 Revestimento das placas

O revestimento das placas foi feito por imersão das mesmas na resina, sem controle de velocidade. Após a imersão de 15 minutos, as peças permaneceram em repouso fora da resina por 5 minutos para escoamento do excesso de material. O filme de nióbio foi obtido por calcinação das placas em forno mufla a 450°C durante 1 hora.

### 2.4 Caracterização eletroquímica

As placas com e sem revestimento foram analisadas pelas técnicas de (1) Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE), realizada potenciostaticamente no potencial de circuito aberto, com uma amplitude de perturbação de  $\pm 10$  mV, na faixa de frequência de 10 KHz a 10 mHz, usando 10 pontos por década de aquisição de dados, (2) polarizações potenciodinâmica catódica (PPC) e anódica (PPA) que foram realizadas a partir do potencial de corrosão até sobretensões de  $\pm 500$  mV, utilizando potenciostato PC4-300/EIS300 Gamry. Para os ensaios eletroquímicos foi utilizada uma célula de três eletrodos usando: platina como contra-eletródo, eletródo de Ag/AgCl com KCl saturado, como referência, e as placas de aço carbono medindo 0,785 cm<sup>2</sup> como eletródo de trabalho. A solução eletrolítica empregada nos ensaios foi NaCl 0,5 molL<sup>-1</sup>. Todos os ensaios eletroquímicos foram conduzidos à temperatura de (20  $\pm$

2) °C, e realizados em triplicata.

## 2.5 Caracterização Morfológica

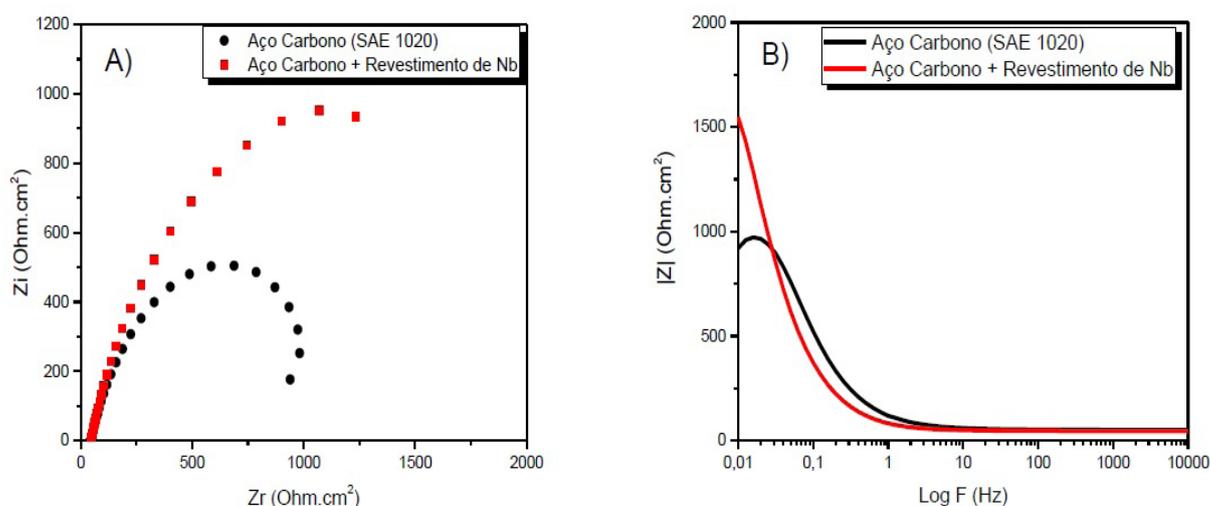
O revestimento foi caracterizado utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com aumento de 500, 1500 e 5000 vezes. A composição elementar do revestimento de nióbio foi analisada pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), juntamente com a técnica (MEV) no equipamento Tescan® Vega3.

## 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica

Os ensaios de espectroscopia de impedância eletroquímica foram realizados após a estabilização do potencial de circuito aberto em solução de NaCl 0,5 molL<sup>-1</sup> e os resultados são apresentados na Figura 1 na forma de diagramas de Nyquist, e de módulo de impedância.

A Figura 1(A) mostra apenas um arco capacitivo com maiores valores de impedância medidos para a amostra revestida, sugerindo maior resistência à corrosão para este sistema.

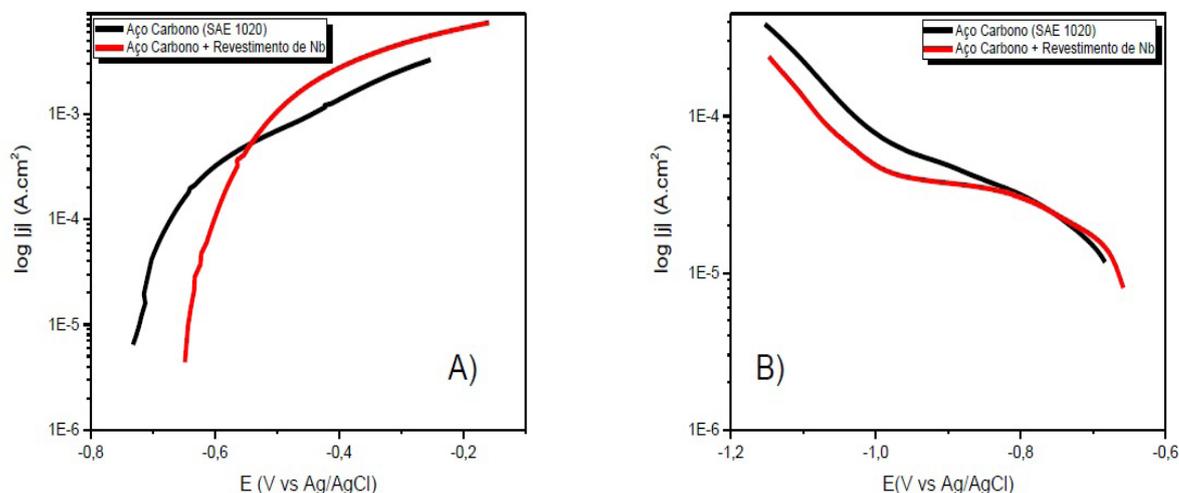


**Figura 1:** Diagramas de Nyquist (A) e módulo de impedância (B), obtidos em NaCl 0,5 molL<sup>-1</sup> para o aço carbono (SAE 1020) não revestido e revestido.

O diagrama de módulo de impedância, apresentado na Figura 1(B), mostra um aumento no valor do módulo de impedância  $|Z|$  para a amostra revestida. Os maiores valores de  $|Z|$  sugerem uma maior resistência à corrosão para o aço carbono revestido com nióbio (WOLYNEC, 2003).

### 3.2 Polarização Potenciodinâmica Anódica e Catódica

As curvas de polarização potenciodinâmica anódica e catódica, com e sem o revestimento de nióbio, são apresentadas na Figura 2, e foram obtidas em meio de NaCl 0,5 molL<sup>-1</sup>.



**Figura 2:** Curvas de polarização potenciodinamica anódica (A) e catódica (B), obtidas em NaCl 0,5 molL<sup>-1</sup> das amostras de aço carbono (SAE 1020) não revestido e revestido com as resinas.

Em toda a região de sobrepotencial estudada, foi observado comportamento tipicamente ativo para a amostra revestida (figura 2A). Em baixas sobretensões, a densidade de corrente anódica, para a amostra revestida foi menor do que para o aço sem revestimento devido à proteção promovida pela camada de nióbio.

Um deslocamento do potencial de corrosão, para valores mais positivos, pôde ser observado para a amostra revestida, indicando uma maior nobreza superficial. Tal resultado está de acordo com os resultados de potencial de circuito aberto, nos quais, o mesmo deslocamento foi determinado.

Menor valor de densidade de corrente foi medida, para a amostra revestida, quando a polarização foi realizada no sentido catódico. Pode ser observado a presença de uma densidade de corrente limite  $j_L$ , para as amostras até a sobretensão limite de  $\eta_L$  de -1,0 V. A densidade de corrente limite está relacionada com a reação de redução de oxigênio que é controlada por processo de difusão. A diminuição de  $j_L$  na presença do revestimento pode estar relacionada a barreira física promovida pela camada de nióbio.

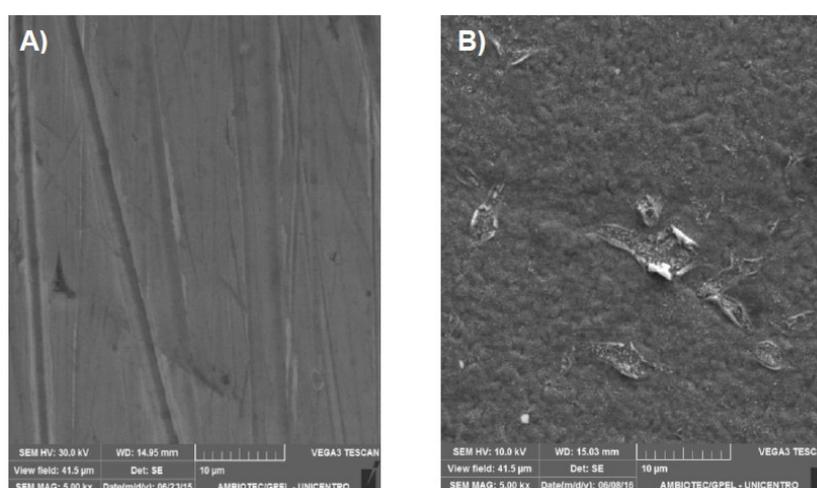
A partir de  $\eta_L$  observa-se uma variação na densidade de corrente. Para a amostra revestida a menor taxa foi determinada a partir de  $\eta_L$  sugerindo uma estabilidade desta camada, pois na região catódica pode haver a redução do óxido presente na superfície do eletrodo, desta forma, quanto menor a densidade de corrente maior é a estabilidade

do óxido de nióbio depositado.

### 3.4 Microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva

A análise morfológica das amostras de aço carbono não revestido e revestido foi realizada por microscopia eletrônica de varredura e os resultados estão apresentados nas micrografias da Figura 3.

Nas micrografias da Figura 3 nota-se uma mudança considerável na morfologia superficial do aço quando o mesmo foi revestido com as resinas. Além disso, é possível verificar que o revestimento obtido apresenta pequenas partículas esféricas aglomeradas. Estrutura semelhante foi obtida nos trabalhos de (BRANDOLT et al., 2014). É possível verificar que o substrato revestido apresentou grande homogeneidade do filme de nióbio.



**Figura 3:** Micrografias, obtidas por MEV, da superfície do aço carbono (SAE 1020) sem revestimento (A), revestido (B).

Para a determinação da composição elementar do revestimento de nióbio preparado, as placas com e sem revestimento foram analisadas utilizando a técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Os resultados são apresentados na Tabela 1.

Amostra	Elemento (% m/m)			
	Carbono	Oxigenio	Ferro	Nióbio
Aço Carbono (SAE 1020)	4,59	0	95,12	0
Aço carbono + Revestimento de Nb	2,00	21,45	66,02	10,53

**Tabela 1:** Análise química elementar das placas de aço carbono (SAE 1020) com e sem revestimento.

Verifica-se na Tabela 1 a presença dos elementos que fazem parte da composição

da liga de aço carbono (SAE 1020), pode-se observar que após a cobertura do metal houve uma diminuição na quantidade destes elementos. Esta diminuição está relacionada à formação do revestimento na superfície do metal base.

Adicionalmente, observa-se para o sistema revestido a presença dos elementos nióbio, carbono e oxigênio. O elemento nióbio é justificado pela presença do complexo de nióbio na resina que é o precursor para o filme protetor de nióbio, o que também explica a presença de oxigênio. A explicação para a presença do elemento carbono está relacionada a queima incompleta da fração orgânica da resina na etapa de calcinação.

## 4 | CONCLUSÕES

Os resultados eletroquímicos demonstraram que a camada de nióbio protege o aço carbono (SAE 1020), pois potenciais mais positivos, impedâncias maiores e menores densidades de corrente foram obtidos para o sistema revestido.

Os resultados de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva, comprovam a presença do elemento nióbio na superfície do metal recoberto. Além disso, foi possível verificar que o revestimento obtido é homogêneo e possui poucos defeitos.

Os resultados sugerem que o revestimento de nióbio pode ser utilizado para proteção da corrosão do aço carbono (SAE 1020).

## REFERÊNCIAS

ANNIES, V.; COSTA, I.; TERADA, M.; RODRIGUES, P. R. P.; BANCZEK, E. P. **Study of Benzotriazole as Additive for Carbon Steel Phosphating**. *Portugaliae Electrochimica Acta*, v. 28, n. 5, p. 279–298, 2010.

ANTUNES REIS, O.; VIOMAR, A.; SCHLINDWEIN, C.; RODRIGUES, P. R. P.; BANCZEK, E. D. P. **O uso de precursores poliméricos para a obtenção de pré-tratamento contendo nióbio**. *Encontro e Exposição Brasileira de tratamento de superfície*. São Paulo . p.23–31, 2015.

BRANDOLT, C. D. S.; JUNIOR, J. G. DE S.; KUNST, S. R.; et al. **Niobium and Niobium-iron Coatings on API 5LX 70 Steel Applied with HVOF**. *Materials Research*, v. 17, n. 4, p. 1–12, 2014.

CASTILLEJO, F. E.; MARULANDA, D. M.; OLAYA, J. J.; ALFONSO, J. E. **Wear and corrosion resistance of niobium-chromium carbide coatings on AISI D2 produced through TRD**. *Surface and Coatings Technology*, v. 254, p. 104–111, 2014.

FERNANDES, F. A. P.; GALLEGO, J.; PICON, C. A.; TREMILIOSI FILHO, G.; CASTELETTI, L. C. **Wear and corrosion of niobium carbide coated AISI 52100 bearing steel**. *Surface and Coatings Technology*, v. 279, p. 112–117, 2015.

FREITAS, R. G.; OLIVEIRA, R. T. S.; SANTOS, M. C.; BULHÕES, L. O. S.; PEREIRA, E. C. **Preparation of Pt thin film electrodes using the Pechini method**. *Materials Letters*, v. 60, n. 15, p. 1906–1910, 2006.

GALCERAN, M.; PUJOL, M. C.; AGUIL, M.; DAMAZ, F. **Sol-gel modified Pechini method for obtaining**

nanocrystalline KRE(WO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (RE = Gd and Yb). **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 42, n. 1, p. 79–88, 2007.

GENTIL, V. **Corrosão**, 6edição. 2011.

LOPES, O. F.; MENDONÇA, V. R. DE; SILVA, F. B. F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. Óxidos de nióbio: **Uma visão sobre a síntese do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e sua aplicação em fotocatalise heterogênea**. Química Nova, v. 38, n. 1, p. 106–117, 2015.

OLIVARES-NAVARRETE, R.; OLAYA, J. J.; RAMÍREZ, C. **Biocompatibility of Niobium Coatings**. Coatings, p. 72–87, 2011.

OLIVEIRA, M. F.; SANTANA, H. DE. **Estudo comparativo da fosfatização inorgânica e orgânica do aço carbono 1008 quanto à resistência a corrosão**. Revista Materia, v. 18, p. 1395–1409, 2013.

RINCON.A, ORJUELA.G, R.; OLAYA, J. J. **Corrosion resistance of niobium carbide coatings produced on AISI 1045 steel via thermo-reactive diffusion deposition**. Surface and Coatings Technology, v. 259, n. PC, p. 667–675, 2014.

RODRIGUES, P. R. P.; TERADA, M.; JUNIOR, O. R. A.; et al. **Niobium pentoxide coating replacing zinc phosphate coating**. Revista Materia, v. 19, n. 2, p. 105–116, 2014.

TEREZO, A. J.; PEREIRA, E. C. **Fractional factorial design applied to investigate properties of Ti/IrO<sub>2</sub>-Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> electrodes**. Electrochimica Acta, v. 45, n. 25–26, p. 4351–4358, 2000.

TUSSOLINI, M.; ICHIKAWA, T.; GALLINA, A. L.; et al. **Planejamento experimental no estudo eletroquímico de camadas de óxido de nióbio em liga de alumínio 3003 ( Experimental design for electrochemistry study of niobium oxide layers )**. Cerâmica, v. 60, p. 417–424, 2014.

VIOMAR, A.; VANJURA, B.; GRASSI, M.; OLIVEIRA, M. D. F.; ROGÉRIO, P. **Aperfeiçoamento do processo de tratamento de superfície do aço carbono**. Encontro e Exposição Brasileira de tratamento de superfície. São Paulo. p.205–213, 2004.

WOLYNEC, S. **Técnicas Eletroquímicas em corrosão**. 2003.

## CORROSÃO E BIOCORROSÃO EM AÇO CARBONO

### **Diana Magalhães Frazão**

Universidade Federal de Pernambuco,  
Departamento de Engenharia Mecânica

Recife - Pernambuco

### **Ivanilda Ramos de Melo**

Universidade Federal de Pernambuco,  
Departamento de Engenharia Mecânica

Recife - Pernambuco

### **Severino Leopoldino Urtiga Filho**

Universidade Federal de Pernambuco,  
Departamento de Engenharia Mecânica

Recife - Pernambuco

**Resumo:** O presente estudo teve como objetivo avaliar a corrosão e biocorrosão no aço carbono ASTM A283 imerso em sistema bifásico, contendo Diesel S10/água doce nas proporções de 1:1, em condições estáticas, ao longo de 90 dias. Para monitorar esses processos foram utilizadas técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados indicaram que houve corrosão localizada, principalmente nas superfícies que se encontravam imediatamente abaixo da interface diesel/água, onde houve a formação de produtos de corrosão e a aderência de biofilme. Portanto, os resultados revelaram que a presença de água no diesel pode ser um fator agravante nos processos de corrosão e biocorrosão.

**PALAVRAS-CHAVE:** Diesel S10. Aço carbono

A283. Corrosão. Biocorrosão. Microscopia Eletrônica de Varredura.

**ABSTRACT:** The present study had as objective to evaluate the corrosion and biocorrosion in carbon steel ASTM A283 immersed in a biphasic system, containing Diesel S10 / tap water in proportions of 1: 1, under static conditions, over 90 days. Scanning electron microscopy (SEM) techniques were used to monitor these processes. The results indicated that there was localized corrosion, especially on surfaces that were immediately below the diesel / water interface, where corrosion products and biofilm adherence were formed. Therefore, the results revealed that the presence of water in the diesel can be an aggravating factor in the processes of corrosion and biocorrosion.

**KEYWORDS:** Biocorrosion, Carbon steel A283, Corrosion, Diesel S10, Scanning Electron Microscopy.

## 1 | INTRODUÇÃO

O processo de corrosão em estruturas e equipamentos metálicos é um dos graves problemas que surge nos diversos setores industriais. Neste processo ocorrem reações químicas e eletroquímicas, associadas ao meio

em que se encontram de forma a degradar a superfície do material, alterando a qualidade do produto. Assim, a durabilidade e o desempenho dos materiais metálicos deixam de satisfazer os fins a que se destinam, causando elevados prejuízos econômicos e podendo também ocasionar graves acidentes (GENTIL, 2011).

A corrosão é um fenômeno que ocorre no ferro e em muitas ligas ferrosas, como o aço carbono quando exposto à atmosfera ou submerso em água. Estes aços são os materiais mais utilizados pelas indústrias na forma de chapas, placas, barras, tubos e tanques (SILVA et al., 2015).

Uma vez que o processo de corrosão está associado à ação do meio, fatores químicos, físicos e biológicos influenciarão diretamente à ocorrência desse fenômeno de deterioração. No caso específico da ação biológica, grande destaque é dado no setor industrial à atuação ou ação de micro-organismos, que podem ter participação direta ou indiretamente no processo de corrosão de superfícies metálicas (VIDELA, 2003; GENTIL, 2011). A atuação de micro-organismos no processo de corrosão é denominada de biocorrosão ou corrosão microbiologicamente influenciada (CMI). Nesse mecanismo há o crescimento de micro-organismos, tais como, bactérias, fungos e/ou algas, que participam de forma ativa no processo de corrosão da superfície metálica, sem alterar a natureza eletroquímica do processo de corrosão (VIDELA, 2003).

Ao levar em consideração os mais variados meios em que possa ocorrer o crescimento dos micro-organismos, os tanques industriais de armazenamento de combustíveis têm o seu interior deteriorado através da corrosão microbiológica. Quando o combustível está contaminado com água, possibilita a ação de micro-organismos, que ocorre principalmente na interface combustível/água. Nesta região há um ambiente propício para o crescimento microbiano, seja na presença de oxigênio (aeróbios) ou na sua ausência (anaeróbios) (DIAS e SANTOS, 2012).

Diante destes aspectos, o objetivo desse trabalho, foi avaliar o processo de corrosão e biocorrosão na superfície do aço carbono ASTM A283, quando exposto ao sistema estático, contendo óleo Diesel S10 e água doce, nas proporções de 1:1, por um período de 90 dias.

## **2 | PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

Para o desenvolvimento deste trabalho, utilizou-se o aço carbono ASTM A283, que seguiu a Norma ASTM A283 – 13. Corpos de prova retangulares foram confeccionados com dimensões de 30 mm x 10 mm x 3 mm, com furo de 6 mm de diâmetro. Os corpos de prova jateados foram submetidos ao ensaio de imersão contínua, em sistemas estáticos, contendo Diesel S10 e água doce nas mesmas proporções. E ficaram dispostos na mesma altura nos reatores, onde metade de cada corpo de prova ficou imersa em óleo diesel e a outra metade em água. Esses sistemas

estáticos correspondem aos Reatores 1, 2, 3, que foram analisados nos tempos 30, 60 e 90 dias, respectivamente. Antes do processo de imersão, os corpos de prova passaram pelo processo de limpeza de acordo com a norma G1-03.

A morfologia do processo de corrosão e de biocorrosão foi investigada através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As condições de análise utilizadas para o MEV sem e com biofilme tiveram os seguintes parâmetros, respectivamente: tensão de aceleração - 15Kv e 20Kv, distância de trabalho - 8.2 mm e 10.1 mm, tipo de detector – retroespalhado e secundário. Após o processo de imersão, os corpos de prova passaram pelo processo de raspagem mecânica e decapagem ácida, de modo que a superfície ficasse sem produto de corrosão ou biofilme, e então foi realizada a análise na superfície limpa. Outros corpos de prova foram metalizados com ouro, não sendo retirados os produtos que aderiram à superfície. Dessa forma, o MEV foi realizado para avaliar o biofilme e produtos de corrosão na superfície.

### 3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 (a, b, c) apresenta as superfícies dos corpos de prova que passaram pelo processo de imersão em sistema bifásico, durante 30, 60 e 90 dias, respectivamente, após o processo de limpeza. As imagens correspondem às superfícies que ficaram imersas na interface, entre o diesel e a água, cuja deterioração foi mais intensa. Verificou-se que as superfícies do metal encontravam-se com aparência de escavações e sulcos. Esse comportamento sugeriu a presença de mecanismos de corrosão alveolar (GENTIL, 2011).

Inicialmente, a superfície metálica estava em contato direto com o eletrólito (água), proporcionando o processo de corrosão eletroquímica, devido a uma maior troca iônica. Após 30 dias foi possível observar produtos de corrosão e biofilme aderidos à superfície, atuando como uma barreira protetora. Dessa forma, a corrosão foi mais intensa inicialmente, e houve uma redução do processo corrosivo ao longo do tempo. Provavelmente, devido à falta de acessibilidade do eletrólito ao substrato, devido aos depósitos de partículas suspensas, aos produtos de corrosão, aos micro-organismos, que foram aderindo à superfície, levando a formação do biofilme, e conseqüentemente, reduzindo a velocidade de corrosão. Esse mesmo comportamento foi observado por Oliveira (2010) e Vieira (2013).

Em relação às regiões imersas em óleo, observou-se que elas ficaram mais protegidas ou menos deterioradas do que as regiões imersas em água. Apesar do óleo ter uma baixa condutividade, houve uma pequena troca iônica entre o meio e a superfície metálica. Knothe et al. (2006) relataram que o diesel é composto por produtos derivados de enxofre e apresenta teores de água, o que possibilita ações corrosivas sobre o substrato. Vieira (2012) complementou esse argumento mostrando que foi possível a ocorrência de corrosão na superfície do metal em contato com o

óleo, devido a este meio promover uma maior solubilidade de oxigênio.

A Figura 2 (a, b, c) apresenta imagens correspondentes aos biofilmes depositados sobre os corpos de prova expostos ao sistema de imersão água/óleo, nos tempos 30, 60 e 90 dias, respectivamente. Observaram-se trechos da superfície dos corpos de prova, que sugerem ser produtos de corrosão, material polimérico extracelular (MPE) envolvendo algumas células, e a presença de formas microbianas, que sugerem ser células bacterianas isoladas.

Resultados semelhantes foram encontrados por Vieira (2012) em seu estudo sobre corrosão e biocorrosão em aço API 5L X60 exposto a óleo bruto e água produzida, cujo tempo de imersão foi de 15 e 90 dias, apresentando como resultado o mesmo comportamento de desprendimento e adesão de novas células, devido ao processo de formação de biofilme ser dinâmico. Suas imagens de MEV mostraram superfícies também desgastadas e com presença de escavações e sulcos. Além de produtos de corrosão, observaram-se material polimérico extracelular e células bacterianas isoladas.

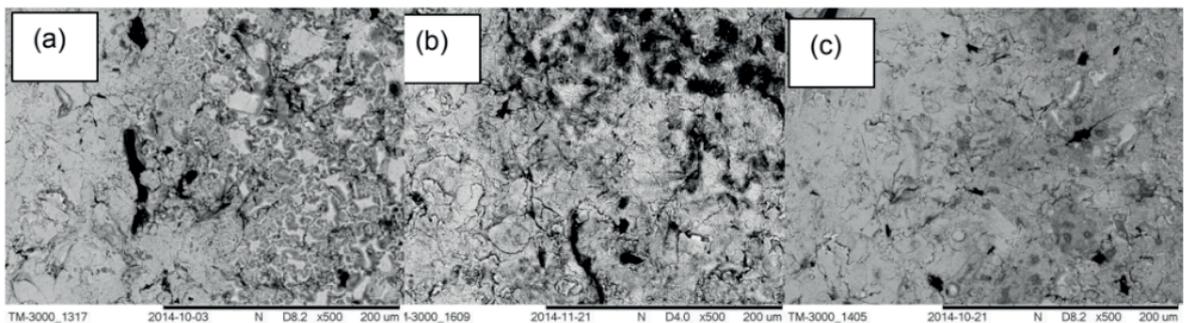


Figura 1. Micrografia da interface deteriorada pelo processo de corrosão, após processo de limpeza (sem produtos na superfície) - (a) após 30 dias; (b) após 60 dias; (c) após 90 dias.

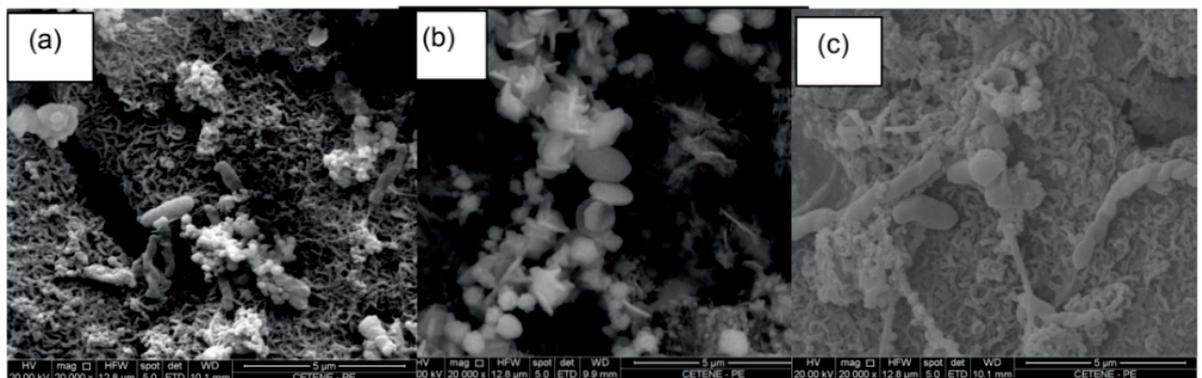


Figura 2. Micrografias das superfícies dos corpos de prova – (a) após 30 dias com aderência de MPE, produtos de corrosão e células bacterianas; (b) após 60 dias com maior incidência de produtos de corrosão; (c) após 90 dias com células bacterianas isoladas e MPE.

## 4 | CONCLUSÕES

O comportamento da corrosão e biocorrosão do aço carbono ASTM A283

submetido ao sistema de imersão bifásico óleo/água foi investigado, e as conclusões obtidas mostraram que as imagens de MEV revelaram processo de corrosão localizada, principalmente aos 30 dias. Também foi possível observar uma diminuição da velocidade de corrosão, ao longo dos 90 dias de imersão. Este fator pode estar associado à formação de uma camada composta por biofilmes aderidos à superfície metálica, constituídos por produtos de corrosão e formas que sugerem ser células microbianas envolvidas por material polimérico extracelular. Todo esse material na superfície dificultou o acesso do eletrólito ao metal base.

## REFERÊNCIAS

ASTM International. ASTM A283/A283M - 13 - **Standard Specification for Low and Intermediate Tensile Strength Carbon Steel Plates**. West Conshohocken: ASTM International; 2013.

DIAS, L. C.; SANTOS, A. R. **Corrosão bacteriana em tanques de querosene e gasolina de aviação**. Science and Technology. Santos, v. 1, n. 2, p. 76–80, 2012.

GENTIL, V. **Corrosão**. 6 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2011.

KNOTHE, G.; GERPEN, J. V.; KRAHL, J.; RAMOS, L. P. **Manual de Biodiesel**. 1. ed. São Paulo: Edgard Blücher LTDA, 2006.

OLIVEIRA, S. H. **Estudo da utilização da xantana e hipoclorito de sódio como estratégia para controle da biocorrosão**. 2010, 174 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2010.

Resolução G1-03. **Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens**, 2011.

SILVA, D. C.; JOHANN, J.; CUNHA, M. T.; SOARES, M.; RODRIGUES, P. R. P.; BANCZEC, E. P. EBRATS, 15, Encontro e Exposição Brasileira de Tratamentos de Superfície; 4, INTERFINISH Latino Americano, 2015, Centro – Oeste. **Corrosão em meio diesel do aço carbono revestido com cobre**. 7 p.

VIDELA, H. A. **Biocorrosão, biofouling e biodeterioração de materiais**. 1 ed. São Paulo: Edgard Blücher LTDA, 2003.

VIEIRA, M. R. S. **Corrosão e biocorrosão em aço API 5L X60 exposto a óleo bruto e água produzida**. Corrosão & Proteção. São Paulo, v. 9, n. 44, p. 20–27, 2012.

VIEIRA, M. R. S. **Estudo dos processos de corrosão e biocorrosão causados por fluidos da indústria de petróleo**. 2013, 129 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2013.

## **SOBRE A ORGANIZADORA:**

**Marcia Regina Werner Schneider Abdala:** Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro, Graduada em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro. Possui experiência na área de Educação a mais de 06 anos, atuando na área de gestão acadêmica como coordenadora de curso de Engenharia e Tecnologia. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se a atuação como professora de ensino superior atuando em várias áreas de graduações; professora de pós-graduação *lato sensu*; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Atuou como inspetora de Aviação Civil, nas áreas de infraestrutura aeroportuária e segurança operacional em uma instituição federal.

Agência Brasileira do ISBN  
ISBN 978-85-85107-63-5

