

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DAS TÉCNICAS DE ULTRA-SOM NA  
CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS AISI E AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

Vera Lúcia de Araújo Freitas

Campina Grande-PB

Agosto/2009

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DAS TÉCNICAS DE ULTRA-SOM NA  
CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS AISI E AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX**

Vera Lúcia de Araújo Freitas

Dissertação apresentada ao Programa de  
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de  
Materiais como requisito parcial à obtenção  
do título de MESTRE EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Antonio Almeida Silva

Co-orientador: Dr. Edgard de Macedo Silva

Campina Grande-PB

Agosto/2009

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG**

2009 Freitas, Vera Lúcia de Araújo

Avaliação da potencialidade das técnicas de ultra-som na caracterização de aços AISI e aço inoxidável duplex / Vera Lúcia de Araújo Freitas – Campina Grande, 2009.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

Referências.

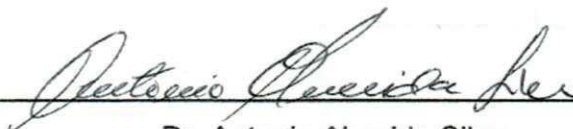
Orientador: Dr. Antonio Almeida Silva.

1. Testes não-destrutivos. 2. Ultra-som. 3. Aço inoxidável duplex. 4. Aços AISI

**AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DAS TÉCNICAS DE ULTRA-SOM  
PARA A CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS AISI E AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX**

**Vera Lúcia de Araújo Freitas**

Dissertação Aprovada em 06/08/2009 pela banca examinadora constituída dos seguintes membros:



Dr. Antonio Almeida Silva

Orientador

UAEMa – UFCG



Dr. Edgard de Macedo Silva

Co-Orientador

CEFET/PB



Dr. Marco Antonio dos Santos

Examinador Interno

UAEM/UFCG



Dr. Elineudo Pinho de Moura

Examinador Externo

UFC

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho ao meu noivo, Francisco Aldinei Pereira Aragão, por seu incondicional apoio, compreensão e companheirismo.

Aos meus pais, Antônio Nogueira Freitas e Maria da Assunção de Araújo Freitas, por toda uma vida de bons exemplos e ensinamentos.

A minha amada irmã Jérria (in memoriam), presente precioso que Deus me deu.

Aos demais irmãos: Kennedy, Tereza, Andréia, Carlos, Fátima e Ananete, por todo incentivo e amizade.

**Vera Lúcia de Araújo Freitas**

Tecnóloga em Eletromecânica pelo CENTEC (2001).

*"Se fui capaz de ver mais longe foi  
por estar apoiada sobre os ombros  
de gigantes".*

*Isaac Newton.*

**AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DAS TÉCNICAS DE ULTRA-SOM NA  
CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS AISI E AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX**

**Vera Lúcia de Araújo Freitas**

Dissertação aprovada em 06 de agosto de 2009, pela banca examinadora constituída dos seguintes membros:

Banca Examinadora:

---

Prof. Dr. Antonio Almeida Silva  
Orientador  
UAEM – UFCG

---

Prof. Dr. Edgard de Macedo Silva  
Co-Orientador  
IFET – PB

---

Prof. Dr. Marco Antonio dos Santos  
Examinador Interno  
UAEM – UFCG

---

Prof. Dr. Elineudo Pinho de Moura  
Examinador Externo  
DEMM – UFC

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus orientadores, Dr. Antonio Almeida Silva e Dr. Edgard de Macedo Silva, pela confiança, estímulo e todo apoio a mim dedicados.

Aos professores do mestrado, em especial ao Dr. Marco Antônio dos Santos e Dr. Theophilo Moura Maciel, por todos os seus ensinamentos que de forma valiosa contribuíram bastante para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos amigos Jorge Palma, Marcos Irmão, João Batista, Manasses, Bruno Araújo, Wanderlei e Victor Hugo por toda amizade, incentivo e apoio.

Aos amigos do LAMEA, Antônio, Igor, João, Rômulo e Jobson, pela companhia e toda ajuda.

Ao Dr. Elineudo Pinho de Moura, Paulo Garcia e Estênio do CENDE-UFC, por proporcionar a realização dos experimentos de ultra-som.

Aos professores do IFETCE, Willys Machado Aguiar e André Luis de Sousa Araújo, pela contribuição com os testes metalográficos.

Aos amigos do mestrado, especialmente a Lêda, Louise, Zoroastro, Thiago, Marcos e Niédson.

A FATEC pelo apoio financeiro e incentivo na minha qualificação, em especial agradeço ao Dr. Antônio Amaury Oriá Fernandes, Dra. Mirian C. Brasil e Dr. Samuel Brasileiro Filho.

Aos órgãos FINEP/CTPETRO/CNPq/PETROBRAS, por ter financiado o desenvolvimento deste trabalho de pesquisa.

Agradeço a Deus pela Sua presença constante em minha vida e por proporcionar-me a sua paz e a serenidade para superar os obstáculos e vencer os desafios.

Agradeço também todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.



# **AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DAS TÉCNICAS DE ULTRA-SOM NA CARACTERIZAÇÃO DE AÇOS AISI E AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX**

## **RESUMO**

Neste trabalho foi realizado o estudo da potencialidade de medidas de ultra-som (velocidade sônica e atenuação) na caracterização microestrutural de aços AISI e aço inoxidável duplex. No estudo com aços AISI, foi analisado o comportamento da velocidade e atenuação ultra-sônica em diferentes microestruturas (ferrita, perlita, ferrita-perlita e martensita) provenientes tanto de tratamentos térmicos como da variação do teor de carbono. Para os aços duplex foi avaliado o efeito do envelhecimento térmico, nas temperaturas de 698 e 748K e tempos de 12, 24, 50, 100 e 200h, no comportamento da velocidade e atenuação ultra-sônica. As medidas de velocidade foram calculadas tanto para ondas longitudinais como transversais. Através da relação entre as velocidades longitudinais e transversais foram calculadas as constantes elásticas para ambos os materiais, com e sem tratamento térmico. Nos aços AISI, a velocidade sônica cresceu da fase mais dura (martensita) para a fase mais macia (ferrita), enquanto que a atenuação sônica ocorreu o oposto. No aço duplex, a velocidade sônica aumentou com o tempo de envelhecimento, enquanto que a atenuação não sofreu variação significativa. De um modo geral, os resultados obtidos mostraram que ambas as técnicas utilizadas são promissoras e podem dar contribuições relevantes no âmbito da caracterização de materiais e controle das propriedades mecânicas por meio de testes não destrutivos.

# EVALUATION OF THE POTENTIALITY OF THE ULTRASOUND TECHNIQUES FOR AISI STEEL AND DUPLEX STAINLESS STEEL CHARACTERIZATION

## ABSTRACT

In this work the study of the potentiality of ultrasonic measures (velocity and attenuation) in microstructural characterization of steels AISI and duplex stainless steel was accomplished. In the study with AISI steels it was analyzed the ultrasonic velocity and attenuation behavior in microstructures different (ferrite, pearlite, ferrite-pearlite and martensite) from both thermal treatments and the content carbon variation. For the duplex steel the effect of thermal aging, at temperatures of 698 and 748K in intervals of 12, 24, 50, 100 and 200h, in ultrasonic velocity and attenuation behavior was evaluated. Velocity measures were calculated both longitudinal and transverse waves. Through the longitudinal and transverse velocities relationship, elastic constants for both materials were calculated, with and without heat treatment. In AISI steels, the sonic velocity grew from tougher phase (martensite) to softer phase (ferrite), while the sonic attenuation was the opposite. In the duplex steel, the sonic velocity increases with aging time, while the attenuation has not significantly varied. In general, the results obtained showed that both techniques are promising and may make relevant contributions to the materials characterization and control of mechanical properties through non-destructive testing.

## PUBLICAÇÕES

FREITAS, V. L. de A, SILVA, A. A, SILVA, E. M.; ALBUQUERQUE, V. H. C. DE; TAVARES, J. M. R. S. Microstructural characterization of carbon steels using ultrasonic velocity measurements. COBEM-International Congress of Mechanical Engineering, Gramado, RS, Brazil, 2009 a (aceito).

FREITAS, V. L. de A, SILVA, A. A, SILVA, E. M.; VARELA, A. C. G.; Aplicación de redes neuronales artificiales y de ensayos ultra sónicos para la identificación de fragilización en aceros inoxidables dúplex. MetNum - Congreso de métodos numéricos em Ingeniería, Barcelona, España, 2009 b.

FREITAS, V. L. de A.; SILVA, A. A.; SILVA, E. M.; COSTA, E. B.; VARELA, A. C. G.; SANTOS, N. C. Identificação do grau de fragilização por transformação de fase de um aço inoxidável duplex com auxílio de redes neurais artificiais. In: V CONEM-Congresso Nacional De Engenharia Mecânica, Salvador, BA, Brasil, 2008 a.

FREITAS, V. L. de A.; SILVA, A. A.; SILVA, E. M.; VARELA, A. C. G.; SANTOS, N. C. Utilização de redes neurais artificiais e de ensaios ultra-sônicos para identificação de fragilização em aço inoxidável duplex. In: 18º CBECiMat-Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Porto de Galinhas, PE, Brasil, 2008 b.

## SUMÁRIO

	Pag.
AGRADECIMENTOS .....	i
RESUMO.....	ii
ABSTRACT .....	iii
PUBLICAÇÕES .....	iv
ÍNDICE DE TABELAS .....	vii
ÍNDICE DE FIGURAS .....	viii
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xii
1.INTRODUÇÃO .....	1
1.1.Objetivo Geral .....	2
1.2.Objetivos Específicos .....	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1.Importância da Caracterização de Materiais por Técnicas Não Destrutivas ..	3
2.2.Caracterização de Materiais por Ultra-som .....	4
2.2.1.Velocidade Sônica .....	5
2.2.2.Atenuação Sônica .....	6
2.3.Exemplos de Aplicações de Medidas de Ultra-som para Caracterização de Materiais.....	8
2.3.1.Medidas de Tamanho de Grão .....	8
2.3.2.Análise de Tratamentos Térmicos.....	9
2.3.3.Estimativa do Endurecimento por Precipitação.....	9
2.3.4.Determinação de Módulos Elásticos .....	12
2.4.Aços Inoxidáveis Duplex - AIDs .....	13
2.4.1.Microestrutura.....	14
2.4.2.Fragilização dos Aços Inoxidáveis Duplex.....	16
2.4.3.Decomposição Espinodal .....	22
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	26
3.1.Aços AISI .....	26
3.1.1.Tratamentos Térmicos .....	26
3.1.2.Dureza Vickers .....	27

3.1.3.Exame Metalográfico .....	27
3.2.Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 .....	28
3.2.1.Tratamentos Térmicos .....	28
3.2.2.Dureza Rockwell C .....	29
3.3.Caracterização por Ultra-som .....	29
3.3.1.Velocidade Sônica .....	31
3.3.2.Atenuação Sônica.....	32
3.3.3.Módulos de Elasticidade .....	34
4.RESULTADOS .....	35
4.1.Aços AISI .....	35
4.1.1.Exame Metalográfico .....	35
4.1.2.Dureza Vickers .....	39
4.1.3.Caracterização por Ultra-Som .....	40
4.2.Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 .....	46
4.2.1.Dureza Rockwell C .....	46
4.2.2.Caracterização por Ultra-som .....	48
5.DISSCUSSÃO .....	55
5.1.Aços AISI .....	55
5.1.1.Caracterização por Ultra-som .....	57
5.2.Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 .....	61
5.2.1.Caracterização por Ultra-som .....	63
6.CONCLUSÕES .....	66
7.SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS.....	68
8.REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	69
ANEXO A .....	78
A.1. Velocidade Sônica de Ondas Longitudinais para Amostras de Aço AISI....	78

## ÍNDICE DE TABELAS

	Pag.
Tabela 3.1. Composição química do aço inoxidável duplex-UNS S31803 (em peso %)	28
Tabela 4.1. Módulos de Young, encontrados na literatura, obtidos por métodos dinâmicos.	46

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 2.1. Propagação de ondas longitudinais (a) e transversais (b). (Fonte: Andreucci, 2005). .....	5
Figura 2.2. Medidas de atenuação com a técnica do pulso eco. (a) Coeficiente de atenuação e (b) coeficiente de atenuação em função da frequência. (Fonte: Krüger, 2000). .....	7
Figura 2.3. Relação entre a velocidade sônica e tempo de envelhecimento. (Fonte: Normando et al., 2008). .....	10
Figura 2.4. Relação entre a velocidade ultra-sônica e tempo de envelhecimento. (Fonte: Shiegeyuki et al., 1996). .....	11
Figura 2.5. Relação entre a atenuação sônica e tempo de envelhecimento. (Fonte: Shiegeyuki et al., 1996). .....	11
Figura 2.6. Diagrama pseudobinário 70% Fe-Cr-Ni. (Fonte: Padilha & Guedes, 1994). .....	15
Figura 2.7. Esquema do processo de fabricação do aço inoxidável duplex fundido. (Fonte: Hedin et al., 1996). .....	16
Figura 2.8. Diagrama TTT esquemático de precipitação de segundas fases nos AIDs. (Fonte: Charles, 1991). .....	17
Figura 2.9. Diagrama esquemática característica microestrutural dos aços inoxidáveis. (Fonte: Cortie & Jackson, 1997). .....	18
Figura 2.10. Energia absorvida em ensaio Charpy e dureza Rockwell B de amostras de aço inoxidável duplex U50 solubilizado e envelhecido a 748K (475°C). (Fonte: Solomon et al., 1983). .....	21
Figura 2.11. Diagrama de fases com intervalos de miscibilidade. (Fonte: Porter & Easterling, 1968). .....	24
Figura 2.12. Evolução esquemática do perfil de concentração para ilustrar a diferença entre o mecanismo de nucleação e crescimento (a) e a decomposição espinodal (b). (Fonte: Cahn, 1968). .....	25

Figura 3.1. Condições do tratamento térmico para as amostras de aço duplex. Envelhecimento a 698K (a) e envelhecimento a 748K (b). .....	29
Figura 3.2. Fluxograma esquemático do sistema ultra-sônico utilizado para aquisição dos dados.....	30
Figura 3.3. Diagrama de um sistema pulso-eco.....	32
Figura 3.4. Esquema de seleção do sinal para a medida da atenuação sônica...	33
Figura 4.1. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1006. Ataque nital 3%.....	36
Figura 4.2. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1020. Ataque nital 3%.....	36
Figura 4.3. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1080. Ataque nital 3%.....	37
Figura 4.4. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1045 temperado com resfriamento em água. Ataque nital 3%. .....	37
Figura 4.5. Micrografias óticas da amostra de aço AISI 1045 temperada com resfriamento em óleo. Ataque nital 3%.....	38
Figura 4.6. Micrografias óticas da amostra de aço AISI 1045 normalizada nos aumentos de 500(a) e 1000X(b). Ataque nital 3%.....	38
Figura 4.7. Micrografias óticas da amostra de aço AISI 1045 recozida. Ataque nital 3%.....	39
Figura 4.8. Dureza Vickers média das amostras de aços AISI com e sem tratamento térmico. Intervalo de confiança de 95%. .....	40
Figura 4.9. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Freqüências de 4, 5 e 10MHz. ....	41
Figura 4.10. Velocidade média de onda transversal para as amostras de aço AISI 1045 (TA, TO, N e R). Freqüência 5MHz e intervalo de confiança de 95%. ....	41
Figura 4.11. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Freqüências de 4, 5 e 10 MHz.....	42
Figura 4.12. Velocidade média de onda transversal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Freqüência 5MHz e Intervalo de confiança de 95%. ...	43
Figura 4.13. Atenuação média para as amostras de aço AISI 1045 (TA, TO, N e R). Freqüência de 4 e 5MHz e intervalo de confiança de 95%.....	44
Figura 4.14. Atenuação média para as amostras de aço AISI 1045(TA), 1080, 1020, 1045 e 1006. Freqüências de 4 e 5 MHz e intervalo de confiança de 95%.	44



Figura 4.15. Módulo de Young e módulo de cisalhamento médios das amostras de aço comum AISI, com e sem tratamento térmico, calculados para um intervalo de confiança de 95%.....	45
Figura 4.16. Variação das medidas de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. (Fonte: Varela, 2007).....	47
Figura 4.17. Variação das medidas de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 748K. (Fonte: Varela, 2007).....	47
Figura 4.18. Velocidade média longitudinal em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. Freqüência de 4, 5 e 10MHz. ....	48
Figura 4.19. Velocidade média longitudinal em função do tempo de envelhecimento e temperatura de 748K. Freqüência de 4, 5 e 10MHz.....	49
Figura 4.20. Velocidade longitudinal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 4MHz e Intervalo de Confiança de 95%.....	50
Figura 4.21. Velocidade longitudinal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 5MHz e Intervalo de Confiança de 95%.....	50
Figura 4.22. Velocidade longitudinal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 10MHz e Intervalo de Confiança de 95%.....	51
Figura 4.23. Velocidade média transversal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 5MHz e Intervalo de Confiança de 95%.....	51
Figura 4.24. Atenuação sônica média em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. Freqüências de 4 e 5 MHz e intervalo de confiança de 95%.....	52
Figura 4.25. Atenuação sônica média em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 748K. Freqüência de 4 e 5MHz e intervalo de confiança de 95%.....	53
Figura 4.26. Variação do módulo de Young e módulo de cisalhamento em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. Intervalo de confiança de 95%.....	54

Figura 4.27. Variação do módulo de Young e módulo de cisalhamento em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 748K. Intervalo de confiança de 95%.....	54
Figura A.1. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Freqüências de 4MHz e intervalo de confiança de 95%....	79
Figura A.2. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Freqüências de 5MHz e intervalo de confiança de 95%....	79
Figura A.3. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Freqüências de 4MHz e intervalo de confiança de 95%....	80
Figura A.4. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Freqüências de 4MHz e intervalo de confiança de 95%. .....	80
Figura A.5. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Freqüências de 5MHz e intervalo de confiança de 95%. .....	81
Figura A.6. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Freqüências de 10MHz e intervalo de confiança de 95%.....	81

## SÍMBOLOS E ABREVIações

$\alpha$	- Ferrita	
$\alpha'$	- Ferrita rica em cromo	
$\nu$	- Coeficiente de Poisson	
$\rho$	- Densidade	[g/cm <sup>3</sup> ]
$\sigma$	- Fase sigma	
$\chi$	- Fase chi	
$\tau_0$	- Tempo	[s]
$\lambda$	- Comprimento de onda	[m]
$\gamma$	- Austenita	
$\pi$	- Fase pi	
$A_0$	- Amplitude do primeiro eco	[dB]
$A_n$	- Amplitude do último eco	[dB]
$\alpha/\alpha$	- Interface ferrita- ferrita	
$\gamma/\gamma$	- Interface austenita- austenita	
$\alpha/\gamma$	- Interface ferrita-austenita	
<i>CCC</i>	- Cúbica de corpo centrado	
<i>CFC</i>	- Cúbica de face centrada	
<i>D</i>	- Tamanho de grão	
<i>E</i>	- Módulo de Young	[GPa]
<i>F</i>	- Ferrita	
<i>f</i>	- Freqüência	[MHz]
<i>F – PF</i>	- Ferrita-Perlita Fina	
<i>F – PG</i>	- Ferrita-Perlita Grossa	
<i>G</i>	- Módulo de cisalhamento	[GPa]
<i>M</i>	- Martensita	
<i>MO</i>	- Microscopia ótica	
<i>N</i>	- Normalização	
<i>P</i>	- Perlita	

<i>R</i>	- Fase R	
<i>R</i>	- Reozimento	
<i>TA</i>	- Têmpera em água	
<i>TF</i>	- Transformada de Fourier	
<i>TO</i>	- Têmpera em óleo	
<i>TRC</i>	- Diagrama de Transformação por Resfriamento Contínuo	
<i>TTT</i>	- Transformação Tempo-Temperatura	
$V_L$	- Velocidade longitudinal	[ <i>m/s</i> ]
$V_T$	- Velocidade transversal	[ <i>m/s</i> ]
<i>X</i>	- Espessura da amostra	[ <i>m</i> ]

### **Siglas**

ABNT	- Associação Brasileira de Normas Técnicas
AID	- Aço Inoxidável Duplex
AISI	- American Iron and Steel Institute
ASM	- American Society for Metals
ASTM	- American Society for Testing and Materials
DFA	- Detrended Fluctuation Analysis
END	- Ensaio Não Destrutivo
NDT	- Nondestructive Testing
PCA	- Principal Component Analysis
SAE	- Society of Automotive Engineers

## 1. INTRODUÇÃO

As técnicas de ensaios não-destrutivos (END) são comumente utilizadas para detectar e caracterizar defeitos ou descontinuidades que possam causar falhas em componentes de engenharia. No entanto, a falha também pode ocorrer devido à degradação das propriedades mecânicas. O aço é um material de engenharia bastante atraente devido possibilitar a mudanças radicais nas propriedades mecânicas através de tratamentos térmicos, mecânicos ou variação na composição química. Para o bom desempenho destes materiais, é importante o uso de metodologias para a determinação das propriedades mecânicas através da caracterização e monitoramento da microestrutura durante ou após a fabricação, bem como em serviço.

Nas últimas duas décadas, uma quantidade significativa de esforços tem sido investida para desenvolver metodologias não-destrutivas que possam caracterizar materiais em termos de propriedades. Elas oferecem vantagens sobre as convencionais (metalografia, testes mecânicos e etc.), que além de serem em geral destrutivas, são relativamente lentas na obtenção dos resultados, dispendiosas e de difícil automatização. Entre as técnicas END utilizadas para a caracterização de materiais, as de ultra-som são as mais utilizadas (Nanekar & Shah, 2004).

Com o avanço da tecnologia dos equipamentos de ultra-som e processamentos de sinais, as medidas ultra-sônicas podem ser realizadas com maior precisão para correlacioná-las a diferentes propriedades mecânicas e microestruturas, com um razoável nível de confiança (Nanekar & Shah, 2004).

Os aços inoxidáveis duplex são materiais que apresentam uma excelente combinação das propriedades relativas à resistência mecânica e corrosão, tornando-se bastante competitivos em relação aos outros tipos de aços inoxidáveis. Esta combinação tem estimulado o seu uso em ambientes cada vez mais agressivos e em menores espessuras. No entanto, para assegurar as ótimas propriedades destes aços é importante que não ocorram transformações de fase durante a sua produção, aplicação ou manutenção,

pois fases como  $\sigma$ ,  $\chi$ ,  $\alpha'$ , nitretos de cromo e carbonetos podem se formar durante a permanência do material a temperaturas acima de 573K (300°C) e causar danos.

Entre as fases frágeis que esses aços podem apresentar, destaca-se neste trabalho a fase  $\alpha'$  que é produto da decomposição da ferrita quando exposto a temperaturas entre 573 a 773K (300 a 500°C). Esta fase  $\alpha'$  dá origem à chamada fragilização a 748K (475°C), que causa a perda de tenacidade e afeta à resistência a corrosão.

### **1.1. Objetivo Geral**

O objetivo desta pesquisa é avaliar a potencialidade das medidas de ultra-som (velocidade sônica e atenuação) na identificação de variação de microestrutura em aços AISI e aços inoxidáveis duplex.

### **1.2. Objetivos Específicos**

- Avaliar o comportamento da velocidade sônica e atenuação em diferentes microestruturas de aços AISI 1006, 1020, 1045 e 1080 provenientes de tratamentos térmicos e da variação do teor de carbono.
- Avaliar a capacidade do ultra-som em identificar a transformação de fase em um Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 nas temperaturas de 698 e 748K (425 e 475°C) e tempos de 12, 24, 50, 100 e 200 horas.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. Importância da Caracterização de Materiais por Técnicas Não Destrutivas**

Um dos principais objetivos dos ensaios não destrutivos (END) é a certificação de que o componente a ser analisado esteja apto para o serviço. O modo mais comum de fazê-lo é através da inspeção do componente com uma ou com a combinação de diferentes técnicas de ensaios não destrutivos para determinar a presença ou ausência de falhas em componentes. Se a falha existir, então é caracterizado com respeito à localização, dimensão, orientação, forma e natureza para determinar a sua aceitabilidade sob as condições de funcionamento. Além das características da falha, outros parâmetros que são igualmente importantes para avaliar a integridade estrutural de um componente são as propriedades microestruturais e mecânicas.

Usualmente, a determinação das propriedades microestruturais é feita por metalografia e as propriedades mecânicas são determinadas por testes mecânicos. Os testes destrutivos são realizados em corpos de prova com dimensões padronizadas, partindo do pressuposto de que o corpo de prova é verdadeiramente representativo para o material em estudo. Apesar das tecnologias aplicadas aos testes destrutivos, para que possam cada vez mais reproduzir as condições em uso, os resultados podem não ser genuinamente aplicáveis para prever o comportamento de componentes em serviço, pois alguns fatores podem ser imprevisíveis como: condições ambientais, degradação de propriedades, microdanos, presença de tensões residuais e outros fatores que possam agir de forma negativa à vida útil do componente.

A caracterização de propriedades dos materiais por testes não-destrutivos, portanto, assume uma grande importância na indústria uma vez que podem ser usadas para o monitoramento durante a fabricação bem como em serviço. Algumas das técnicas de ensaios não-destrutivos que têm sido utilizadas para caracterizar propriedades mecânicas são: testes de ultra-som,

correntes parasitas, métodos magnéticos, ruído Barkhausen, radiometria, espectroscopia Mossbauer, aniquilação de pósitron, etc. (Papadakis, 1976).

## **2.2. Caracterização de Materiais por Ultra-som**

Os materiais utilizados em engenharia são em sua maioria heterogêneos do ponto de vista acústico. Uma heterogeneidade acústica se caracteriza por uma variação da impedância acústica no meio de propagação. As heterogeneidades mais comuns a nível microestrutural são: grãos, inclusões, microtrincas, precipitados, porosidade e fibras (no caso de materiais compósitos) (Kruger, 2000).

As heterogeneidades microestruturais podem ser analisadas de duas formas do ponto de vista ultra-sônico. A primeira é quando o objetivo é somente usar o material como meio de propagação da onda, como por exemplo, na detecção de trincas ou medição de espessura por ultra-som. A segunda é quando o objetivo é caracterizar estas heterogeneidades, isto é, caracterizar microestruturalmente o material através da análise da interação de elementos microestruturais com o feixe ultra-sônico. O estudo dos princípios da interação ultra-som/heterogeneidades é importante para ambos os casos, porém especialmente para o segundo.

A interação do ultra-som com heterogeneidades pode ser avaliada em termos de mudança na velocidade de propagação, perda de amplitude (ou atenuação) e análise do sinal retro-espalhado (Krüger, 2000). A literatura possui uma vasta quantidade de trabalhos onde os autores aplicam medidas de ultra-som para calcular constantes elásticas, analisar microestruturas, textura e propriedades mecânicas.

Para calcular os módulos elásticos são utilizados medidas de velocidade de ondas longitudinais e transversais (ou de cisalhamento) e da densidade do material. A microestrutura e morfologia podem ser caracterizadas através de medidas de velocidade e atenuação. As propriedades mecânicas são extrínsecas e dependem das propriedades elásticas, da microestrutura e



morfologia do material. As avaliações são, portanto, realizadas de forma indireta, baseadas em correlações empíricas da velocidade e atenuação com fatores microestruturais e morfológicos (NDT Handbook, 1991).

A seguir estão apresentadas algumas medidas de ultra-som comumente utilizadas para a caracterização de materiais.

### 2.2.1. Velocidade Sônica

As medidas de velocidade sônica são feitas através da medida do tempo de propagação de um pulso ultra-sônico em uma distância conhecida. A medida do tempo pode ser obtida diretamente do aparelho de ultra-som ou osciloscópio. Porém, para maior precisão, algumas técnicas podem ser utilizadas como: método da sobreposição de ecos RF (pulse-echo-overlap), método da superposição, método da comparação de fases (Papadakis, 1977), método da relação cruzada (Bittencourt, 2000) e etc.

A velocidade ultra-sônica utilizada para caracterização de materiais pode ser de ondas longitudinais e transversais. Numa onda longitudinal, as partículas se deslocam na direção de propagação da onda (figura 2.1.a), enquanto que para uma onda transversal ou cisalhantes (figura 2.1.b) o deslocamento é perpendicular a direção de propagação (Andreucci, 2005).

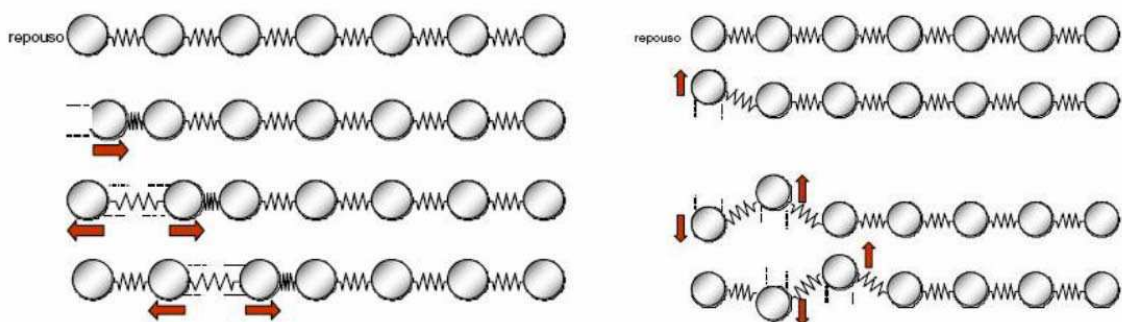


Figura 2.1. Propagação de ondas longitudinais (a) e transversais (b). (Fonte: Andreucci, 2005).

A velocidade sônica depende da densidade, das constantes elásticas do material e do tipo de onda aplicada. Qualquer alteração microestrutural que afete tais variáveis irá refletir nos valores da velocidade. Elas são representadas pelas seguintes equações:

$$V_T = \left( \frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)} \right)^{1/2} \quad (2.1)$$

$$V_L = \left( \frac{E}{2\rho(1+\nu)} \right)^{1/2} \quad (2.2)$$

Onde: ( $V_T$ ) velocidade transversal;  
( $V_L$ ) velocidade longitudinal;  
( $\nu$ ) coeficiente de Poisson;  
( $E$ ) módulo de Young;  
( $\rho$ ) densidade do material.

### 2.2.2. Atenuação Sônica

A atenuação é uma medida da redução da amplitude de um pulso de ultra-som quando este se propaga em um material. Os mecanismos de perda de energia que governam a atenuação ultra-sônica em materiais de engenharia são: a absorção e o espalhamento (Krüger, 1999). As perdas por absorção envolvem conversões diretas de energia acústica em calor, mecanismo que é essencialmente independente do tamanho, forma e volume do grão. No que tange ao espalhamento, esta perda de energia depende do comprimento de onda ultra-sônica incidente, da densidade e dimensão das heterogeneidades (Menezes, 2006).

A atenuação é quantificada em termos de coeficiente de atenuação e pode ser representada pela equação 2.3 (ver figura 2.2.a).

$$\alpha = \frac{20}{\Delta x} \log \frac{A_0}{A_x} \quad (2.3)$$

Onde: ( $A_0$ ) é a amplitude da onda na posição  $x_0$ ;

( $A_x$ ) é a amplitude da onda em uma distância  $x$  de  $x_0$ ;

( $\Delta x = x - x_0$ )

( $\alpha$ ) é o coeficiente de atenuação.

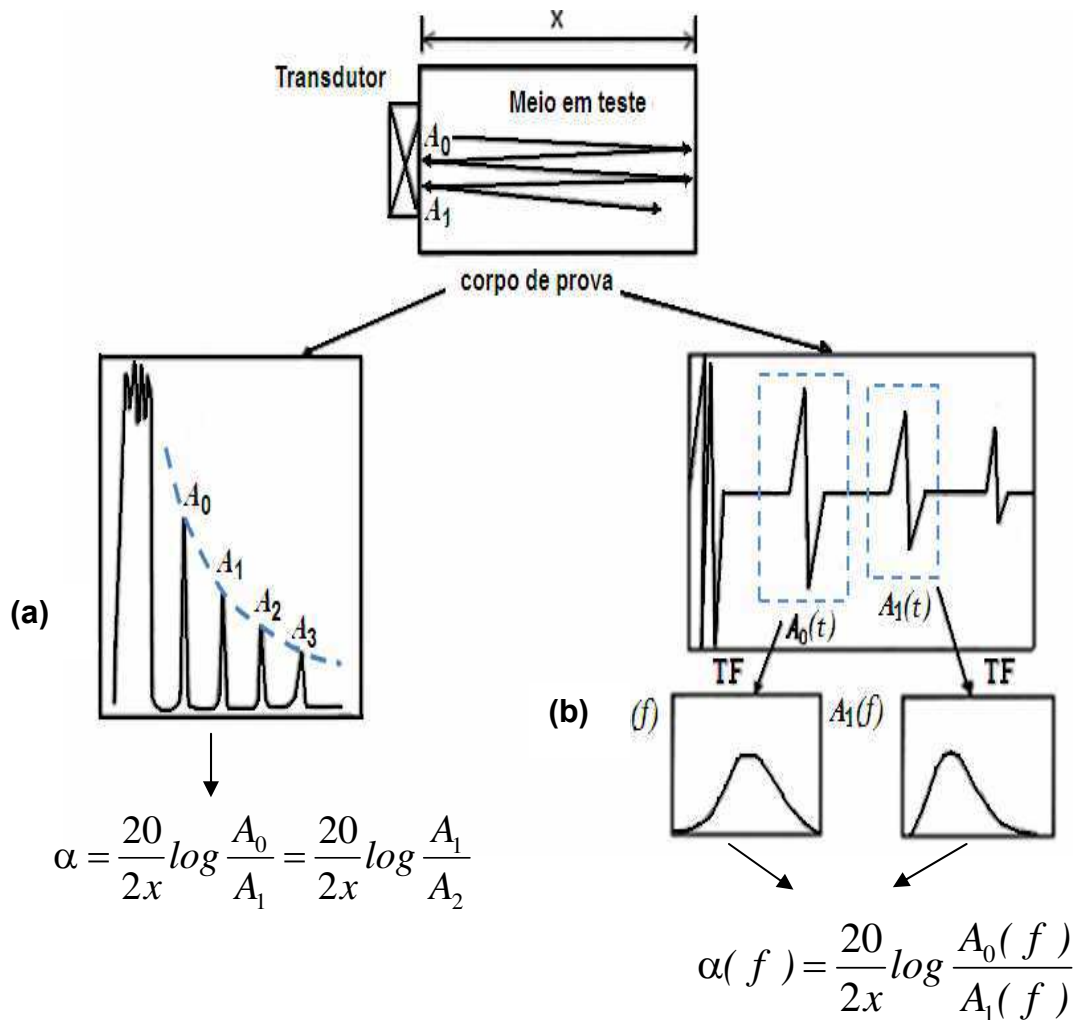


Figura 2.2. Medidas de atenuação com a técnica do pulso eco. (a) Coeficiente de atenuação e (b) coeficiente de atenuação em função da frequência. (Fonte: Krüger, 2000).

O coeficiente de atenuação em função da frequência da onda pode ser avaliado de forma eficiente através da análise espectral (ver figura 2.2.b). A equação 2.3 pode ser ligeiramente modificada para o cálculo da atenuação em função da frequência através da equação 2.4.

$$\alpha(f) = \frac{20}{\Delta x} \log \frac{A_0(f)}{A_x(f)} \quad (2.4)$$

Onde:  $\alpha(f)$  é o coeficiente de atenuação em função da frequência;

$A_0(f)$  é a transformada de Fourier do pulso sônico na posição  $x_0$ ;

$A_x(f)$  é a transformada de Fourier do pulso sônico na posição  $x$ .

## **2.3. Exemplos de Aplicações de Medidas de Ultra-som para Caracterização de Materiais**

### **2.3.1. Medidas de Tamanho de Grão**

O tamanho do grão é uma importante propriedade microestrutural que controla algumas propriedades mecânicas, como resistência e tenacidade à fratura. A medição do tamanho de grão por teste de ultra-som é totalmente empírica. Baseia-se em correlações de medidas de ultra-som com tamanhos de grão conhecidos. A curva então é calibrada e o tamanho do grão do material a ser analisado é estimado a partir desta curva (Nanekar & Shah, 2004),

Badidi et al.(2003) realizaram um estudo experimental da evolução de medidas de ultra-som (velocidade sônica e atenuação, ambas para ondas longitudinais e transversais) em diferentes tamanhos de grão de um aço. Segundos os autores, o experimento mostra a possibilidade de avaliar de forma

qualitativa a granulometria do material a partir de velocidade onde esta velocidade diminui com o aumento do tamanho do grão.

Palanichamy et al. (1995) analisaram a velocidade sônica (de ondas longitudinais e transversais) para a determinação do tamanho do grão de aços inoxidáveis austeníticos. Amostras com diferentes tamanhos de grãos foram analisadas. Segundo seus resultados, quanto maior o tamanho do grão menor a velocidade.

### **2.3.2. Análise de Tratamentos Térmicos**

Gür & Cam (2007) e Gür & Tuncer (2005) estudaram o comportamento da velocidade sônica em diferentes microestruturas como: martensita, bainita, ferrita-perlita fina e ferrita-perlita grossa. De acordo com seus resultados, a menor velocidade sônica é para a martensita e maior para a estrutura ferrita-perlita grossa.

Badidi et al. (2000), estudaram a relação entre medidas de ultra-som (velocidade sônica e atenuação) e dureza de um aço com 0,4% de carbono submetido ao tratamento de têmpera segundo o método Jominy. Neste trabalho foi mostrado que os valores da velocidade sônica e atenuação crescem com o aumento de dureza do material.

### **2.3.3. Estimativa do Endurecimento por Precipitação**

Normando et al. (2008), investigaram a formação de fase sigma em aços inoxidáveis duplex por medidas de velocidade sônica em diferentes frequências, como mostra a figura 2.3. De acordo com os resultados, a velocidade sônica aumenta com o tempo de envelhecimento a partir do tempo de envelhecimento de 30min. Eles também realizaram a análise de componentes principais (PCA) em curvas produzidas pela análise DFA (detrended-fluctuation analysis) dos sinais gerados pelo espalhamento sofrido pela onda ultra-sônica.

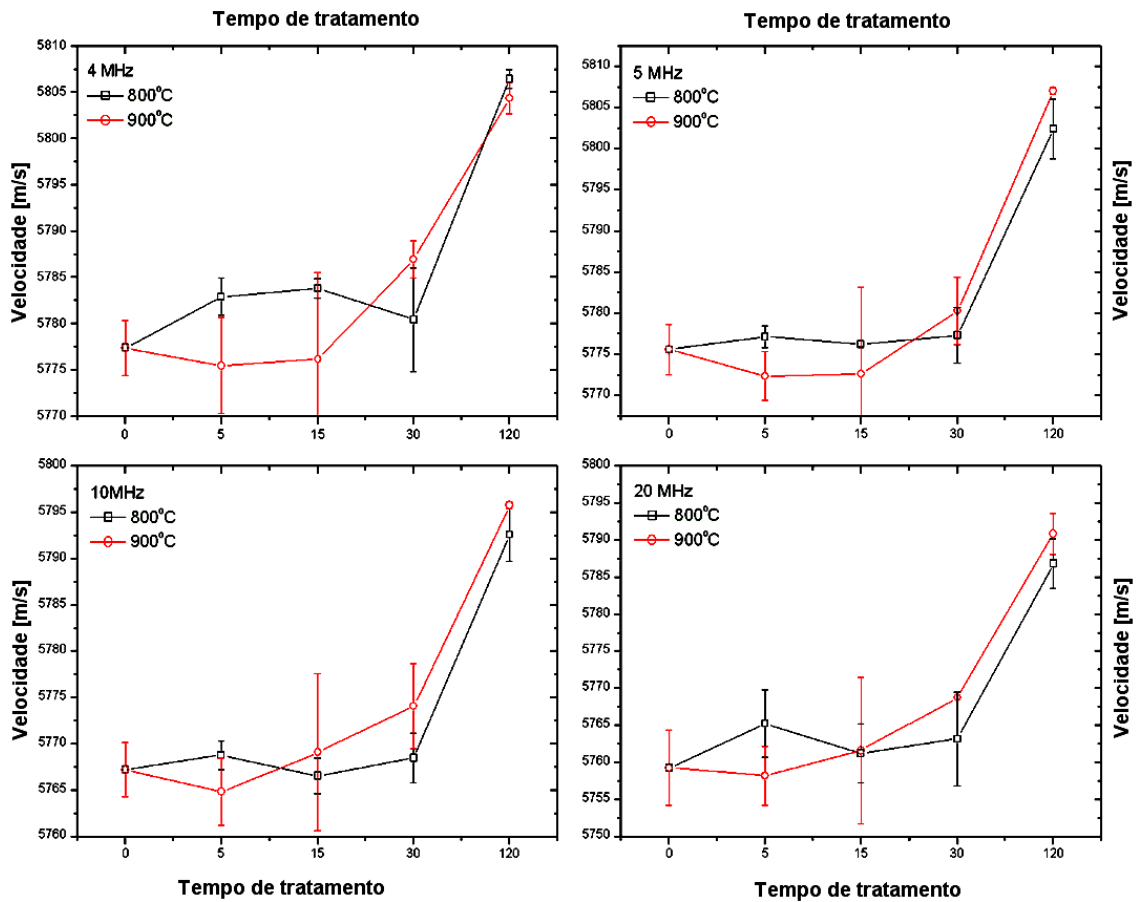


Figura 2.3. Relação entre a velocidade sônica e tempo de envelhecimento. (Fonte: Normando et al., 2008).

Shiegeyuki et al.(1996), estudaram o efeito do envelhecimento térmico a 748K (475°C) em aços inoxidáveis duplex sobre a velocidade e atenuação sônica. De acordo com os resultados mostrados nas figuras 2.4 e 2.5, a velocidade do som aumenta com o envelhecimento, enquanto que a atenuação sônica não é afetada. Nas figuras apresentadas, observa-se que as mudanças na velocidade sônica têm uma relação colinear com as mudanças na dureza, enquanto que as medidas da atenuação sônica não foram muito sensíveis ao envelhecimento.

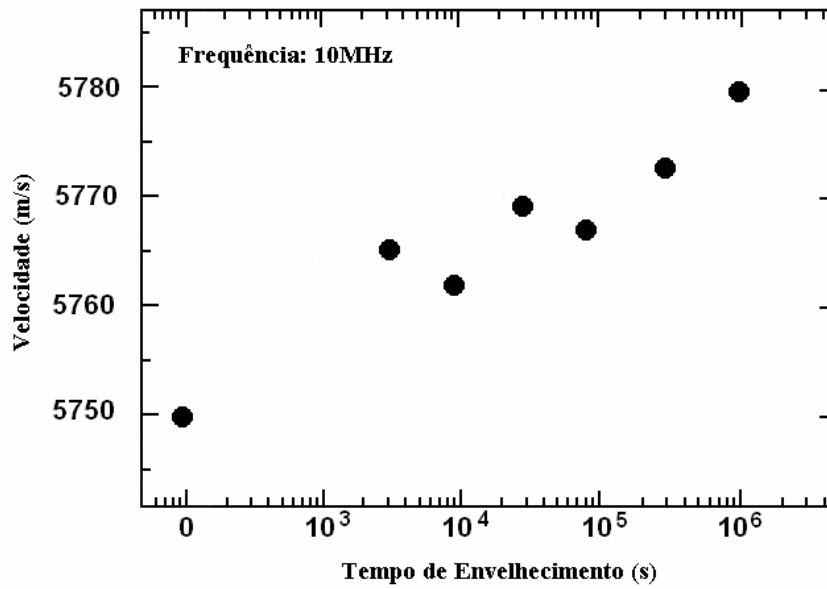


Figura 2.4. Relação entre a velocidade ultra-sônica e tempo de envelhecimento. (Fonte: Shiegeyuki et al., 1996).

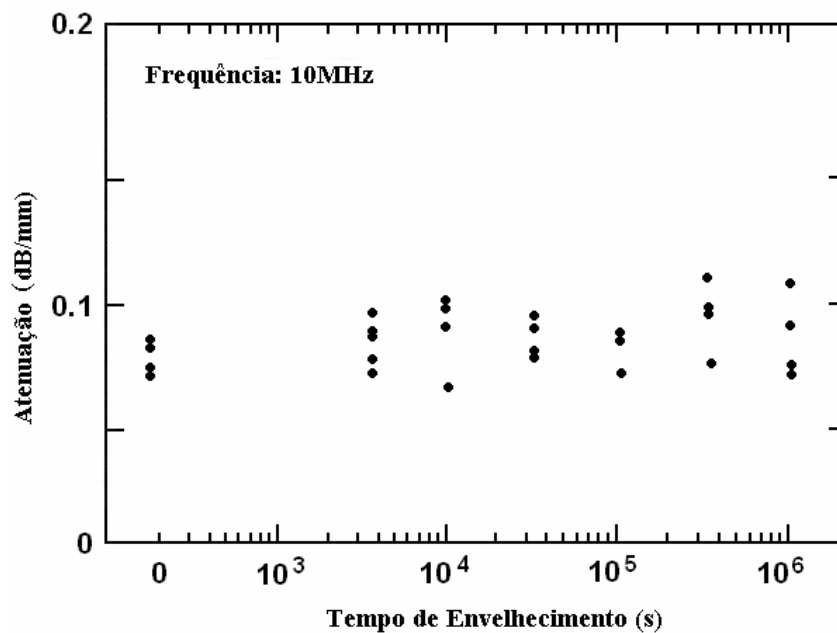


Figura 2.5. Relação entre a atenuação sônica e tempo de envelhecimento. (Fonte: Shiegeyuki et al., 1996).

Embora a atenuação não tenha apresentado um resultado promissor, estudos mostram que a análise do sinal retroespalhado é sensível a alterações da microestrutura em aços inoxidáveis duplex (Normando et al., 2008 e Sugibayashi et al., 1997).

Silva et al. (2009), Freitas et al. (2009 b) e Varela (2007), avaliaram a formação da fase  $\alpha'$  em aços inoxidável duplex por medidas de velocidade sônica. Os resultados mostraram que a velocidade aumentou com o tempo de envelhecimento. O fato é que a precipitação de fases  $\alpha'$  finamente distribuídas pela matriz ferrítica reduz o livre caminho médio para movimentação das discordâncias de modo a refletir nos valores de dureza, módulo elástico dos grãos de ferrita e conseqüentemente nos valores da velocidade sônica. Ensaio destrutivo como charpy e dureza foram realizados para correlacionar com os parâmetros ultra-sônicos e grau de fragilização. Silva et al. (2009) e Varela (2007) também realizaram ensaios de difração de raios-x, resistividade elétrica e análise da superfície de fratura para avaliar a fragilização do aço inoxidável duplex devido a formação da fase  $\alpha'$ .

#### **2.3.4. Determinação de Módulos Elásticos**

Tane et al. (2003) investigaram o comportamento das constantes elásticas de um aço duplex JIS-SCS14A (CF8M) envelhecido a 748K (400°C) por tempos de 300, 1000, 3000 e 10000h, utilizando o método da espectroscopia de ressonância ultra-sônica. Eles verificaram também as constantes elásticas para cada fase (fase- $\alpha$  e fase- $\gamma$ ). Segundos os autores, os módulos elásticos na fase- $\gamma$ , permanece inalterado enquanto que o módulo elástico na fase- $\alpha$  aumenta com o tempo de tratamento.

Kim & Johnson (2007) calcularam as constantes elásticas da martensita e ferrita-perlita do aço AISI 1050 temperado e não temperado respectivamente, e ferro- $\alpha$ . Estas constantes foram determinadas também por espectroscopia de ressonância ultra-sônica. De acordo com os resultados apresentados pelos



autores, os módulos elásticos para a martensita foram menores que para a ferrita-perlita e ferrita (ferro- $\alpha$ ) devido à maior anisotropia da martensita.

#### **2.4. Aços Inoxidáveis Duplex - AIDs**

Os aços inoxidáveis duplex-AID são materiais baseados no sistema Fe-Cr-Ni. Sua composição química e processamento termo-mecânico conferem-lhes uma microestrutura bifásica com proporções aproximadamente iguais de ferrita e austenita. Estes aços são tipicamente ligas Cr (de 20 a 30%) – Ni (de 5 a 10%), com teores muito baixos de carbono (menores do que 0,03%) e podem ter adições de nitrogênio, molibdênio, tungstênio, e cobre (Solomon & Devine, 1983). Estes materiais se caracterizam por apresentarem excepcional combinação de propriedades mecânicas, aliada a uma excelente resistência à corrosão sob condições críticas de trabalho (Lopes, 2006).

As propriedades mecânicas dos AID são resultados da combinação da composição química e de propriedades da ferrita e a austenita (Solomon & Devine, 1983), mais notadamente da ferrita, que tem maior limite de escoamento do que a austenita (Giraldo, 2001). Apresentam também uma elevada resistência ao trincamento por corrosão sob tensão em cloretos e possuem uma soldabilidade superior a dos aços inoxidáveis ferríticos (Souza Jr., 2008). Essas características lhes conferem numerosas vantagens sobre os aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos tradicionais. Apresentam alta resistência à tração e com alongamento de até 25 %. A resistência ao impacto tem um valor intermediário entre os aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos (Giraldo, 2001).

Devido as excelentes propriedades, estes aços possuem um vasto campo de aplicações, principalmente nas indústrias químicas e petroquímicas, indústrias de polpa e papel (Iacoviello et al., 1999), indústrias de geração de energia (Chen et al., 2002), em reatores nucleares (Tseng et al., 2003), em tubulações de trocadores de calor, vasos de pressão e válvulas (Olsson & Liljas, 1996), nos campos de alimentos e biomédico (Charles, 1991).

A presença da ferrita é benéfica para os AIDs, pois é responsável pela por boa parte das suas excelentes propriedades mecânicas. Por outro lado, poderá elevar o risco do aparecimento de precipitação de fase secundária onde irá ser prejudicial às propriedades mecânicas e resistência à corrosão (Russell & Lundin, 2005).

#### **2.4.1. Microestrutura**

A microestrutura de um aço inoxidável duplex laminado é formada por lamelas alternadas de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ). As suas fases em equilíbrio podem ser aproximadas usando uma seção vertical do diagrama ternário Fe-Cr-Ni. A figura 2.6 (Padilha e Guedes, 2004), mostra esquematicamente em um diagrama pseudobinário 70%Fe-Cr-Ni que a solidificação de um aço inoxidável duplex é completamente ferrítica. À medida que o resfriamento avança, parte da ferrita se transforma no estado sólido em austenita. Deste modo, na temperatura ambiente tem-se a estrutura bifásica ( $\alpha/\gamma$ ).

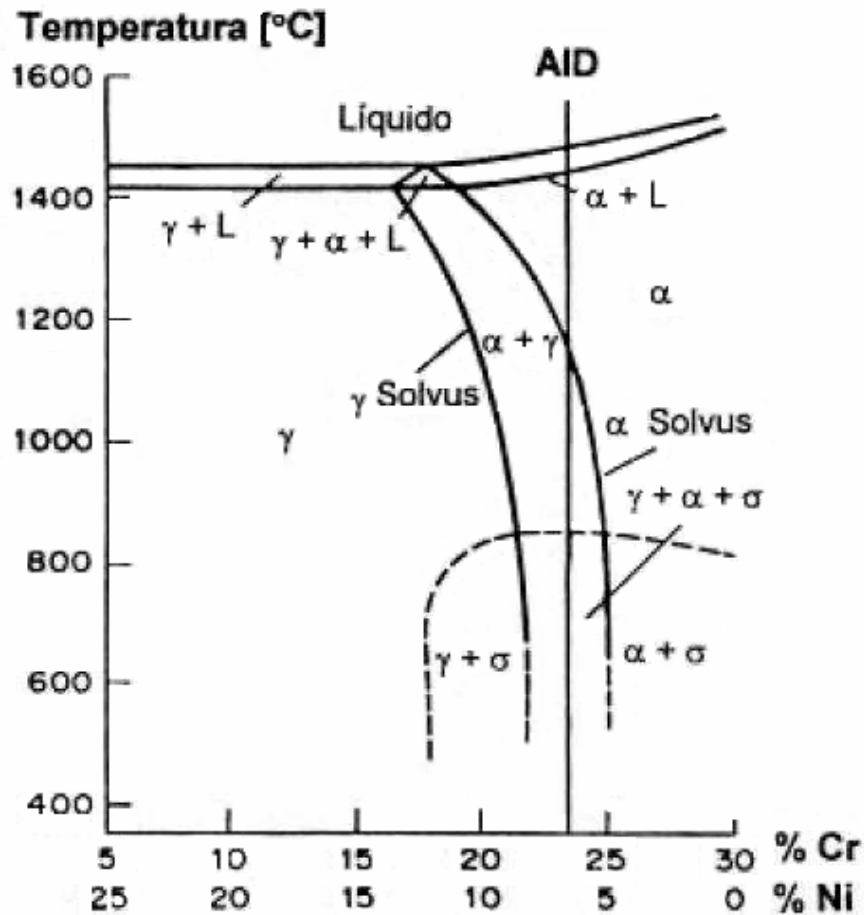


Figura 2.6. Diagrama pseudobinário 70% Fe-Cr-Ni. (Fonte: Padilha & Guedes, 1994).

Para entender a microestrutura bifásica de um AID, também é necessário conhecer o processo de fabricação que pode ser por laminação ou fundição. A laminação a quente dos aços inoxidáveis duplex é realizada na região bifásica  $\alpha/\gamma$  na faixa de temperatura de 1273 a 1373K (1000°C a 1100°C), podendo chegar até a 1573K (1300°C). O limite inferior da temperatura de trabalho a quente é limitado pela precipitação de fases intermetálicas. Finalmente é efetuado um tratamento térmico de solubilização em temperaturas variando de 1323 a 1423K (1050 a 1150°C), seguido de um resfriamento rápido até a temperatura ambiente (Souza Jr., 2008).

Na obtenção do AID através do processo de fundição, uma microestrutura completamente ferrítica é formada durante a solidificação. A transformação parcial da austenita ocorre durante o resfriamento onde começa a produzir os precipitados de austenita na matriz ferrítica. Em seguida são realizados os processos de recozimento de recristalização e revenimento para equalizar a proporção das duas fases (Varela, 2007). A figura 2.7 apresenta a seqüência usual de processamento dos aços inoxidável duplex por fundição.

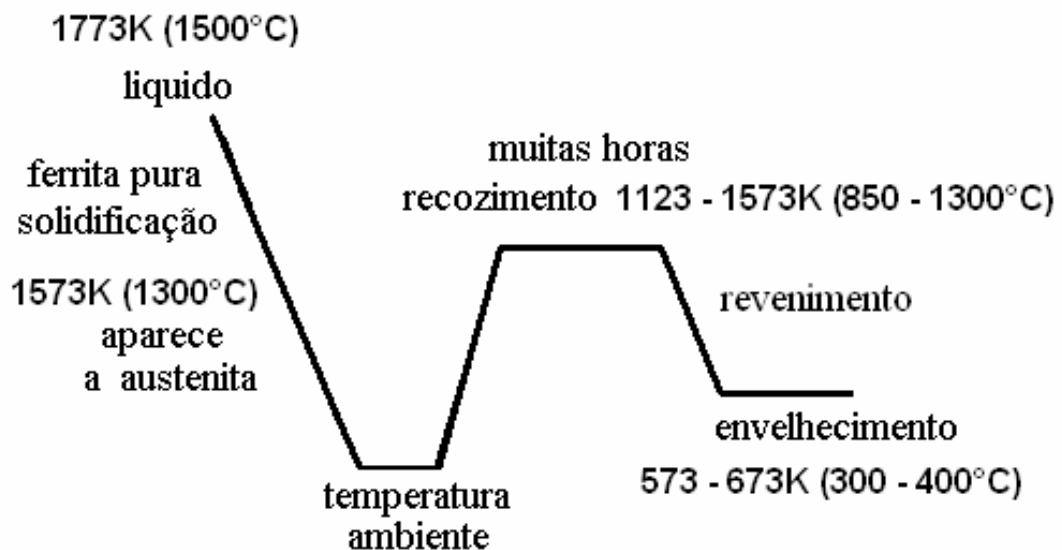


Figura 2.7. Esquema do processo de fabricação do aço inoxidável duplex fundido. (Fonte: Hedin et al., 1996).

#### 2.4.2. Fragilização dos Aços Inoxidáveis Duplex

Os aços inoxidáveis duplex, em certas condições de temperatura e tempo de operação, podem apresentar precipitados e compostos intermetálicos que influenciam muito nas propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Normalmente essas fases se precipitam na matriz ferrítica ou em contornos de grãos  $\alpha/\gamma$  com exceção da martensita (Moreno, 2004). As transformações de fase ocorrem preferencialmente na ferrita devido à maior taxa de difusão da

estrutura CCC e à alta concentração de elementos como Cr e Mo (Dupouiron & Audouard, 1992).

Estas fases secundárias são formadas na faixa de temperatura de 573 a 1173K (300 a 900°C), conforme ilustra o diagrama TTT esquemático apresentado na figura 2.8. No diagrama observa-se que quanto mais baixa a temperatura, maiores tempos são exigidos para a precipitação.

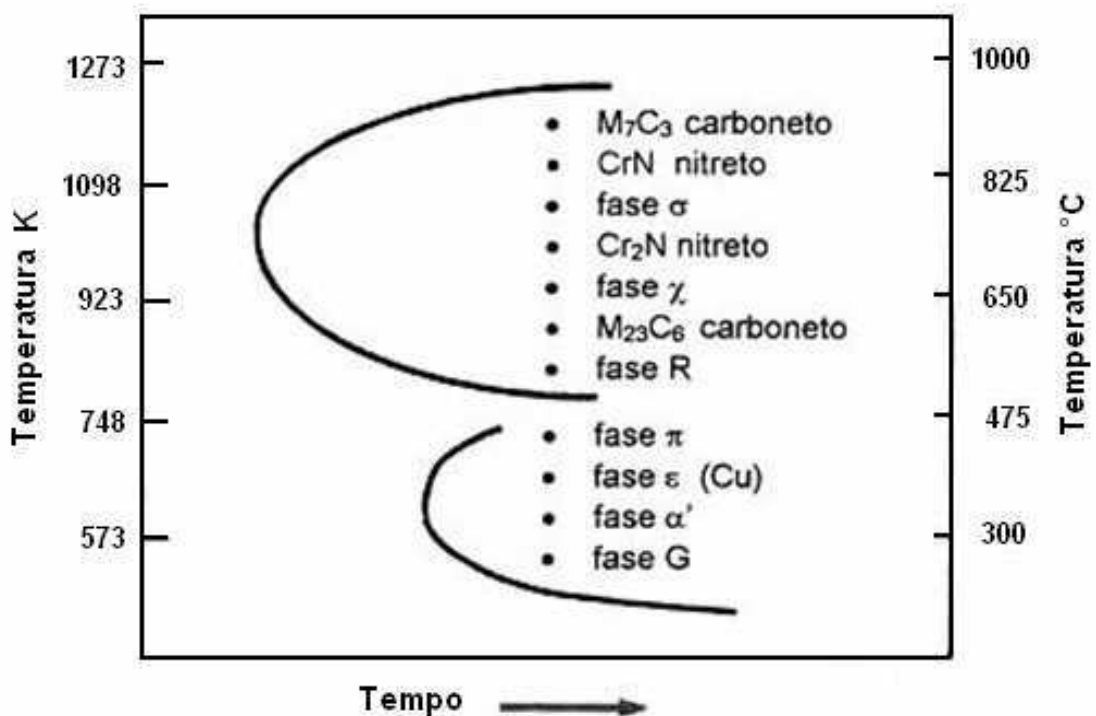


Figura 2.8. Diagrama TTT esquemático de precipitação de segundas fases nos AIDs. (Fonte: Charles, 1991).

A fragilização dos AIDs é classificada de acordo com a temperatura, podendo ser dividida em dois grupos:

- Fragilização abaixo de 773K (500°C): Normalmente acontece numa faixa de temperatura de 573 a 773K (300 a 500°C), onde ocorre a chamada fragilização de 748K (475°C). Nesta faixa de temperatura, precipitados do tipo fases  $\alpha'$ ,  $\pi$ , G e  $\epsilon$  (Cu) podem aparecer.

- Fragilização acima de 773K (500°C): Ocorre na faixa de temperatura de 873 a 1273K (600 a 1000°C), onde precipitam diversas fases intermetálicas ( $\sigma$ ,  $\chi$ , R,  $\text{Cr}_2\text{N}$ ...). Este tipo de fragilização pode ocorrer durante a soldagem ou tratamento térmico pós-soldagem (Ramírez, 1997).

A figura 2.9 mostra esquematicamente algumas dessas fases e regiões preferenciais onde elas ocorrem.

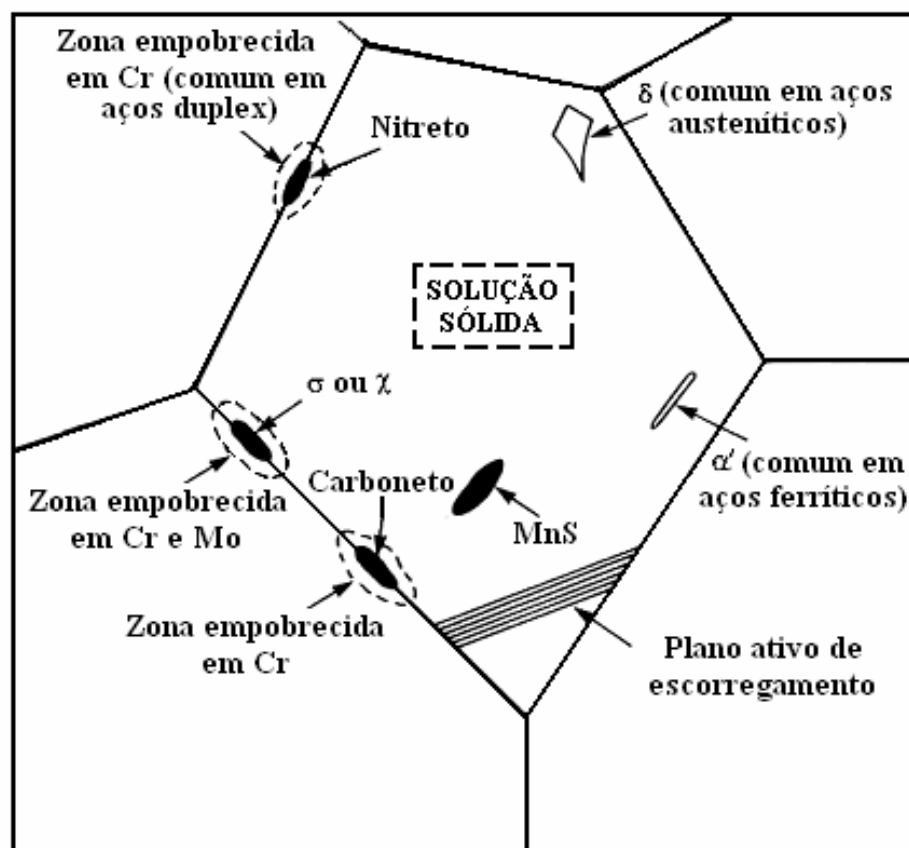


Figura 2.9. Diagrama esquemática característica microestrutural dos aços inoxidáveis. (Fonte: Cortie & Jackson, 1997).

Conforme Souza Jr. (2008), de todas as fases apresentadas, as que apresentam efeito fragilizante mais acentuado são:

- Os nitretos de cromo ( $\text{Cr}_2\text{N}$  e  $\text{CrN}$ ), que são normalmente encontrados nas soldas dos AIDs;
- A fase sigma, que causa grandes reduções na tenacidade dos materiais;
- A fase  $\alpha'$ , estrutura CCC rica em cromo responsável pela fragilização a 748K (475°C).

### **a) Nitretos**

Com a importante aplicação do nitrogênio como elemento de liga dos aços inoxidáveis duplex, e especialmente dos superduplex, a precipitação de  $\text{Cr}_2\text{N}$  ou  $\text{CrN}$  na faixa de 973 a 1173K (700 a 900°C) tem sido estudada. A precipitação  $\text{Cr}_2\text{N}$  é, na maioria dos casos prejudicial, pois compromete a ductilidade e a corrosão (Simmons, 1995).

A formação de  $\text{Cr}_2\text{N}$  pode ocorrer devido ao resfriamento rápido a partir de uma alta temperatura de solubilização devido à supersaturação do N na ferrita, pois partículas alongadas de  $\text{Cr}_2\text{N}$  precipitam nos contornos de grãos  $\alpha/\alpha$  e  $\gamma/\gamma$ . O  $\text{Cr}_2\text{N}$  pode precipitar simultaneamente com a austenita secundária ( $\gamma_2$ ), sendo que o  $\text{Cr}_2\text{N}$  nessas condições influencia na corrosão por pite (Nilsson, 1992). Ainda de acordo com esse autor, o  $\text{Cr}_2\text{N}$  possui estrutura hexagonal e o  $\text{CrN}$  estrutura cúbica, principalmente na ZTA de um aço inoxidável duplex SAF 2205. Com conteúdos de aproximadamente 0,151% de nitrogênio, e envelhecimentos por volta de 30.000h os aços inoxidáveis duplex dão origem a precipitação de  $\text{Cr}_2\text{N}$ .

### **b) Fase Sigma ( $\sigma$ )**

A fase sigma não é exclusiva do sistema Fe-Cr. A sua existência tem sido verificada em vários sistemas binários e ternários que possuem metais de transição (Souza Jr., 2008). Em ligas binárias Fe-Cr, a fase sigma se apresenta a temperaturas abaixo de 1093K (820°C), formando-se gradualmente em poucas horas (Moreno, 2004). A fase sigma possui uma estrutura cristalina

tetragonal (Nilsson, 1992) e é de natureza muito dura e frágil. Esta fase intermetálica freqüentemente ocorre na interface  $\alpha/\gamma$ , através do processo de nucleação (Sato & Kokawa, 1999). Ela é rica em Cr, Mo e Si, sendo que o Cr e Mo aumentam a taxa de precipitação e a fração volumétrica dessa fase. A faixa de temperatura de precipitação depende da composição da liga. Geralmente, encontra-se na faixa de 873 a 1273K (600 a 1000°C) (Souza Jr., 2008).

A precipitação da fase sigma reduz a resistência à corrosão dos AIDs podendo aumentar a velocidade de corrosão em até oito vezes (Brandi & Padilha, 1990) e reduzir a tenacidade do aço inoxidável (Pinto, 2001 e Machado, 1999). Quando submetido a ambientes corrosivos ( $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), o ataque preferencial se dá na matriz empobrecida em Cr e Mo próximo as partículas de fase sigma (Truman & Pirt, 1982).

### **c) Fase $\alpha'$**

A formação da fase  $\alpha'$ , responsável pela fragilização a 748K (475°C), pode se dar tanto por nucleação e crescimento como por decomposição espinodal. Segundo Solomon et al. (1978), em ferritas mais pobres em Cr a formação se dá por nucleação e crescimento, enquanto que em ferritas mais ricas em Cr o processo se dá por decomposição "espinodal". Vitek et al. (1991) demonstraram que ambos os mecanismos podem ocorrer simultaneamente. Segundo Grobner (1973), a fase  $\alpha'$  se forma através do mecanismo de nucleação e crescimento se o percentual de cromo for inferior a 17%, de outra forma será através da decomposição espinodal. No entanto, num trabalho muito recente, Hättestrand et al. (2009) demonstraram que a fase  $\alpha'$  pode se formar na fase ferrita de um aço inoxidável duplex SAF2507 (% Cr>17), seja através de nucleação e crescimento ou decomposição espinodal, dependendo da temperatura de envelhecimento ou se o material foi deformado plasticamente. A fase  $\alpha'$  formada por decomposição espinodal é mais fragilizante que a formada por nucleação e crescimento, na medida em que a primeira é morfologicamente muito fina (Hättestrand et al. (2009).



A decomposição espínodal influencia bastante no comportamento dos aços inoxidáveis duplex, notadamente devido ao endurecimento causado pelo aparecimento de partículas finamente dispersas da fase  $\alpha'$  na ferrita original. Na figura 2.10, pode-se verificar uma forte redução da tenacidade de um AID (avaliada pela energia absorvida no ensaio Charpy à temperatura ambiente) e o aumento da dureza decorrentes da formação da fase  $\alpha'$  (Solomon et al., 1983).

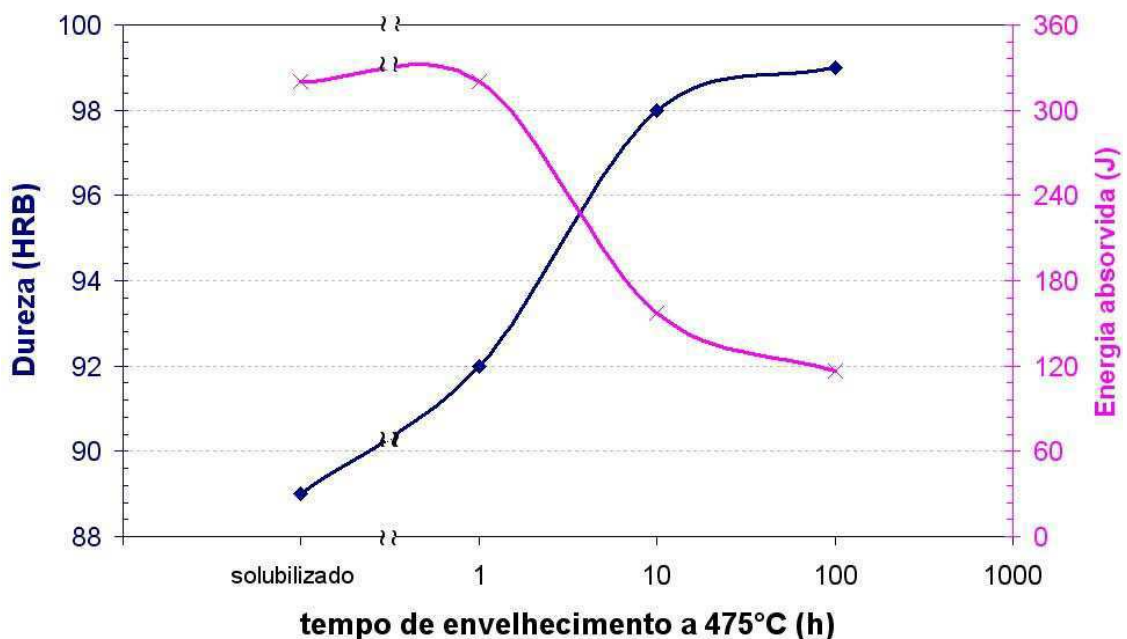


Figura 2.10. Energia absorvida em ensaio Charpy e dureza Rockwell B de amostras de aço inoxidável duplex U50 solubilizado e envelhecido a 748K (475°C). (Fonte: Solomon et al., 1983).

Este fenômeno da fragilização resulta da decomposição da ferrita, de ligas Fe-Cr, em uma fase  $\alpha$  (rica em Fe) e uma fase  $\alpha'$  (rica em Cr) (Solomon & Devine, 1983). As partículas de  $\alpha'$  têm grande resistência ao coalescimento, mesmo para longos tempos de exposição na faixa de 573 a 823K (300 a 550°C) e possui tamanho reduzido e distribuição finamente dispersa ao longo dos planos {001} da ferrita (Moreno, 2004).

### 2.4.3. Decomposição Espinodal

De um modo geral, a decomposição espinodal é o mecanismo pelo qual uma solução (sólida ou líquida) homogênea e supersaturada, se decompõe espontaneamente em duas fases distintas (uma rica em soluto e outra pobre em soluto), a partir de pequenas flutuações na composição sem precisar vencer uma barreira inicial para a nucleação. Segundo Padilha (1994), a decomposição espinodal é o enriquecimento localizado de soluto sem perder a coerência com a matriz.

A decomposição espinodal acontece através do deslocamento rápido de uma solução  $\alpha$  homogênea da região de estabilidade para a região instável do diagrama de fase, procedimento este as vezes chamado de têmpera. A linha que delimita a região instável no diagrama de equilíbrio é chamado de “espinodal” e esta separa regiões de diferentes cinéticas de separação de fase.

Na região instável do diagrama de equilíbrio, pequena flutuação na composição causará uma diminuição da energia livre total, levando à decomposição rápida e espontânea da solução  $\alpha$  em  $\alpha_1$  (rica em A) e  $\alpha_2$  (rica em B), coerentes com a matriz. Na região metaestável, pequenos embriões podem se formar a partir de pequenas flutuações na composição, mas com o tempo desaparecem, pois não são suficientes para mudar a estabilidade do sistema; no entanto, grandes flutuações na composição produzem núcleos críticos, que com o tempo crescem através da cinética de nucleação e crescimento.

A região chamada de “espinodal” é encontrada onde a curvatura do diagrama de energia livre é negativa. Já para casos em que a energia livre molar da solução tem regiões de curvatura positiva, o mecanismo pelo qual o sistema decompõe as fases de equilíbrio é chamado de nucleação e crescimento (figura 2.11).

Segundo Porter & Easterling (1968), o mecanismo de transformação de fases por decomposição espinodal pode ocorrer para qualquer liga com

composição onde o diagrama de equilíbrio tem uma curvatura negativa, ou seja:

$$\frac{d^2\Delta G}{dX^2} < 0 \quad (2.5)$$

Onde: (X) é a composição;  
(G) é a energia livre.

Nos pontos de inflexão (S e S'), que delimita a área da espinodal, quer dizer que:

$$\frac{d^2\Delta G}{dX^2} = 0 \quad (2.6)$$

Já para os casos em que as transformação de fase se dar por nucleação e crescimento, cuja curvatura do diagrama de equilíbrio é positiva, significa que:

$$\frac{d^2\Delta G}{dX^2} > 0 \quad (2.7)$$

Esses mecanismos podem ser vistos a partir do diagrama de fases mostrado na figura 2.11. Se uma liga de composição  $X_0$  é solubilizada em uma temperatura  $T_1$  e resfriada rapidamente até a temperatura  $T_2$ , a composição inicialmente é a mesma em toda a matriz, e a sua energia livre é  $G_0$  conforme pode ser visualizado na curva da figura 2.11 (a) (Porter & Easterling, 1968).

Ligas entre os pontos da espinodal (S e S') são instáveis e pode decompor em duas fases coerentes  $\alpha_1$  e  $\alpha_2$  sem superar uma barreira de energia de ativação. Ligas entre intervalos coerentes de miscibilidade e a espinodal são metaestáveis e só podem decompor depois da nucleação da outra fase (Porter & Easterling, 1968).

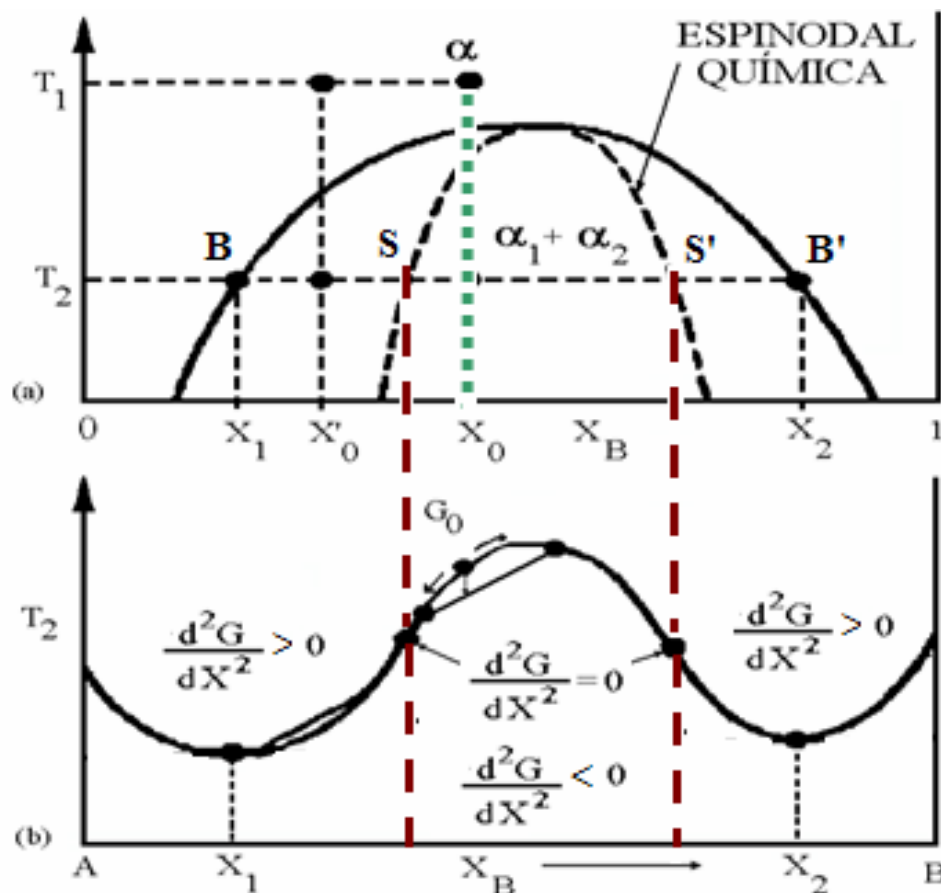


Figura 2.11. Diagrama de fases com intervalos de miscibilidade. (Fonte: Porter & Easterling, 1968).

Os fenômenos de precipitação podem ser observados em quatro etapas: decomposição espinodal; cristalização; coalescimento e crescimento. Na primeira etapa ocorre o enriquecimento localizado de soluto sem perder coerência com a matriz. Isto significa que a nova fase encaixa no mesmo plano interfacial da matriz, possuindo a mesma estrutura cristalina da matriz (exceto em alguns casos). Quando houver cristalização nas regiões onde ocorreram decomposição espinodal, deverá ter um aumento da dureza em função do envelhecimento do material. Isso é, o aumento do precipitado (fases  $\alpha'$  e G) causa diminuição da livre movimentação das linhas de discordâncias. O passo seguinte, o coalescimento das partículas, deve resultar numa diminuição da dureza, uma vez que as partículas precipitadas já não mais impedem o

movimento das linhas de discordâncias com tanta intensidade. Esse processo é também chamado de superenvelhecimento. Todos estes processos são termicamente ativados e dependem também da composição da liga.

Dentro da espinodal, a difusão ocorre de forma “ascendente” (uphill diffusion) até que se atinja a composição de equilíbrio. Isso significa, segundo Jones (2002), que o fluxo de material vai da região de baixa concentração para regiões de grande concentração. Trata-se de uma situação inversa ao processo normal de difusão (descendente ou downhill), que vai da região de alta concentração para o de baixa, onde ocorre a formação de núcleos com composição muito distinta da matrix através do mecanismo de nucleação e crescimento (figura 2.12).

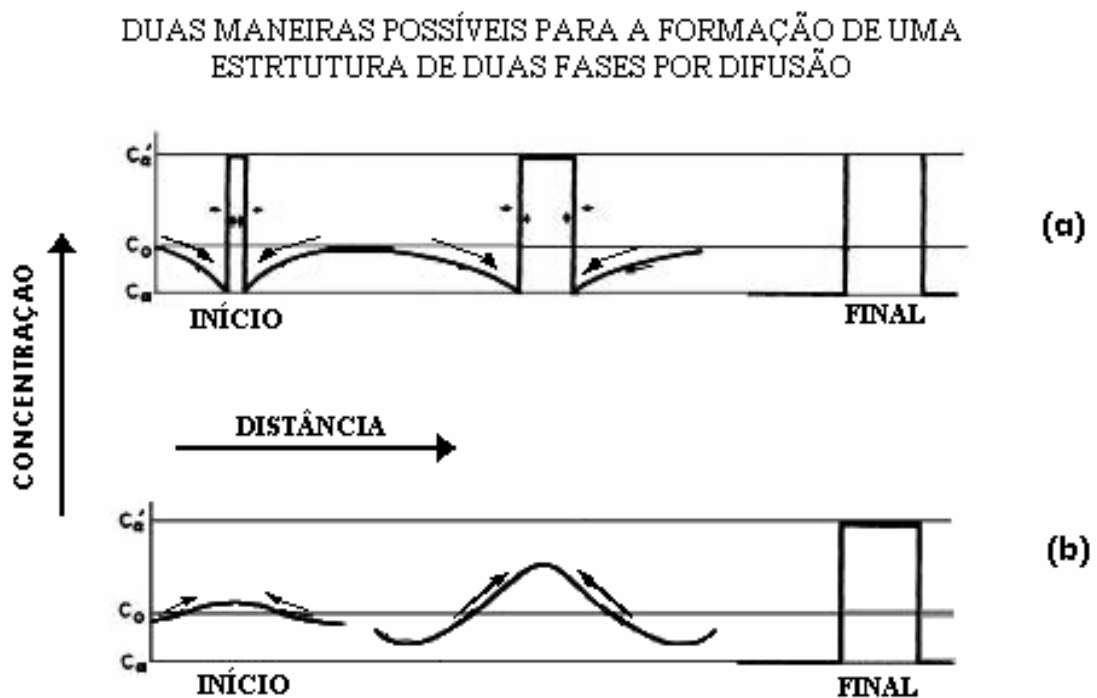


Figura 2.12. Evolução esquemática do perfil de concentração para ilustrar a diferença entre o mecanismo de nucleação e crescimento (a) e a decomposição espinodal (b). (Fonte: Cahn,1968).

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1. Aços AISI**

Os aços comuns AISI utilizados neste trabalho foram: 1006, 1020, 1045 e 1080. A composição química destes aços não será informada neste trabalho uma vez que estes dados são bastante conhecidos na literatura e a identificação desses aços se faz facilmente através de suas texturas. A amostra de aço 1006 foi obtida em forma de barra chata laminada, o aço 1020 e 1045 em forma de barra circular e a amostra do aço 1080 foi retirada de uma parte de trilho de trem. Elas foram confeccionadas nas seguintes dimensões: aços 1006 e 1080 (50 x 20 x 12)mm e aços 1020 e 1045 (Ø25,4 x 12)mm. Para obter o paralelismo entre as faces, as amostras foram retificadas na espessura indicada.

Após a confecção das amostras, elas foram inspecionadas por exames metalográficos e ultra-som para verificar possível presença de defeitos (porosidade, trincas, inclusões e etc.) que venham a afetar os resultados do experimento.

##### **3.1.1. Tratamentos Térmicos**

As amostras de AISI foram inicialmente austenitizadas para a homogeneização das microestruturas. Abaixo segue as informações da temperatura de austenitização e resfriamento para as amostras de aço AISI 1006, 1020 e 1080.

- Aço AISI 1006 – austenitização a 1213K (940°C) e resfriada ao ar;
- Aço AISI 1020 – austenitização a 1133K (860°C) e resfriada ao ar;
- Aço AISI 1080 – austenitização a 1053K (780°C) e resfriada dentro do forno.

A amostra de aço 1080 foi resfriada no forno para evitar a formação de microconstituintes como: martensita e bainita. Quanto ao aço AISI 1045, foram

preparadas 4 amostras para serem submetidas a diferentes meios de resfriamento. Elas foram austenitizadas a 1113K (840°C) e em seguida resfriada nos seguintes meios:

- Resfriamento em água - têmpera em água (TA);
- Resfriamento em óleo - têmpera em óleo (TO);
- Resfriamento ao ar - normalização (N) e
- Resfriamento lento dentro do forno - recozimento (R).

O tempo de permanência à temperatura de austenitização para todas as amostras foi de 1 minuto para cada milímetro de espessura.

Os tratamentos térmicos foram realizados na Universidade Federal de Campina Grande/PB utilizando-se um forno elétrico MUFLA com capacidade de até 1473K (1200°C).

### **3.1.2. Dureza Vickers**

As medidas de dureza foram feitas pelo método Vickers onde foi utilizado penetrador de ponta de diamante em forma de pirâmide e ângulo de 136° e uma carga de 294N (30kgf). O durômetro utilizado foi um de marca ALBERT GNEHM e modelo OM 150 da Universidade Federal de Campina Grande-UFPG/PB. As medidas foram tomadas em cinco pontos aleatórios na superfície e, em seguida, foi determinado um valor de dureza médio para cada amostra com uma incerteza calculada para um intervalo de confiança de 95 %.

### **3.1.3. Exame Metalográfico**

A microestrutura foi analisada através de microscopia ótica (MO) utilizando-se de um microscópio Jenaplan/Karl Zeiss com câmera digital acoplada e sistema de aquisição de imagem. A preparação da superfície das amostras para análise microestrutural foi feita de modo convencional (lixamento e polimento com pasta de diamante) e o ataque químico utilizado para revelar

as microestruturas foi o Nital 3%. As metalografias foram realizadas no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnológica do Ceará.

### 3.2. Aço Inoxidável Duplex UNS S31803

O aço inoxidável duplex utilizado para este trabalho foi o 2205, de especificação UNS S31803, fabricado pela empresa Sandvik Steel. A tabela 3.1 apresenta a composição química do aço informada pelo fabricante no certificado do produto. Para os testes foram confeccionadas 11 amostras com as dimensões (55 x 25 x 10)mm.

Tabela 3. 1. Composição química do aço inoxidável duplex-UNS S31803 (em peso %).

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Si</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Co</b>
0.018	1.480	0.019	0.001	0.450	22.220	5.590	0.130
<b>Cu</b>	<b>Mo</b>	<b>N</b>	<b>Nb</b>	<b>Al</b>	<b>Sn</b>	<b>Ce</b>	<b>Fe</b>
0.280	3.080	0.180	0.021	0.003	0.012	0.020	66.496

#### 3.2.1. Tratamentos Térmicos

As amostras foram envelhecidas nas temperaturas de 698 e 748K (425 a 475°C) e tempos de 12, 24, 50, 100 e 200 horas, conforme ilustra a figura 3.1. Uma amostra foi mantida como recebida para servir de referência (matriz). Os tratamentos térmicos foram realizados em trabalhos anteriores por Varela (2007).



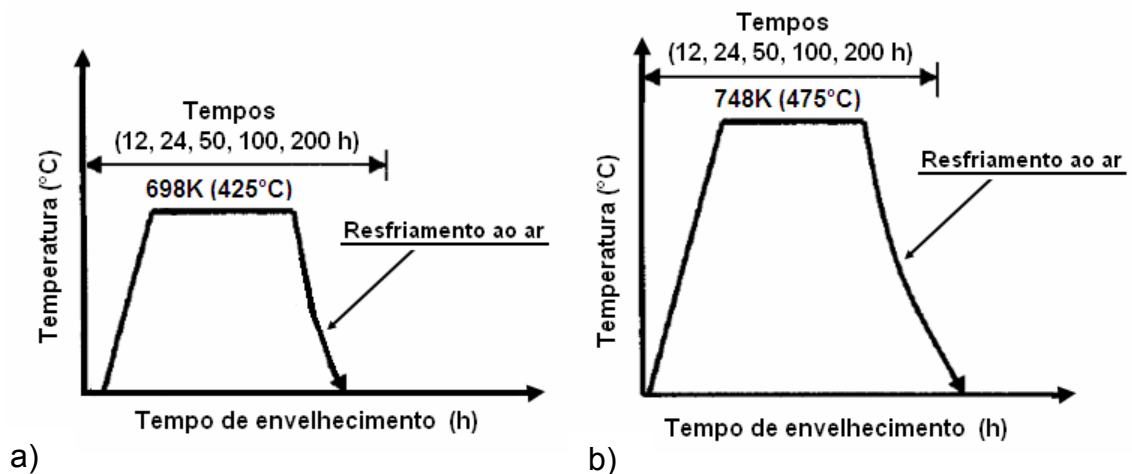


Figura 3.1. Condições do tratamento térmico para as amostras de aço duplex. Envelhecimento a 698K (a) e envelhecimento a 748K (b).

### 3.2.2. Dureza Rockwell C

As medidas de dureza foram feitas pelo método Rockwell C (cone de diamante de 120° e carga de 1470N (150kgf), medido em cinco pontos aleatórios e, em seguida, foi determinado um valor de dureza médio para cada amostra. Os testes foram feitos de acordo com a Norma NBRNM146-1 da ABNT, utilizando-se de um Durômetro de marca Mitutoyo. Estes testes de dureza também foram realizados por Varela (2007).

### 3.3. Caracterização por Ultra-som

Para a caracterização por ultra-som, foi utilizada a técnica do pulso eco e o método do contato direto para obter os parâmetros de velocidade sônica e atenuação. O meio acoplante utilizado foi o óleo lubrificante SAE 15W40 para transdutor de onda longitudinal e mel para transdutor de onda transversal.

Para a captura de sinais foi utilizado um aparelho de ultra-som (Krautkramer, modelo USD15B), conectado a um osciloscópio digital de 100MHz (Tektronix, modelo TDS3012B), que envia os sinais para um computador onde esses são armazenados. A montagem do sistema

experimental utilizado para a aquisição dos dados pode ser visualizado de forma esquemática no fluxograma da figura 3.2.

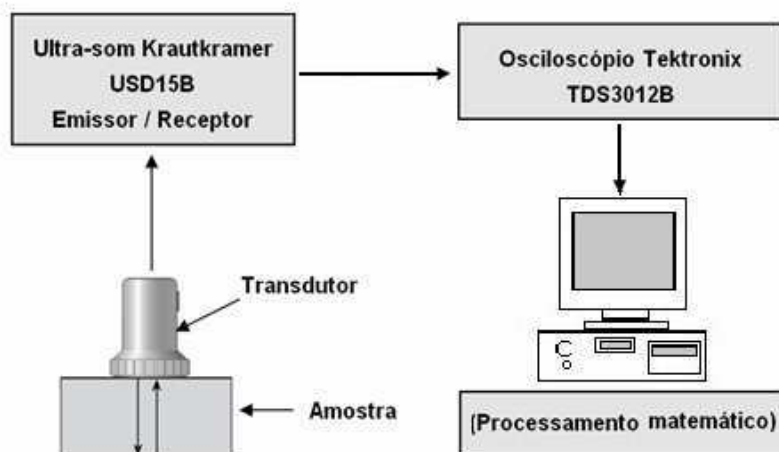


Figura 3.2. Fluxograma esquemático do sistema ultra-sônico utilizado para aquisição dos dados.

O procedimento utilizado para o ensaio de ultra-som consistiu nas seguintes etapas:

- Regulagem dos parâmetros do ultra-som;
- Limpeza da superfície da amostra;
- Aplicação do acoplante adequado e posicionamento do transdutor;
- Regulagem dos parâmetros de captura e seleção da parte de interesse do sinal;
- Captura do sinal para posterior processamento.

Todos os sinais foram capturados com 10.000 pontos e com uma taxa de amostragem de 1Gs/s. Após a captura dos sinais, os dados foram devidamente processados para a determinação da velocidade sônica e atenuação. Tanto o processamento dos sinais como a inspeção ultra-sônica foram realizados no Centro de Ensaio Não Destrutivos da Universidade

Federal do Ceará. As seções (3.3.1 e 3.3.3) apresentam os procedimentos utilizados para a determinação da velocidade sônica, atenuação e módulos elásticos (E e G).

### 3.3.1. Velocidade Sônica

As medidas de velocidade sônica foram realizadas utilizando tanto ondas longitudinais (nas frequências de 4, 5 e 10 MHz) como transversais (na frequência de 5 MHz).

Para as medidas de velocidade de cada amostra foram capturados cinco sinais com dois ecos adjacentes por sinal. Em seguida, através de um algoritmo de sobreposição de ecos, desenvolvido no CENDE/UFC, mediu-se o tempo entre os dois primeiros ecos. De posse dos tempos de propagação da onda e os valores de espessura das amostras, tomados com um micrômetro nos mesmos pontos de captura dos sinais, determinou-se a velocidade média de propagação da onda em cada amostra. A velocidade de propagação da onda é dada por:

$$v = \frac{2X}{\tau_0} \quad (3.1)$$

Onde: ( $X$ ) é a espessura da amostra em metro [m];

( $\tau_0$ ) é o tempo de percurso da onda em segundo [s].

O fator 2 (dois) na equação 3.1 foi utilizado porque na técnica pulso-eco o som percorre duas vezes a espessura da amostra antes de retornar para o receptor. Esta afirmação pode ser observada na figura 3.3.

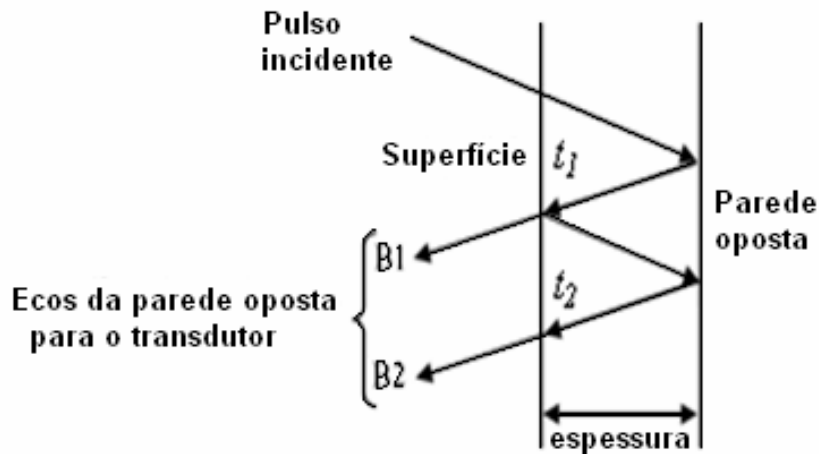


Figura 3.3. Diagrama de um sistema pulso-eco.

O valor de  $\tau_0$  da equação 3.1 se encontra no intervalo  $-\infty \leq \tau \leq \infty$ , e é determinado através do valor máximo da equação 3.2.

$$\left| \int_{-\infty}^{\infty} B1(t).B2(t - \tau)dt \right| \quad (3.2)$$

Embora a medida do tempo possa ser obtida diretamente no osciloscópio, optou-se por utilizar o método da sobreposição de ecos devido este proporcionar maior sensibilidade e garantir a máxima precisão das medidas.

### 3.3.2. Atenuação Sônica

Os métodos experimentais e processamentos de sinais apresentados na literatura para calcular a atenuação são bastante diversificados. Neste trabalho a atenuação foi calculada a partir da redução da amplitude de um pulso de ultra-som. Ela foi quantificada em termos de coeficiente de atenuação medida em dB/mm (decibel por milímetro) e pode ser representada pela equação 3.3. As medidas foram feitas para ondas longitudinais e freqüências de 4 e 5 MHz.

$$\alpha = \frac{20}{2x} \log \frac{A_0}{A_1} \quad (3.3)$$

Onde: ( $\alpha$ ) é o coeficiente de atenuação [dB/mm].

( $x$ ) é a espessura da peça em teste medida em milímetro [mm];

( $A_0$ ) é a amplitude do primeiro eco tomado na medição [dB];

( $A_1$ ) é a amplitude do segundo eco.

O fator 2 (dois) na equação 3.3 é utilizado devido a técnica do pulso-eco empregada para a medição do coeficiente de atenuação.

A figura 3.4 mostra o esquema de seleção do sinal para a medida da atenuação sônica.

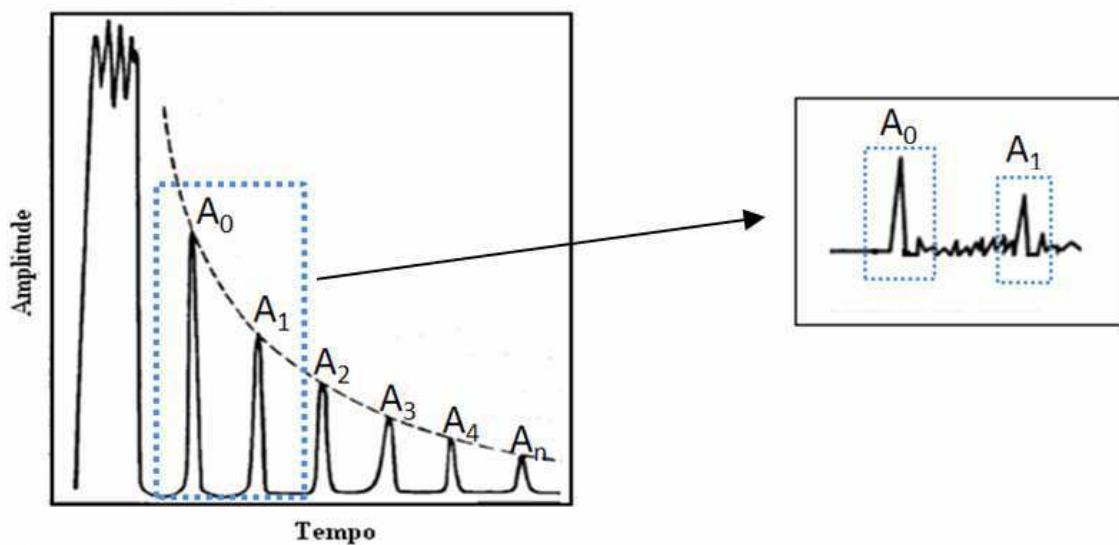


Figura 3.4. Esquema de seleção do sinal para a medida da atenuação sônica.

### 3.3.3. Módulos de Elasticidade

O módulo de Young (E) e módulo de cisalhamento (G) foram calculados baseados na norma ASTM E 494-2005 (Measuring Ultrasonic Velocity in Materials), através das equações abaixo:

$$E = \frac{\rho V_T^2 (3V_L^2 - 4V_T^2)}{(V_L^2 - V_T^2)} \quad (3.4)$$

$$G = \rho V_T^2 \quad (3.5)$$

Onde: ( $V_L$ ) é a velocidade de onda longitudinal

( $V_T$ ) é a velocidade de onda transversal

( $\rho$ ) é a densidade do material

Para os cálculos, foram utilizadas as densidades encontradas na literatura, onde os valores são: 7,85 g/cm<sup>3</sup> para os aços ao carbono (Callister, 2002) e 7,805 g/cm<sup>3</sup> para o aço inoxidável duplex (Azom, 2008).

## **4. RESULTADOS**

### **4.1. Aços AISI**

Os aços comuns AISI utilizados neste trabalho foram: 1006, 1020, 1080 e 1045 (submetido a diferentes tratamentos térmicos). Estes materiais foram submetidos a exames metalográficos, medidas de dureza Vickers e caracterização por ultra-som. Na caracterização por ultra-som (seção 4.1.3) foram avaliados o comportamento da velocidade sônica e atenuação quanto à mudança de microestrutura, proveniente de tratamentos térmicos e também do teor de carbono. Com a obtenção das velocidades longitudinais e transversais foi possível calcular os módulos elásticos (E e G) para cada amostra, com e sem tratamento térmico.

#### **4.1.1. Exame Metalográfico**

Os exames metalográficos mostram de forma qualitativa as microestruturas típicas de cada aço e também a microestrutura produto dos tratamentos térmicos realizados. Na inspeção inicial feita nas amostras antes dos testes de ultra-som não foi observado defeitos que pudesse interferir no experimento.

As figuras 4.1 a 4.3 apresentam as micrografias óticas das amostras do aço AISI 1006, 1020 e 1080. E as micrografias das amostras de aço 1045, após os tratamentos térmicos: têmpera com resfriamento em água (TA), têmpera com resfriamento em óleo (TO), normalização(N) e recozimento(R) estão dispostas nas figuras 4.4 a 4.7.

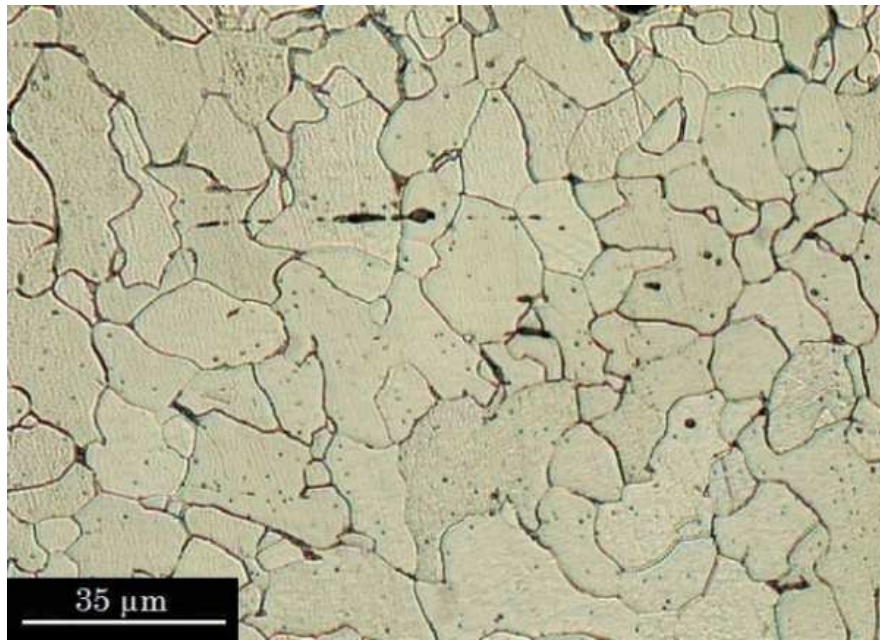


Figura 4.1. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1006. Ataque nital 3%.

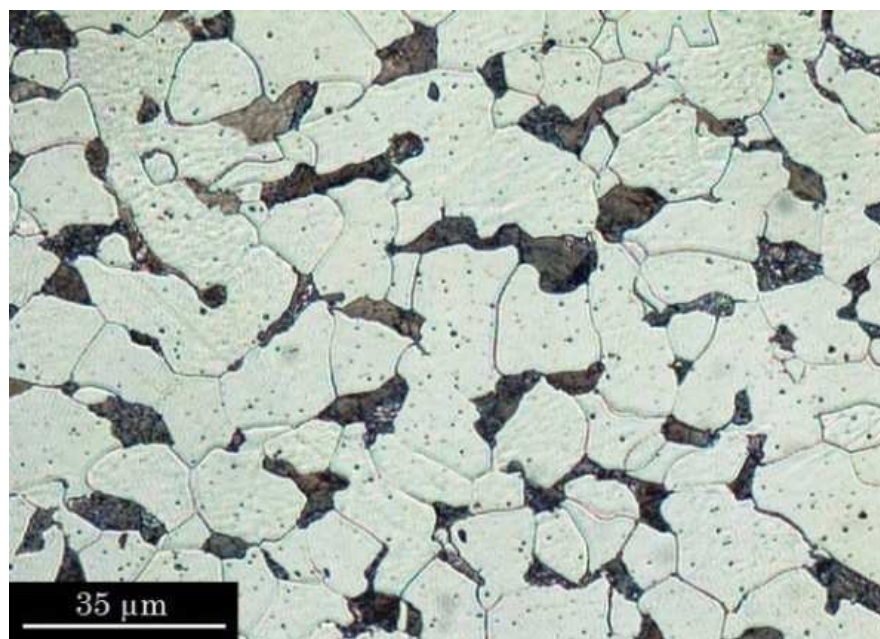


Figura 4.2. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1020. Ataque nital 3%.



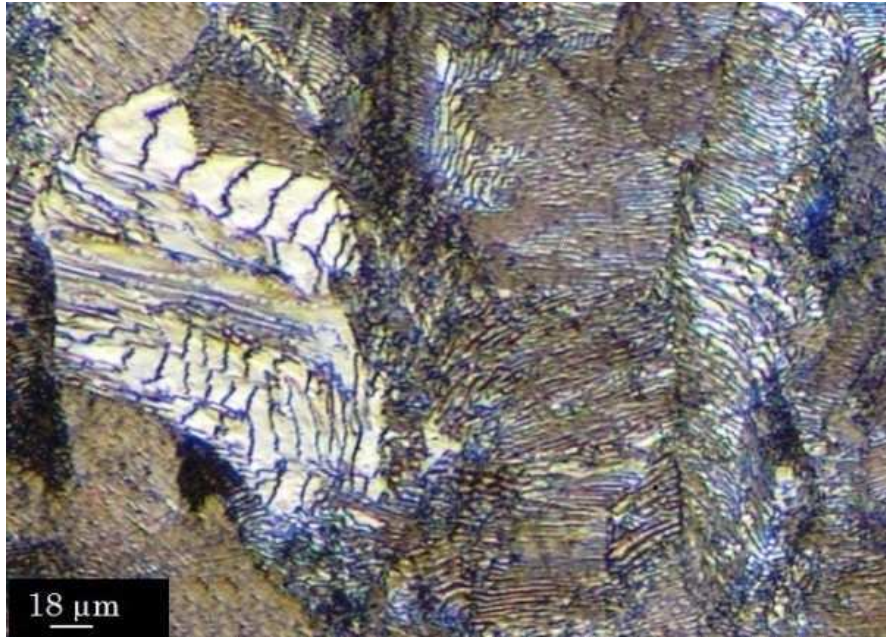


Figura 4.3. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1080. Ataque nital 3%.

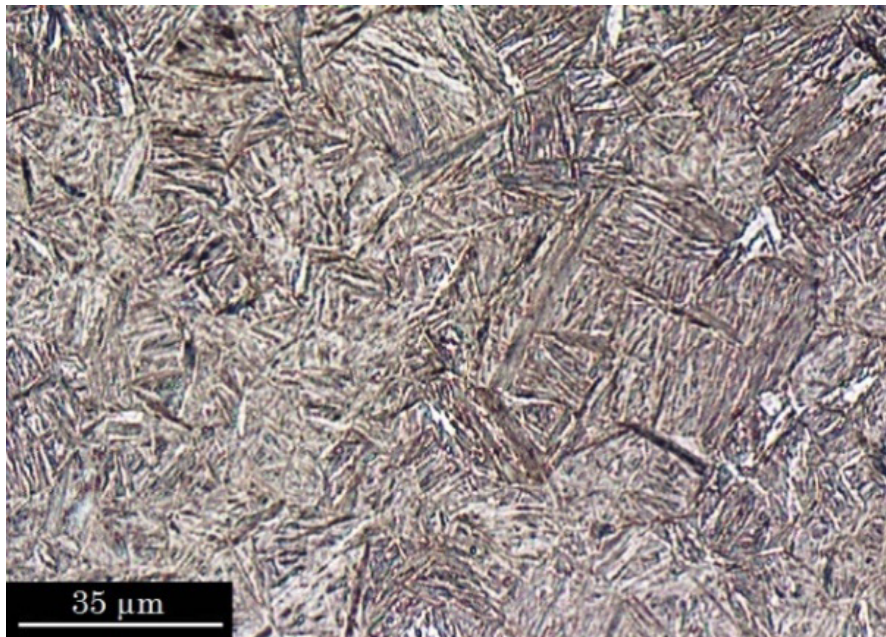


Figura 4.4. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1045 temperado com resfriamento em água. Ataque nital 3%.



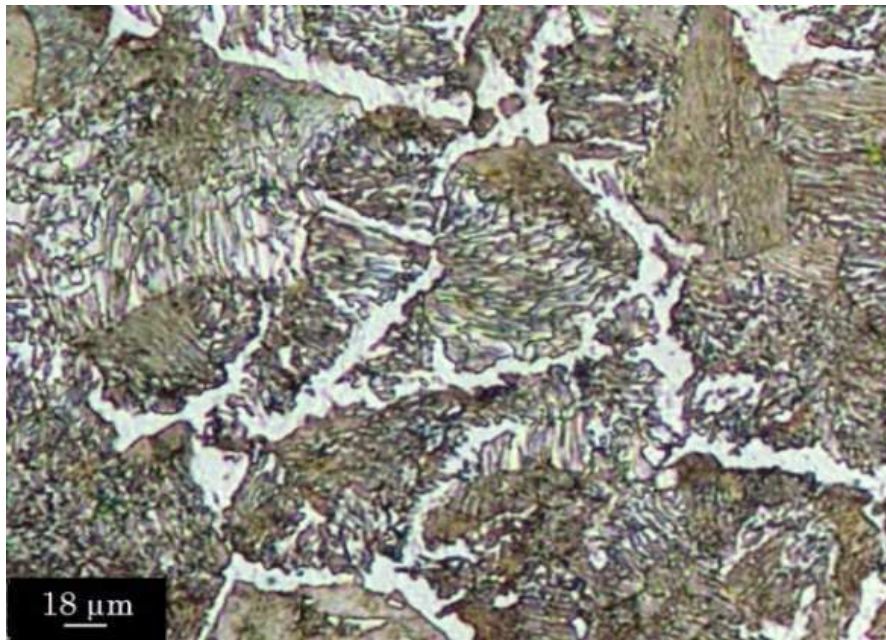


Figura 4.5. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1045 temperada com resfriamento em óleo. Ataque nital 3%.

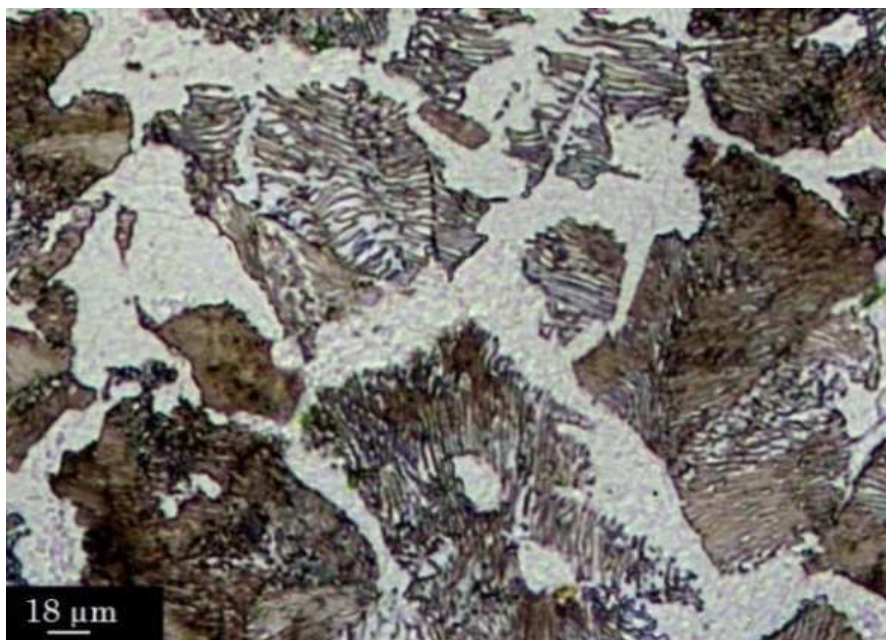


Figura 4.6. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1045. Ataque nital 3%.

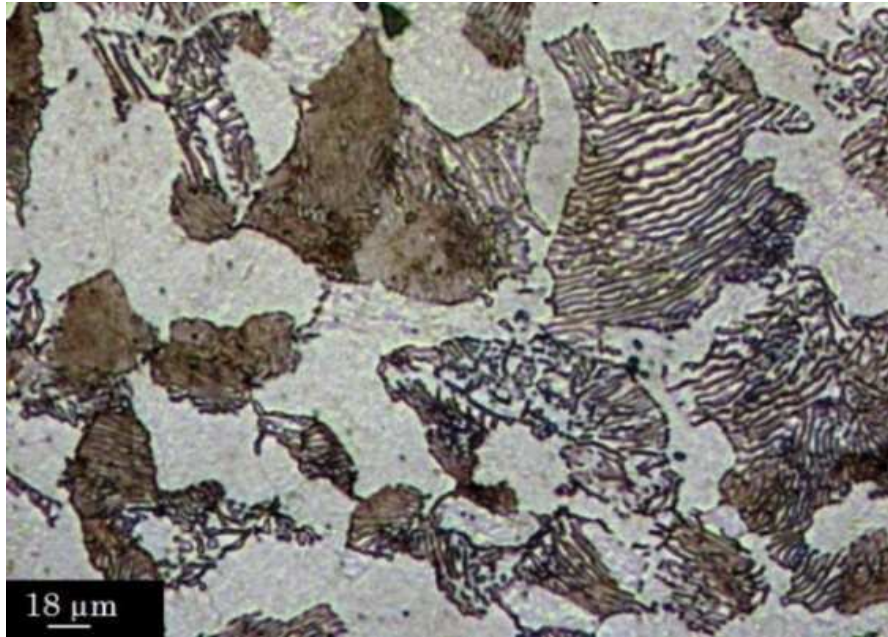


Figura 4.7. Micrografia ótica da amostra de aço AISI 1045 recozida. Ataque nital 3%.

#### 4.1.2. Dureza Vickers

Os resultados dos testes de dureza Vickers para as amostras de aço comum AISI 1006, 1020, 1080 e 1045 (TA, TO, N, R) estão apresentados no gráfico da figura 4.8, onde apresentam uma média de 5 (cinco) medidas e uma incerteza calculada para um intervalo de 95% para cada amostra.

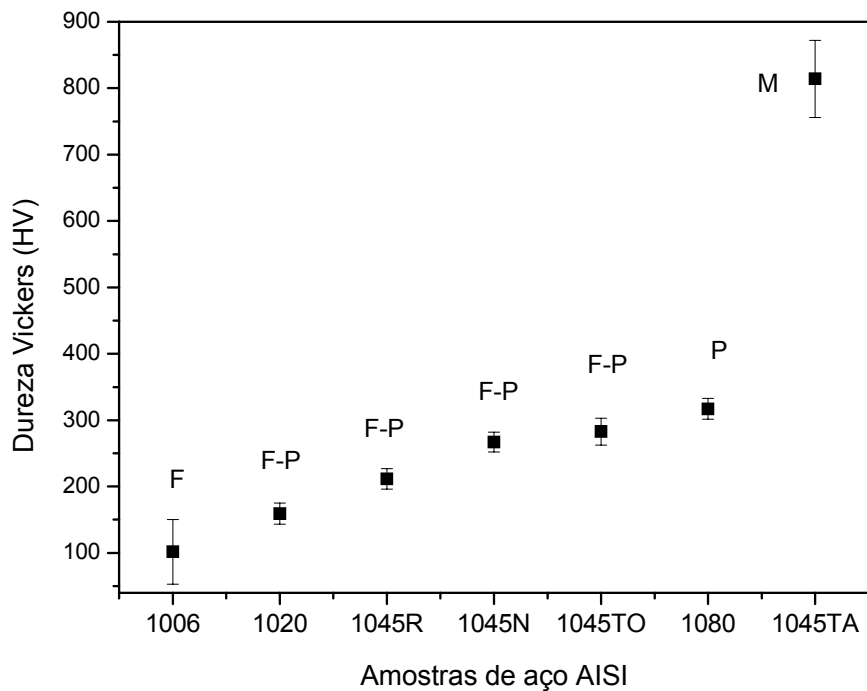


Figura 4.8. Dureza Vickers média das amostras de aços AISI com e sem tratamento térmico. Intervalo de confiança de 95%.

### 4.1.3. Caracterização por Ultra-Som

#### 4.1.3.1. Velocidade Sônica

As medidas de velocidade sônica são apresentadas para ondas longitudinais nas frequências de 4, 5 e 10 MHz e para ondas transversais na frequência de 5MHz. As figuras 4.9 e 4.10 mostram os resultados da velocidade sônica de onda longitudinal e transversal para as microestruturas do aço AISI 1045 resultantes dos tratamentos térmicos: têmpera com resfriamento em água (TA), têmpera com resfriamento em óleo (TO), normalização (N) e recozimento(R).

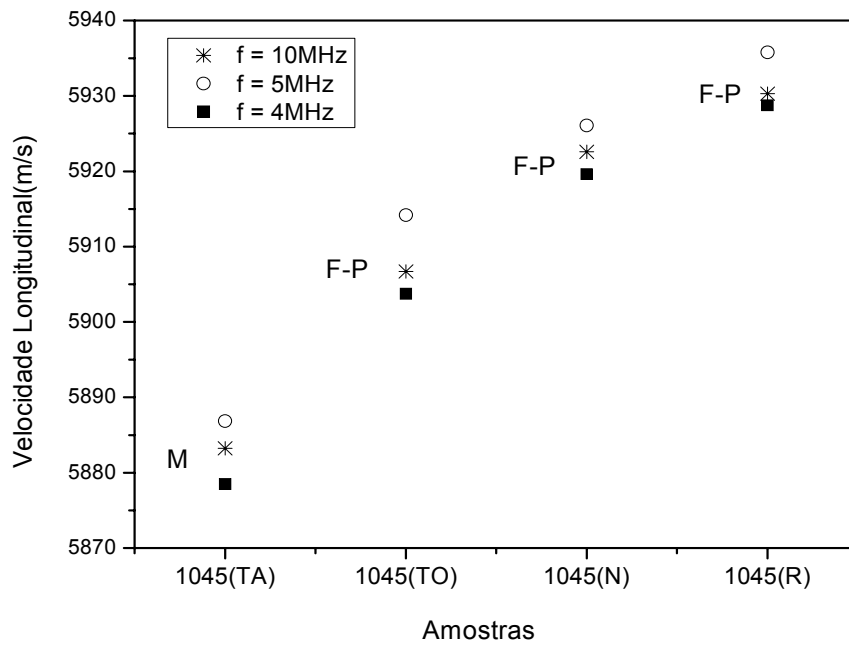


Figura 4.9. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Freqüências de 4, 5 e 10MHz.

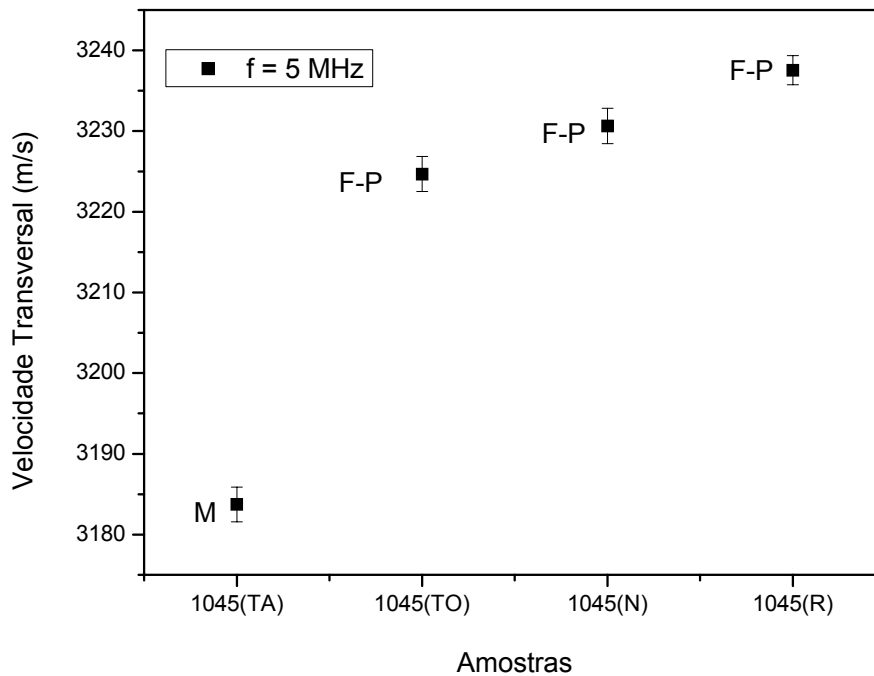


Figura 4.10. Velocidade média de onda transversal para as amostras de aço AISI 1045 (TA, TO, N e R). Freqüência 5MHz e intervalo de confiança de 95%.

As figuras 4.11 e 4.12 mostram as velocidades sônicas de ondas longitudinais e transversais para as amostras de aço AISI 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006.

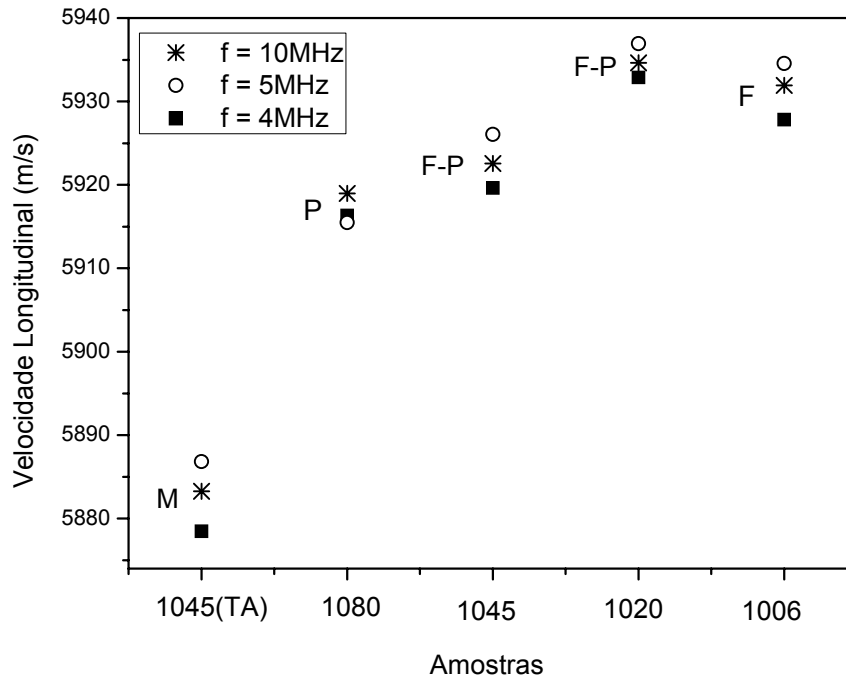


Figura 4.11. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Frequências de 4, 5 e 10 MHz.

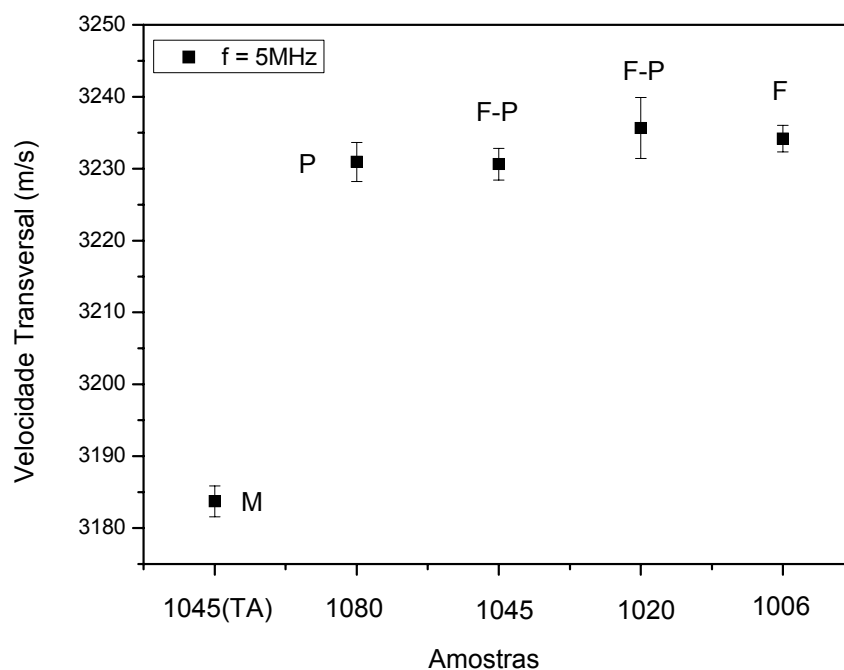


Figura 4.12. Velocidade média de onda transversal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Frequência 5MHz e Intervalo de confiança de 95%.

As medidas de velocidade sônica de ondas longitudinais mostradas nos gráficos das figuras 4.9 e 4.11 também estão apresentadas em anexo A, onde são demonstrados separadamente os resultados para cada frequência e intervalo de confiança de 95%.

#### 4.1.3.2. Atenuação Sônica

As medidas da atenuação sônica são apresentadas para ondas longitudinais nas frequências 4 e 5MHz.

As figuras 4.13 e 4.14 mostram os resultados da atenuação sônica para as microestruturas do aço AISI 1045 resultantes dos tratamentos térmicos e para os aços AISI 1045(TA), 1080, 1045(N), 1020 e 1006, respectivamente. Estes resultados representam uma média de 5 medidas com um intervalo de confiança de 95%.

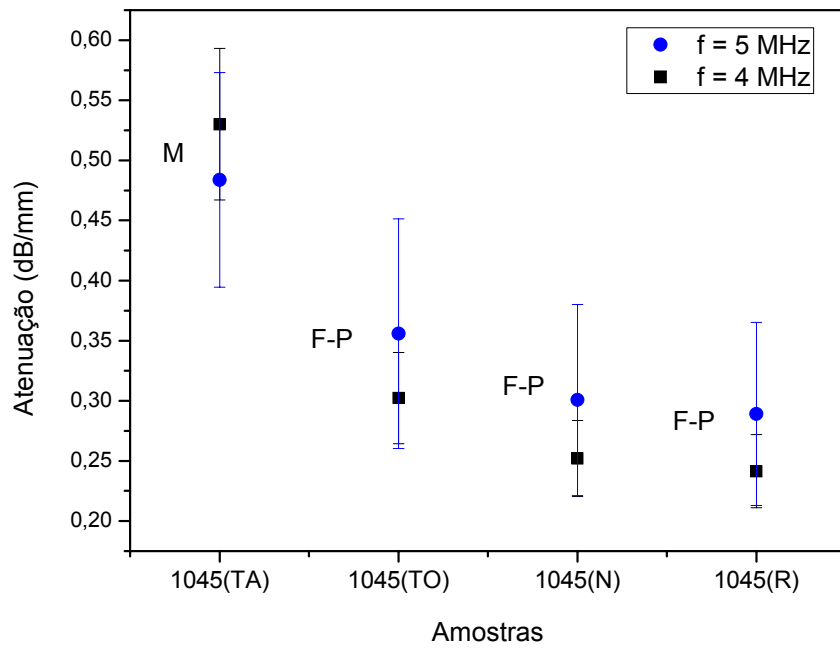


Figura 4.13. Atenuação média para as amostras de aço AISI 1045 (TA, TO, N e R). Frequência de 4 e 5MHz e intervalo de confiança de 95%.

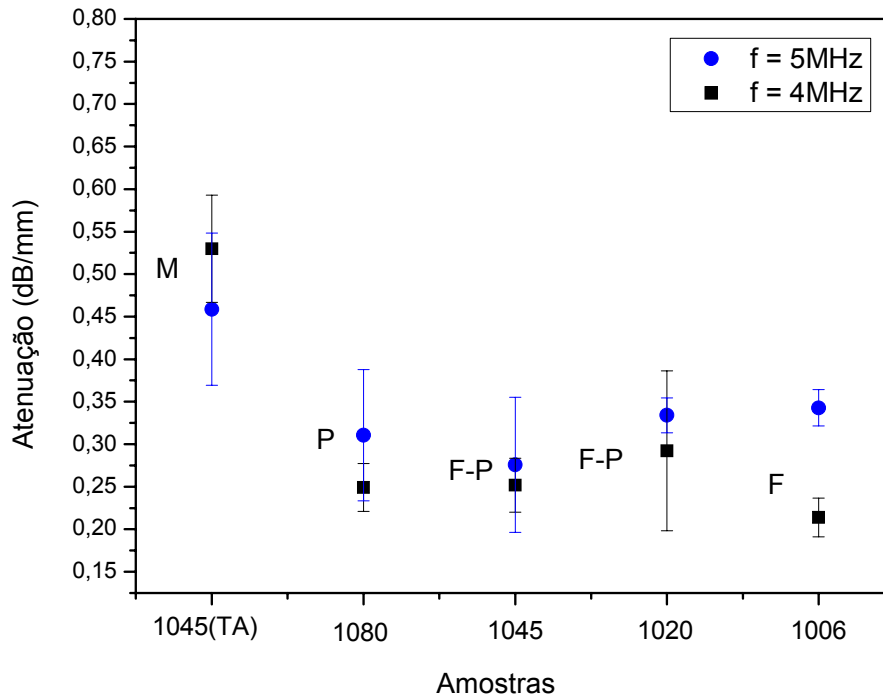


Figura 4.14. Atenuação média para as amostras de aço AISI 1045(TA), 1080, 1020, 1045 e 1006. Frequências de 4 e 5 MHz e intervalo de confiança de 95%.



### 4.1.3.3. Módulos de Elasticidade

Os módulos de elasticidade (E e G) dos aços AISI, com e sem tratamento térmico, foram calculados de modo indireto baseados na norma ASTM E-494-2005. Estas propriedades foram calculadas para a frequência de 5MHz e estão apresentados no gráfico da figura 4.15. Segundo a norma ASTM E-494-2005, os resultados dos módulos de elasticidade obtidos por ultra-som admitem um erro de 1% em relação aos valores obtidos no teste mecânico.

A tabela 4.1 apresenta os módulos de Young (obtidos por métodos dinâmicos) encontrado na literatura para microestruturas de aços com teores de carbono próximo aos aços estudados no presente trabalho. Os valores dos módulos de Young citado segundo Papadakis (1964) foram calculados a partir dos dados de velocidade sônica longitudinal e transversal e também das densidades de cada microestrutura dispostas no referente trabalho.

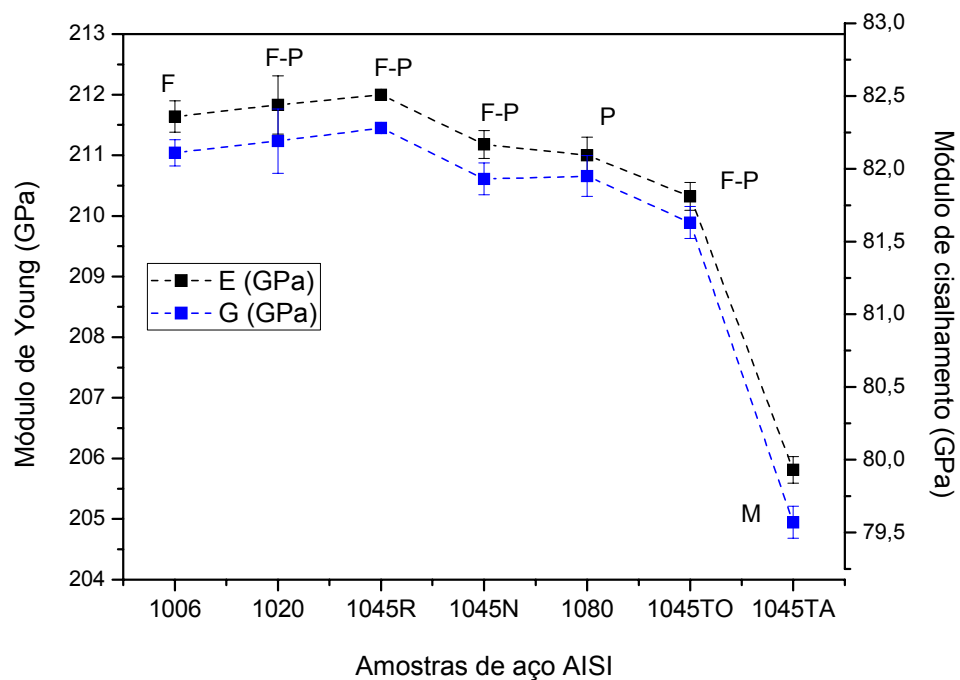


Figura 4.15. Módulo de Young e módulo de cisalhamento médios das amostras de aço comum AISI, com e sem tratamento térmico, calculados para um intervalo de confiança de 95%.

Tabela 4.1. Módulos de Young, encontrados na literatura, obtidos por métodos dinâmicos.

Referência	Material	Microestrutura	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	E (GPa)
a	$\alpha$ -Fe	ferrita	7.851	211.9
	SAE 1050	ferrita+perlita	7.835	210.3
		martensita	7.709	203.5
b	SAE 4150	Perlita-ferrita	7.813	212.6
		bainita	7.809	210.4
		Martensita revenida	7.796	207.8
		Martensita	7.787	205.2

a) Kim and Johnson (2007), espectroscopia de ressonância ultra-sônica.

b) Papadakis (1964), ultra-som pulso eco.

## 4.2. Aço Inoxidável Duplex UNS S31803

### 4.2.1. Dureza Rockwell C

A variação da dureza Rockwell C, em função do tempo de envelhecimento nas temperaturas de 698 e 748K (425 e 475°C), está ilustrada nas figuras 4.16 e 4.17 respectivamente.

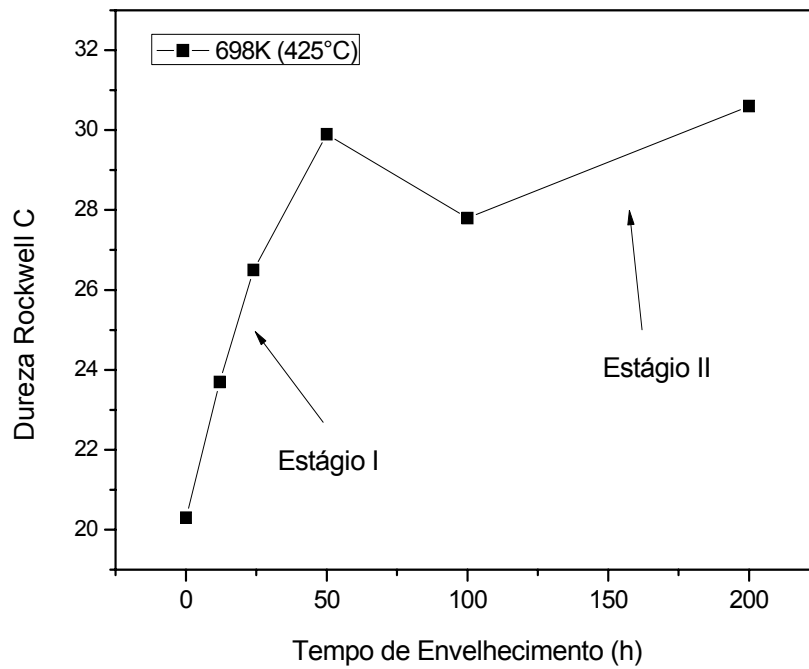


Figura 4.16. Variação das medidas de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. (Fonte: Varela, 2007).

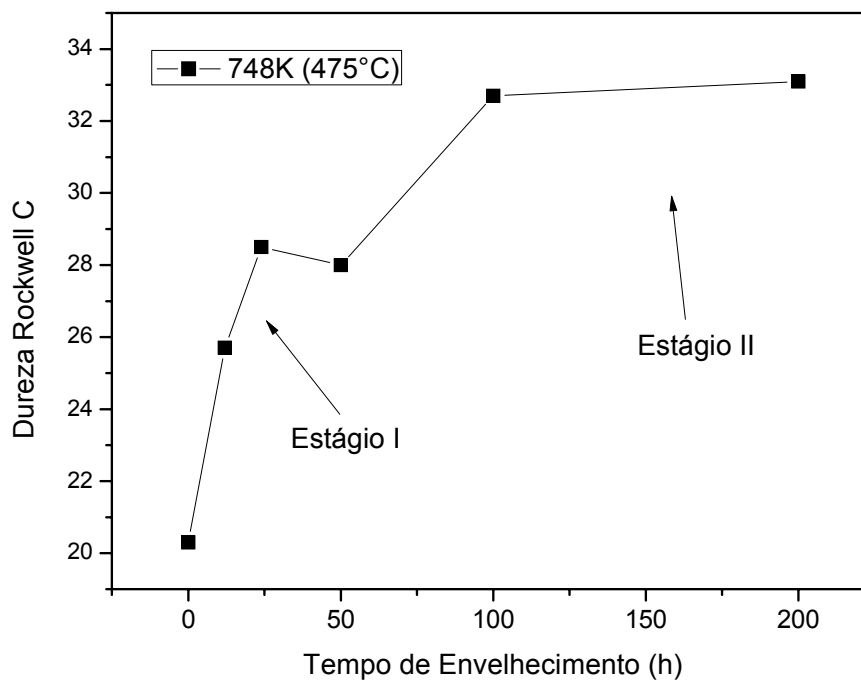


Figura 4.17. Variação das medidas de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 748K. (Fonte: Varela, 2007).

## 4.2.2. Caracterização por Ultra-som

### 4.2.2.1. Velocidade Sônica

Os resultados das velocidades sônicas foram obtidos para as frequências de 4, 5 e 10 MHz (de ondas longitudinais) e 5 MHz (de ondas transversais). As figuras 4.18 e 4.19 apresentam as medidas de velocidade sônica de onda longitudinal para as amostras envelhecidas a 698 e 748K (425 e 475°C), respectivamente, para as 3 frequências utilizadas.

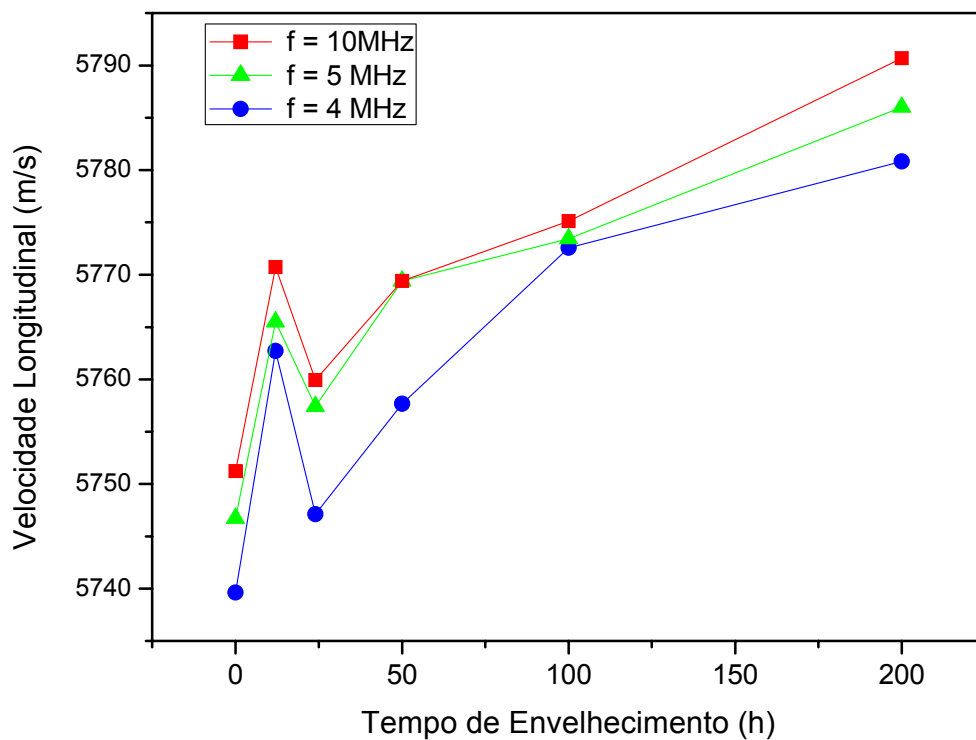


Figura 4.18. Velocidade média longitudinal em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. Frequência de 4, 5 e 10MHz.

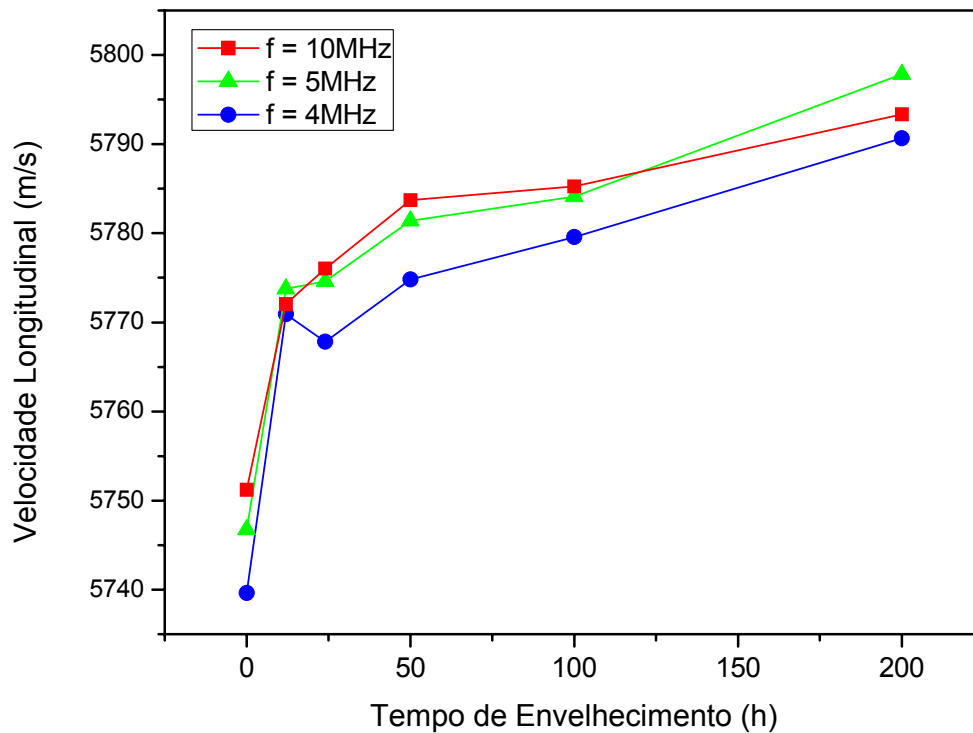


Figura 4.19. Velocidade média longitudinal em função do tempo de envelhecimento e temperatura de 748K. Frequência de 4, 5 e 10MHz.

A título de comparação, também são plotadas nos gráficos das figuras 4.20 a 4.22 as velocidades longitudinais para as duas temperaturas de tratamento a cada frequência. As margens de incertezas calculadas para um intervalo de confiança de 95% também são apresentadas em cada gráfico. Em seguida, a figura 4.23 apresenta os resultados das medidas de velocidade sônica de ondas transversais para as temperaturas 698 e 748K (425 e 475°C), onde também apresentam intervalos de confiança de 95%.

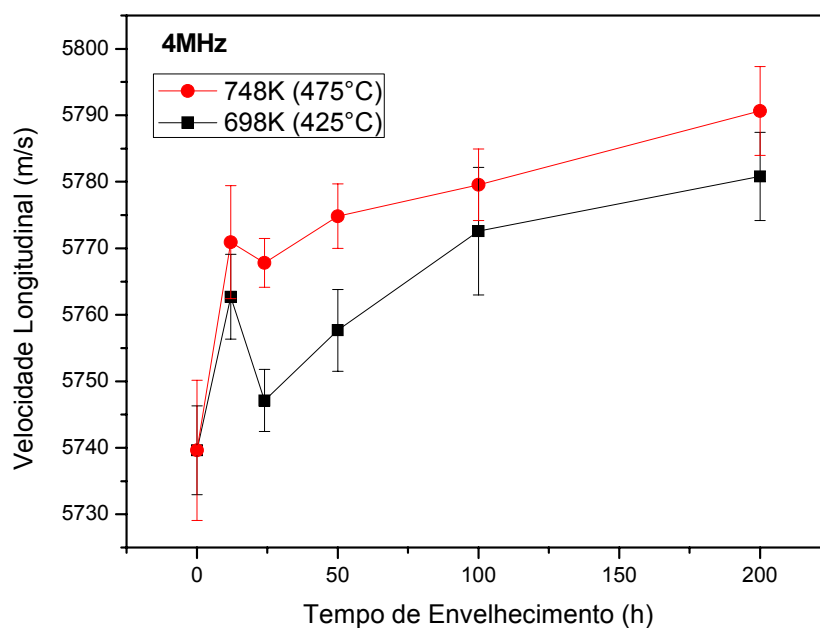


Figura 4.20. Velocidade longitudinal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 4MHz e Intervalo de Confiança de 95%.

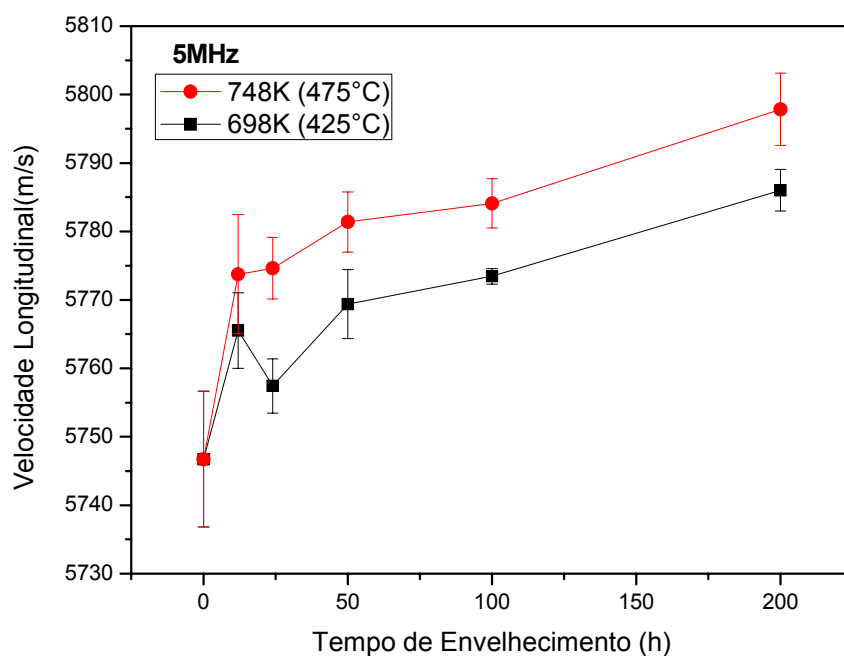


Figura 4.21. Velocidade longitudinal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 5MHz e Intervalo de Confiança de 95%.

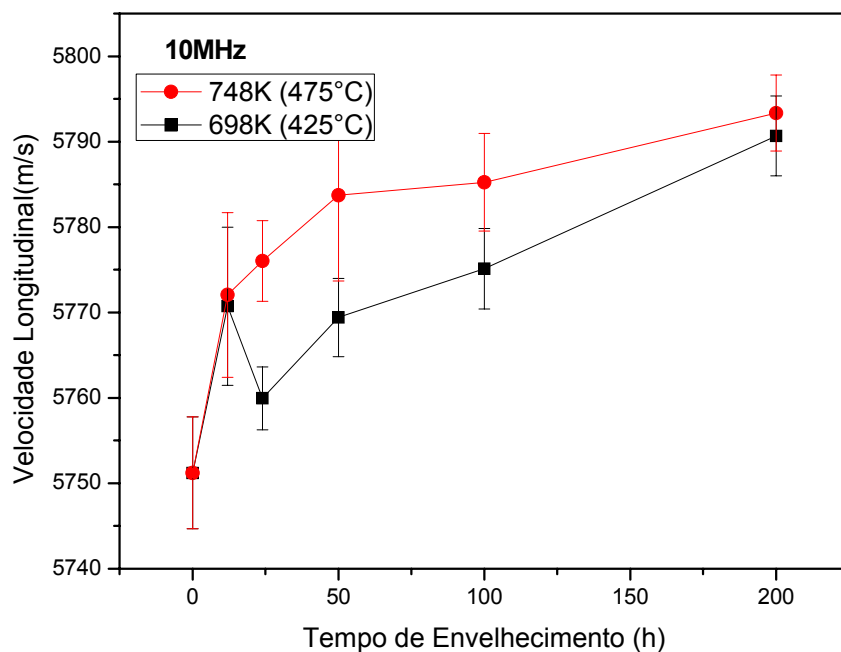


Figura 4.22. Velocidade longitudinal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 10MHz e Intervalo de Confiança de 95%.

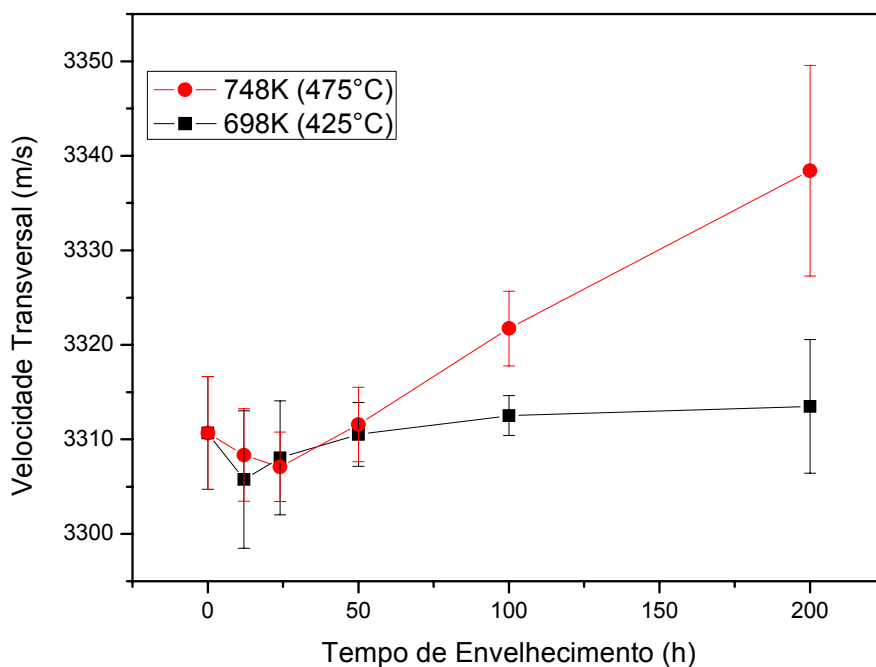


Figura 4.23. Velocidade média transversal em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 698 e 748K. Freqüência de 5MHz e Intervalo de Confiança de 95%.

#### 4.2.2.2. Atenuação Sônica

Os resultados da atenuação foram calculados para as frequências de 4 e 5 MHz para as amostras envelhecidas nas temperaturas 698 e 748K. Os resultados estão apresentados nas figuras 4.24 e 4.25, onde mostram o comportamento da atenuação para cada temperatura em função do tempo de envelhecimento e da frequência. Para cada amostra, são apresentados os valores da atenuação média juntamente com a incerteza calculada para um intervalo de confiança de 95%.

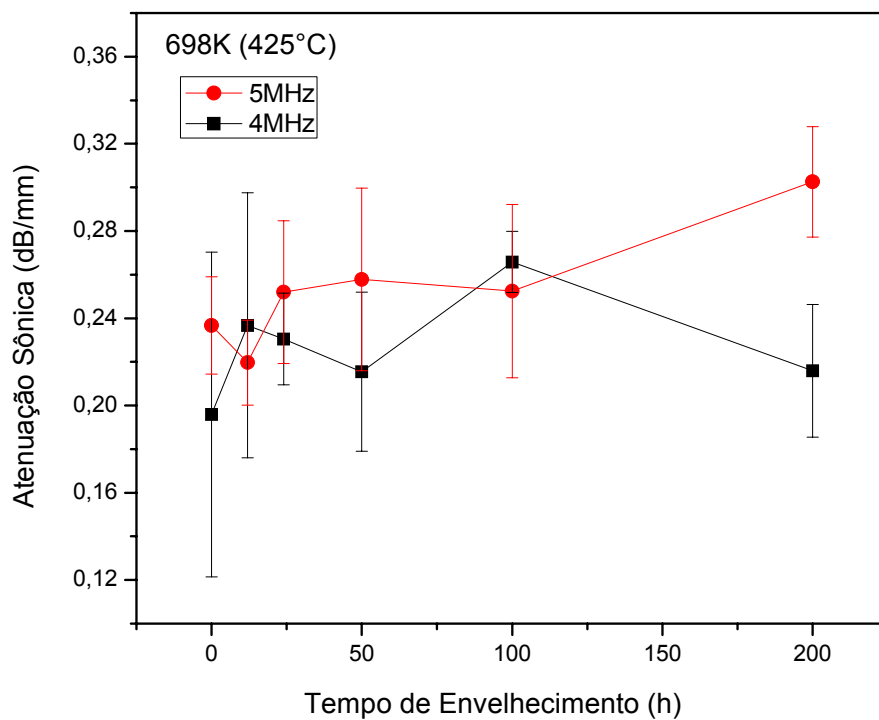


Figura 4.24. Atenuação sônica média em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. Frequências de 4 e 5 MHz e intervalo de confiança de 95%.



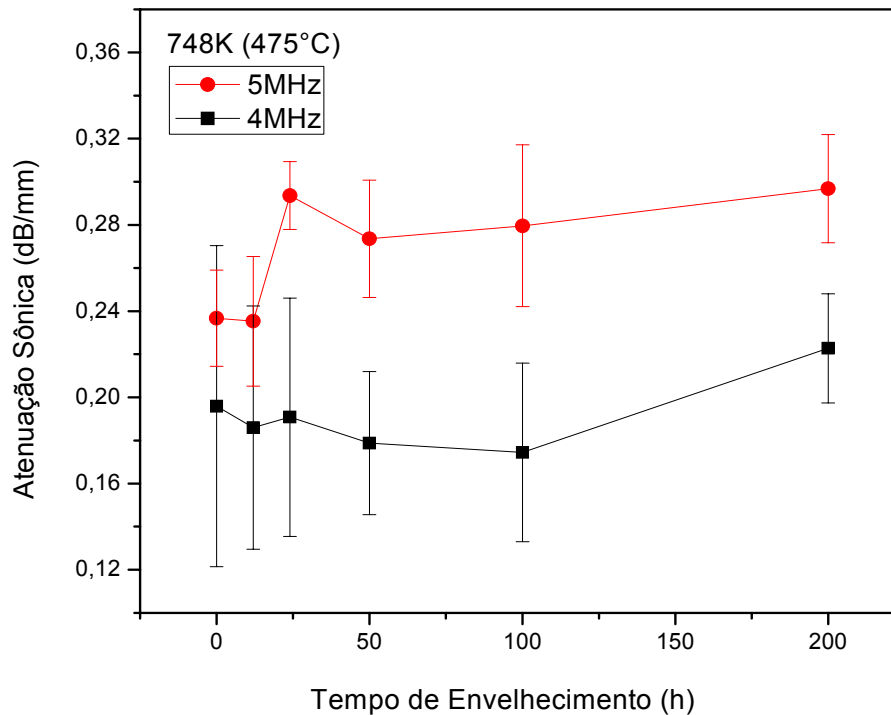


Figura 4.25. Atenuação sônica média em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 748K. Frequência de 4 e 5MHz e intervalo de confiança de 95%.

#### 4.2.2.3. Módulo de Elasticidade

Os módulos de Young e de cisalhamento das amostras de aço duplex foram obtidos por ultra-som com a técnica do pulso eco para a frequência de 5MHz. As medidas foram tomadas para a amostra sem tratamento (matriz) e para as amostras envelhecidas nas temperaturas 698 e 748K (425 e 475°C). Os resultados estão plotados nos gráficos das figuras 4.26 e 4.27. Os gráficos apresentados mostram uma média de cinco medições juntamente com uma incerteza calculada para um intervalo de confiança de 95%.

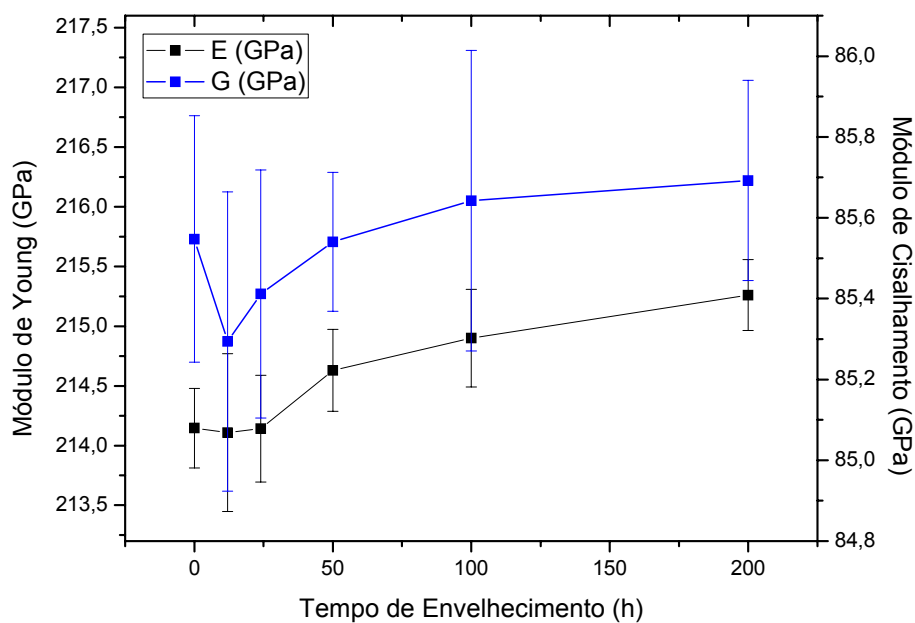


Figura 4.26. Variação do módulo de Young e módulo de cisalhamento em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 698K. Intervalo de confiança de 95%.

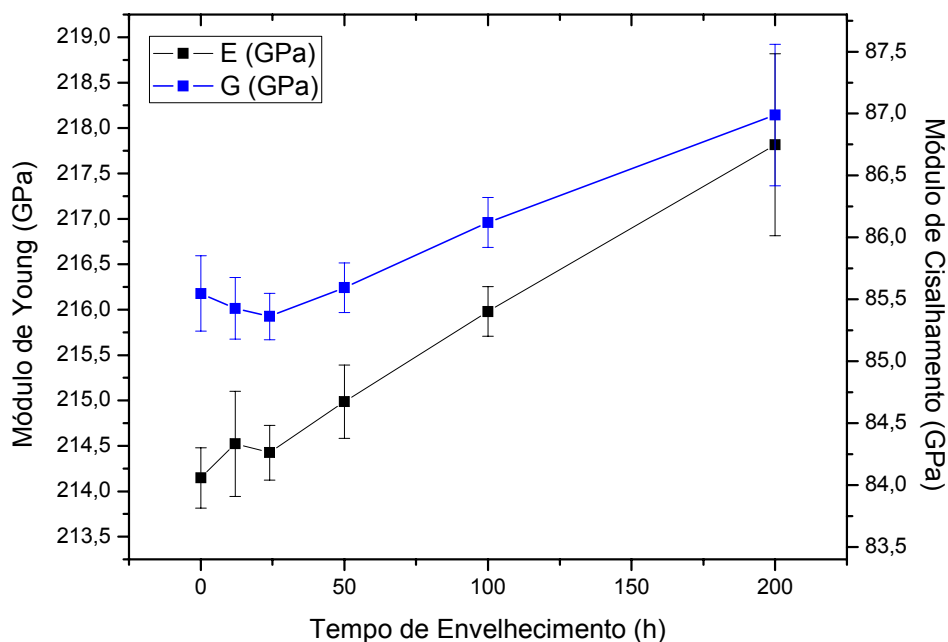


Figura 4.27. Variação do módulo de Young e módulo de cisalhamento em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 748K. Intervalo de confiança de 95%.

## 5. DISCUSSÃO

### 5.1. Aços AISI

Neste trabalho, aços comuns AISI (1006, 1020, 1045, 1080) foram utilizados para verificar o comportamento da velocidade sônica e atenuação em diferentes microestruturas como ferrita, ferrita-perlita, perlita e martensita, onde foram avaliados os efeitos de tratamentos térmicos e da variação do teor de carbono em tais medidas ultra-sônicas.

Os métodos metalográficos aplicados de forma qualitativa proporcionaram uma idéia clara dos aspectos microestruturais desses aços, aspectos estes já bastante consolidados na literatura.

De início as amostras foram austenitizadas com intervalo de tempo igual para todas as amostras (1min/mm de espessura) e temperatura baseada na curva TTT. Este procedimento realizado antes dos testes de ultra-som foi de suma importância, pois a variação substancial do tamanho do grão médio podem interferir de forma significativa nos resultados das medidas de ultra-som.

As micrografias apresentadas nas figuras 4.1 e 4.2 mostram as microestruturas típicas de um aço hipoeutetóide 1006 e 1020, respectivamente. Esses aços à temperatura ambiente, considerando que a temperatura de resfriamento se aproxima das condições de equilíbrio, são constituídos de ferrita pró-eutetóide e perlita, onde haverá maior quantidade de ferrita quanto menor o teor de carbono e maior percentual de perlita quando mais próximo do ponto eutetóide.

O aço eutetóide 1080 em estudo ao ser resfriado lentamente (dentro do forno) apresentou uma microestrutura perlítica recozida, mostrada na figura 4.3. A perlita é uma estrutura bifásica resultante da transformação da austenita com composição eutetóide em camadas alternadas (ou lamelas) de ferrita e  $Fe_3C$ . Segundo Callister (2002), a perlita existe como grãos, às vezes denominados de "colônias". Dentro de cada colônia, as camadas estão

orientadas essencialmente na mesma direção, que varia de uma colônia para outra. As características estruturais e propriedades da perlita eutetóide dependem, contudo, da velocidade de esfriamento que implica o aparecimento de uma perlita mais fina ou mais grossa.

As micrografias apresentadas nas figuras 4.4 a 4.7 para o aço hypoeutetóide 1045, após tratadas termicamente, apresentam as seguintes microestruturas já esperadas para estes aços com base no diagrama de transformação com resfriamento contínuo-TRC: martensita, ferrita-perlita fina ou grosseira.

A martensita apresentada na figura 4.4 foi originada a partir do resfriamento rápido em água com agitação moderada. E quanto a morfologia, sabe-se que para ligas que contém menos que 0,6%p C, os grãos de martensita se formam como ripas(placas longas e finas) alinhadas paralelamente em entidades estruturais maiores chamadas de blocos. Os detalhes microestruturais da martensita em ripa são muito finos sendo, portanto, difíceis de serem vistos por microscopia ótica.

Sabe-se que numa amostra de aço submetida ao tratamento térmico de têmpera, a microestrutura poderá variar significativamente da superfície até o centro da amostra, isto devido à diferença na velocidade de resfriamento que diminui em direção ao centro. Quando a velocidade de resfriamento for suficiente para que ocorra a difusão, outros microconstituintes poderão aparecer como: perlita e bainita. No caso do aço em estudo, o 1045, além da pequena espessura da amostra utilizada, sua microestrutura e dureza foram verificadas também no centro para garantir uma microestrutura martensítica. Como resultado, não foi verificada mudanças na microestrutura e também na dureza que pudessem interferir nos resultados das medidas de ultra-som.

As microestruturas esperadas para as amostras de aço 1045 temperada em óleo, normalizada e recozida estão apresentadas nas micrografias dispostas nas figuras 4.5 a 4.7, respectivamente. O produto microestrutural foi perlita (fina ou grosseira) + ferrita pro-eutetóide. Quanto mais lento o resfriamento, a perlita se apresentará mais grossa. Isso significa que a amostra

temperada em óleo, apresentará uma microestrutura composta de ferrita-perlita fina, ao passo que para a amostra recozida a microestrutura será ferrita-perlita grossa. Para a amostra temperada em óleo, poderia ocorrer o aparecimento de uma pequena quantidade de martensita devido à alta velocidade de resfriamento. Porém, para a sua identificação, métodos metalográficos mais elaborados e de maior precisão deveriam ser utilizados, ou através de microscopia eletrônica.

Os resultados dos exames metalográficos foram verificados por teste de dureza, cujos resultados estão apresentados no gráfico da figura 4.8. Como esperado, a microestrutura de mais alta dureza foi a martensita (814,12 HV) e de menor dureza foi a ferrita (101,64 HV). A dureza para estes aços cresce em função do teor de carbono e para as amostras tratadas termicamente ela cresce com o aumento da taxa de resfriamento. No caso da perlita, a espessura da camada de cada fase (ferrita e cementita) na microestrutura também influencia o comportamento mecânico do material, sendo a perlita fina mais dura que a perlita grossa. As razões para esse comportamento estão relacionadas com fenômenos que ocorrem nos contornos entre fases  $\alpha$ -Fe<sub>3</sub>C. A perlita fina possui maior área de contornos de fases por unidade de volume do material. Ademais, os contornos de fases servem como barreira ao movimento das discordâncias, da mesma maneira que os contornos de grão. Dessa forma, a maior restrição ao movimento de discordância na perlita fina é responsável pela sua maior dureza e resistência.

### **5.1.1. Caracterização por Ultra-som**

#### **a) Velocidade Sônica**

As velocidades sônicas experimentais obtidas para ondas longitudinais e transversais mostraram-se sensíveis as variações microestruturais devido aos tratamentos térmicos, porém pouco sensível a variação do teor de carbono. Isto pode ser visto nos gráficos das figuras 4.9 a 4.12. Nestes gráficos, observa-se

praticamente o mesmo comportamento para todas as frequências, o que os tornam mais confiáveis.

Para as fases aço 1045, a menor velocidade foi para a martensita e maior para a ferrita-perlita grossa. Estes resultados estão de acordo com os obtidos por Papadakis (1964), Gür & Tuncer (2005) e Gür & Cam (2007). Para as demais amostras a menor velocidade foi para o aço 1080(perlita) e maior para os aços 1006(ferrita) e 1020(ferrita-perlita), cujos valores são pouco superiores aos encontrados para aço 1045(ferrita-perlita). Comparando as microestruturas (ferrita, perlita e martensita), observa-se a maior velocidade para a ferrita ( $5927,83 \pm 4,12$ ), em seguida para a perlita ( $5916,34 \pm 1,60$ ) e martensita ( $5878,47 \pm 2,91$ ). Estas medidas são para ondas longitudinais e frequência de 4MHz, com tendência a um pequeno aumento da velocidade para as frequências mais altas.

A menor velocidade sônica para a martensita pode ser explicada pela grande quantidade de tensões internas. Estas tensões são produtos das distorções da rede cristalina causadas pelo aumento de volume durante a transformação austenita-martensita. A transformação da austenita para ferrita, perlita ou bainita também produz aumento de volume, porém tal fato não é significativo. Macro-tensões devido ao gradiente térmico também são desprezíveis quando considerado a geometria e a pequena espessura das amostras. Estudos anteriores mostraram que a velocidade diminui com o aumento do grau de deformação plástica no material, devido ao aumento da densidade de discordâncias( Prasad & Kumar,1994). Segundo Gür & Tuncer (2005), a velocidade sônica na martensita é essencialmente afetada pelas mudanças no módulo elástico dos grãos individuais, no grau de distorção da rede cristalina e orientação dos grãos da austenita primária. A estrutura ferrítica não possui tanta variação nas orientações dos grãos devido a estrutura ser mais grosseira, o que facilita a propagação do ultra-som nesta fase.

A maior velocidade para a ferrita-perlita grossa (1045 R) é devido o maior espaçamento entre as lamelas da perlita e maior quantidade de ferrita.

Isto significa que em fases mais grosseiras maior será a velocidade de propagação do ultra-som.

## **b) Atenuação Sônica**

Os resultados apresentados para a atenuação sônica (seção 4.1.3.2) são para ondas longitudinais nas frequências de 4 e 5MHz. As atenuações sônicas para as diferentes fases do aço 1045(martensita, ferrita-perlita fina ou grossa) estão apresentadas no gráfico da figura 4.13. Como resultado, a microestrutura mais atenuante foi a martensita e a menos atenuante foi a ferrita-perlita grossa. O coeficiente de atenuação mede a intensidade de espalhamento da onda pelos grãos de cada fase. O comportamento da atenuação para as amostras com 0,45% C se apresenta de forma inversa ao da velocidade sônica e proporcional ao da dureza.

No gráfico da figura 4.14 estão plotados os resultados dos coeficientes de atenuação investigados para as amostras (1006, 1020, 1045, 1080). Estes resultados não podem ser comparados entre si por serem materiais distintos em alguns aspectos que podem ser determinantes para uma boa medida de atenuação. Para serem comparadas, algumas informações deveriam ser adicionadas como: o tamanho de grão médio, microtrincas, processo de fabricação, inclusões, rugosidade da superfície e outros.

Apesar do histórico dos atenuadores não serem conhecidos, a fase martensítica apresentou grande coeficiente de atenuação em relação aos demais materiais devido a sua estrutura TCC e a presença de grandes tensões internas.

O processamento de sinais para a medida da atenuação intrínseca ao material é bastante delicado. Muitos fatores podem contribuir para a imprecisão desses resultados como: o efeito da divergência do feixe (difração) (Kruger, 2000), o efeito do acoplamento para a técnica do contato direto, efeito da pressão inconstante aplicada manualmente ao transdutor, efeito da rugosidade (Guo et al., 1995) e etc.

### c) Módulos de Elasticidade

As constantes elásticas de um material normalmente são determinadas através de métodos estáticos, baseados nas curvas de tensão x deformação. No entanto, métodos dinâmicos que se baseiam na medição de frequências de ressonância ou na medição de velocidades ultra-sônicas estão sendo bastante aplicados para materiais diversos.

As propriedades físicas dos materiais dependem da direção cristalográfica na qual as medidas foram tomadas. Como os cristais dos metais são anisotrópicos, o módulo de elasticidade pode variar substancialmente para cada direção. O ferro  $\alpha$ , por exemplo, tem o módulo de elasticidade igual a: 125.0, 210.5 e 272.7 GPa para as respectivas orientações [100], [110] e [111], Callister (2002) e conseqüentemente as respectivas velocidades sônicas: 5.440, 6.190 e 6.420 m/s, mostrando uma variação superior a 15%.

Os módulos de elasticidade (E e G) para as amostras de aço AISI foram calculados baseados na norma ASTM E 494 (2005). Estas propriedades foram obtidas para a frequência de 5MHz e os resultados estão apresentados no gráfico da figura 4.15. Segundo a norma da ASTM, no cálculo dos módulos elásticos por ultra-som admite-se um erro de 1% em relação aos valores obtidos no teste mecânico. Em Efunda (2008), o módulo de Young (E) para os aços AISI 1006 a 1080 varia de 190 a 210 GPa, estando portanto os resultados encontrados por método dinâmico (ultra-som) satisfatórios. Os resultados dos módulos elásticos calculados por métodos dinâmicos estão coerentes com os encontrados por em Kim & Johnson (2007), obtidos por espectroscopia de ressonância ultra-sônica, e em Papadakis (1964), obtidos por ultra-som pulso eco (ver tabela 4.1).

O estado da microestrutura é quem determina o comportamento elástico do material e também o da velocidade ultra-sônica. Devido à complexidade da interação entre elementos microestruturais, como grãos, contorno de grãos, precipitações, poros, deslocamentos, vazios com a propagação de ondas ultra-sônicas, não existe uma aproximação generalizada que possa ser usada para



avaliação de módulos elásticos em materiais nos quais a microestrutura varia na área ensaiada. O único procedimento existente é a investigação experimental da dependência entre as velocidades do ultra-som e de suas respectivas microestruturas, usando amostras representativas com diferentes estados de microestrutura.

## **5.2. Aço Inoxidável Duplex UNS S31803**

A fragilização por transformação de fases em aços inoxidáveis duplex é um tema de grande importância e bastante discutido na literatura, tanto para temperaturas inferiores a 773K (500°C) como para temperaturas superiores. Neste trabalho, a fragilização por transformação de fase em um aço inoxidável duplex UNS S31803 foi estudado para as temperaturas de 698 e 748K (425 e 475°C) e tempos de 12, 24, 50, 100 e 200h, bem como para a amostra como recebida (matriz). Para o estudo foram realizados testes de dureza, velocidade sônica e atenuação.

Esta faixa de temperatura é caracterizada pela decomposição da fase  $\alpha$  em duas novas fases, uma pobre em Cr (fase  $\alpha$ ) e outra rica em Cr (fase  $\alpha'$ ), cujo mecanismo responsável por esta transformação é a decomposição espinodal, Iacovello et al. (2005). Segundo Mathew, et al. (1999) e Tane et al. (2003), a fase  $\gamma$  não é afetada. Conforme Dupouiron & Audouard (1992), as transformações dessas fases ocorrem preferencialmente na ferrita devido à maior taxa de difusão da estrutura CCC e à alta concentração de elementos como Cr e Mo nesta fase. Alguns autores defendem a teoria de que o mecanismo de formação de  $\alpha'$  está relacionado ao conteúdo de Cr na ferrita. Solomom & Levinson (1978) relatam que em ferritas mais ricas de Cr a formação se dá pela decomposição espinodal, enquanto que em ferritas mais pobres de Cr o processo se dá por nucleação e crescimento.

A precipitação de fases finas homoganeamente distribuídas pela matriz reduz o livre caminho médio para movimentação das discordâncias. Como as análises de dureza são realizadas já no regime plástico, a precipitação dessas fases deve a princípio ser refletida nos valores de dureza.

Nas figuras 4.16 e 4.17 estão plotadas as curvas de dureza global para as temperaturas de 698 e 748K (425 e 475°C), respectivamente. Observa-se nestes gráficos que a dureza global aumenta continuamente com o aumento do tempo de envelhecimento, apresentando dois estágios de endurecimento. A transição entre um estágio e outro ocorre a 100h para a temperatura de 698K (425°C) e a 50h para a temperatura 748K (475°C). O primeiro estágio de endurecimento cresce de forma mais rápida que o segundo estágio para ambas as curvas. A dureza para as amostras envelhecidas a 698K (425°C) é menor que a dureza das amostras envelhecidas a 748K (475°C). Isso significa que a 748K a cinética de precipitação é mais acelerada. A presença de dois estágios de endurecimento também foi observado por Silva et al. (2009), Varela (2007) e Moreno (2004).

Na temperatura 748K (475°C), figura 4.17, a redução da dureza ocorre mais cedo e a cinética de decomposição de fases é maior. Nesta temperatura, as transformações de fases se dão por decomposição espinodal. Segundo Danoix & Auger (2000), o binário Fe-Cr apresenta decomposição espinodal no equilíbrio a partir de 673K (400°C). Assim, fora do equilíbrio esta decomposição é inibida e passa a ter um caráter cinético, ou seja, passa a depender não somente da temperatura como também do tempo.

Esta decomposição espinodal deve ser entendida como um enriquecimento local de soluto sem perder a coerência com a matriz. O fenômeno seguinte é a cristalização a partir dos núcleos formados pela decomposição espinodal. Estes núcleos cristalinos, e agora incoerentes com a matriz, podem coalescer, isto é, se agrupar, uma vez que esta é uma maneira de abaixar a energia do sistema. Uma vez coalescidos, estes tendem a crescer.

O aumento e a redução de dureza podem ser explicados em função da diminuição do livre caminho médio para movimentação de linhas de discordância, devido a precipitações finas homoganeamente distribuídas pela matriz ferrítica, e pelo coalescimento destas precipitações em tempos maiores, respectivamente. Tane et al. (2003) e Moreno (2004) verificaram a dureza em

função do envelhecimento para cada fase ( $\alpha$  e  $\gamma$ ). Segundo os autores, a dureza para a fase- $\alpha$  cresce com o tempo de envelhecimento enquanto que a fase- $\gamma$  não se altera significativamente.

### **5.2.1. Caracterização por Ultra-som**

#### **a) Velocidade Sônica**

As transformações de fases nas temperaturas de 698 e 748K (425 e 475°C) foram analisadas por medidas de velocidade sônica (de onda longitudinal e transversal) e atenuação. As propriedades elásticas foram obtidas através da relação velocidades sônicas longitudinais e transversais e medidas de densidade (massa específica).

Nos gráficos das figuras 4.18 e 4.19, onde estão plotados as velocidades de ondas longitudinais para as temperaturas de 698 e 748K (425 e 475°C), observa-se que a velocidade aumenta com o tempo de envelhecimento similar ao comportamento da dureza. Estes resultados estão coerentes com os encontrados por Silva et al. (2009), Varela (2007), Shiegeyeiki et al. (1996) e Normando (2009). O mesmo comportamento da velocidade foi observado para todas as frequências utilizadas (4, 5 e 10 MHz) com tendência a um pequeno aumento da velocidade para maiores frequências. As medidas de velocidade sônicas também acompanharam os dois estágios de endurecimento, no entanto a transição entre um estágio e outro ocorreu mais cedo que o observado através de testes de dureza.

Os gráficos apresentados nas figuras 4.20 a 4.22 mostram bem a diferença de comportamento da velocidade de onda longitudinal para cada temperatura. Assim como a dureza, as maiores velocidades são apresentadas para as amostras envelhecidas a 748K (475°C). O aumento da velocidade sônica com o tempo de tratamento deve-se principalmente ao aumento do módulo elástico dos grãos da fase- $\alpha$ , uma vez que a precipitação de fases frágeis ocorre nesta fase quando expostos a estas temperaturas por longos tempos. Normando et al. (2008) estudaram a fragilização de um aços duplex

através da velocidade sônica. Embora o estudo tenha sido realizado a temperaturas mais elevadas 1073 e 1173 K (800 e 900°C), onde ocorre o aparecimento de fases sigma, as medidas de velocidade sônica também aumentaram com o tempo de tratamento e o mesmo comportamento foi observado em várias frequências (4, 5, 10 e 20 MHz).

Os resultados das velocidades de ondas transversais obtidas para a temperatura de 698K (figura 4.23) não apresentaram variações significativas em função do tempo de envelhecimento. No entanto, para a temperatura de 748K (figura 4.24) a velocidade de ondas transversais aumentou para tempos de envelhecimento superiores a 50 horas. Isto pode ser explicado pelo fato de que a fragilização por transformação de fase neste aço é mais assíduo a 748K, uma vez que a cinética de decomposição de fases é maior para essa temperatura.

#### **b) Atenuação Sônica**

Os resultados da atenuação sônica, apresentados nos gráficos das figuras 4.24 e 4.25, mostram que este parâmetro não é promissor para avaliar a fragilização por transformação de fases a estas frequências utilizadas. A mesma conclusão foi relatada por Shiegeyuki et al.(1996). Tanto a figura 4.24 como a 4.25 mostram que a utilização de maiores frequências aumenta a sensibilidade ao coeficiente de atenuação para maiores tempos de envelhecimento, podendo ser promissora a utilização da técnica em frequências superiores as utilizadas neste presente trabalho.

#### **c) Módulo de Elasticidade**

Os resultados apresentados nos gráficos das figuras 4.26 e 4.27 mostram que os módulos elásticos aumentam com o tempo de envelhecimento, porém em pouca intensidade. O aumento dos módulos elásticos com o tempo de envelhecimento para a temperatura de 748K (475°C) é mais evidente do que a temperatura de 698K (425°C). Esta variação dos módulos elásticos

ocorre devido a flutuações na composição gerada pelo mecanismo de decomposição espinodal onde se forma partículas  $\alpha'$  finamente dispersas na matriz ferrítica (Silva et al., 2009). Estes resultados estão coerentes com os encontrados por Tane et al. (2003). Segundos os autores, o módulo elástico na fase- $\gamma$  permanece inalterado enquanto que o módulo elástico na fase- $\alpha$  aumenta com o tempo de tratamento.

## 6. CONCLUSÕES

No presente trabalho foi feito o estudo da potencialidade das técnicas de ultra-som (velocidade e atenuação sônica), como parâmetros não destrutivos para identificação de microestruturas em aços comuns, geradas por nucleação e crescimento, e aço inoxidável duplex, por decomposição espinodal. Após a análise dos resultados pode-se chegar às seguintes conclusões:

- A utilização de materiais distintos (aços comuns e inoxidáveis) no presente estudo pode proporcionar uma gama de subsídios na investigação do comportamento do feixe ultra-sônico em fases diversas. Os resultados obtidos mostraram que os parâmetros ultra-sônicos analisados são sensíveis a variações na microestrutura de ambos os materiais.
- Nos aços comuns, a velocidade e atenuação sônica apresentaram boa capacidade em identificar mudança de microestrutura proveniente de tratamentos térmicos, porém pouco diferenciou as microestruturas quanto ao teor de carbono. Para estes aços, a velocidade sônica tanto longitudinal como transversal cresceu da fase mais dura (martensita) para a fase mais macia (ferrita) em todas as frequências, enquanto que a atenuação sônica ocorreu o contrário.
- As constantes elásticas (E e G) calculadas para as amostras de aço AISI apresentaram resultados coerente com os encontrado na literatura por métodos dinâmicos e estáticos.
- A velocidade sônica mostrou-se capaz de acompanhar a formação da fase  $\alpha'$  no aço duplex. A precipitação desta fase na matriz ferrítica reduz o livre caminho médio para o movimento das discordâncias. Este fato reflete no aumento das medidas de dureza e módulos elásticos dos grãos desta fase e conseqüentemente nos valores da velocidade sônica.

- As medidas de atenuação sônica, para frequências maiores que 4MHz, mostram promissoras para acompanhamento de transformações de fases no aços inoxidável duplex estudado.
- De um modo geral, os resultados obtidos são promissores e podem dar contribuições relevantes no âmbito da caracterização de materiais e controle de propriedades mecânicas por meio de testes não destrutivos.

## 7. SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

Durante a realização deste trabalho foram identificados alguns aspectos que poderiam ser aprofundados, bem como novas linhas de pesquisas que poderiam ser desenvolvidas. Alguns desses aspectos são:

- Com o surgimento dos aços inoxidáveis superduplex (aço semelhante ao duplex, porém com maior resistência a corrosão), seria interessante realizar um estudo com esses aços.
- Investigar com mais profundidade a influência de fatores como: tamanho do grão, número de inclusões, rugosidade e quantidade de cada fase na velocidade e atenuação sônica através da metalografia quantitativa.
- Utilizar também a técnica do sinal retroespalhado para analisar a microestrutura do aço duplex quando envelhecido.



## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALTPETER, I.; KRÖNING, M.; RIBEIRO, J.G. Nondestructive evaluation of ageing steel structures. IV Conferencia Panamericana de END, Buenos Aires, 2007.

ANDREUCCI, R. Ensaio por ultra-som. Abende, São Paulo, 2005.

ANDRINO, M. H. Aplicação de ondas longitudinais criticamente refratadas para a medição de tensões em dutos. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 227p. 2007.

ASNT HANDBOOK. Ultrasonic Testing. Editor P. McIntire, v. 7, ASNT, New York, 1991.

AZOM <sup>TM</sup>. The A to Z of Materials and AZojomo.The AZo Journal of Materials Online. Disponível em: < [http://www.azom.com/Details.asp?ArticleID=2870#\\_Physical\\_Properties](http://www.azom.com/Details.asp?ArticleID=2870#_Physical_Properties)>. Acesso em: 17 de novembro de 2008.

BADIDI, A.B.; LEBAILI, S.; BENCHAALA, A. Grain size influence on ultrasonic velocities and attenuation, NDT & E International, v.36, pp. 1-5, 2003.

BADIDI, A.B.; BENCHAALA, A.; ALEM, K. Ultrasonic characterization of material hardness. Ultrasonics, v.38, p.224-227, 2000.

BERGER, H. Nondestructive characterization of materials. Mater Eval; v.50, p. 299 – 305, 1992.

BITTENCOURT, M. S. Desenvolvimento de um sistema de medida de tempo decorrido da onda ultra-sônica e análise do estado de tensões em materiais metálicos pela técnica de birrefringência acústica. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais e Metalúrgica), Universidade Federal do Rio de Janeiro, 115p., 2000.

BITTENCOURT, M. de S. Q.; LAMY, C. S. A. ; SANTOS Jn., A. A.; PAYÃO FILHO, J. C.; BRAY, D. E. Ultrasonic techniques and their application in Brasil: reality and perspectives. In: 6° NDE Topical Conference, ASME, v.19. 1999.

BOERI, D. V. Caracterização de materiais compostos por ultra-som. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Escola Politécnica da Universidade de São, São Paulo, 141p., 2006.

BRANDI, S.; PADILHA, A.F. Precipitação de fase sigma em aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. In: II Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável - Inox-90, p.135-152, 1990.

CAHN, J. W. Spinodal Decomposition. Transaction of the Metallurgical Society of AIME, v. 242, pp 166-180, 1968.

CAETANO, S. F. Determinação das constantes acustoelásticas para aço API 5L-X70 para gasodutos. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 167p., 2003.

CALLISTER, W. D. Jr. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução. 5ª edição, LTC Editora, Rio de Janeiro, 589p., 2002.

CHARLES, J. Super duplex stainless steels: structure and properties. In: Conference Duplex Stainless Steels, Beaune Bourcogne-France, p. 3-48, 1991.

CHEN, T.H.; WENG, K.L.; YANG, J.R. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. Materials Science of Engineering A, v.338, p.259-270, 2002.

CHOO, W.K.; KIM, H.J.; YOON, J.C. Microstructure changes in austenitic Fe-30.0wt%Mn-7.8wt%Al-1.3wt%C initiated by spinodal decomposition and its influence on mechanical properties. Acta Mater, v. 45, n. 12, p.4877-4885, 1997.

CORTIE, M.B.; JACKSON, E.M.L.E.M. Simulation of the precipitation of sigma phase in duplex stainless steel. *Metalurgical and Materials Transactions A.*; v. 28A, p. 2477 – 2484, 1997.

DANOIX, F.; AUGER, P. Atom probe studies of the Fe-Cr system and stainless steels aged at intermediate temperature. *Materials Characterization.* v. 44, p. 177 – 201, 2000.

DUPOIRON, F.; AUDOUARD, J. P. Duplex stainless steel: a high mechanical properties stainless steels family. *Scandinavian Journal of Metallurgy.* v. 25, p. 95 – 102, 1992.

EFUNDA, Engineering Fundamentals. Disponível em: < <http://www.efunda.com>> Acesso em: 15 de setembro de 2008.

FREITAS, V. L. de A, SILVA, A. A, SILVA, E. M.; ALBUQUERQUE, V. H. C. DE.; TAVARES, J. M. R. S. Microstructural characterization of carbon steels using ultrasonic velocity measurements. COBEM-International Congress of Mechanical Engineering, Gramado, RS, Brazil, 2009 a.

FREITAS, V. L. de A, SILVA, A. A, SILVA, E. M.; VARELA, A. C. G.; Aplicación de redes neuronales artificiales y de ensayos ultra sónicos para la identificación de fragilización en aceros inoxidables dúplex. MetNum- Congreso de métodos numéricos em Ingeniería, Barcelona, España, 2009 b.

GIRALDO, C. P. S. Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Engenharia Mecânica- Universidad Nacional de Colombia, 144p., 2001.

GREEN, R. E.; DUKE, J. C. Ultrasonic and acoustic emission detection of fatigue damage. *International Advances in Nondestructive Testing.* v.6, p. 125-177, 1979.

GROBNER, P.J. The 885°F (475°C) Embrittlement of Ferritic Stainless Steels. Metallurgical Transactions. v. 4, p. 251-260, 1973.

GUO, N.; LIM, M. K.; PIALUCHA, T. Measurement of Attenuation Using a Normalized Amplitude Spectrum. Journal of Nondestructive Evaluation, v. 14, n.1, p. 9-19,1995.

GÜR, C.H.; CAM, I. Comparison of magnetic Barkhausen noise and ultrasonic velocity measurements for microstructure evaluation of SAE 1040 and SAE 4140 steels. Materials Characterization, v. 58, p. 447-454, 2007.

GÜR, C.H.; TUNCER, B. O. Characterization of microstructural phases of steels by sound velocity measurement. Materials Characterization. v. 55, p.160–166, 2005.

HÄTTESTRAND, M.; LARSSON, P.; CHAI, G.; NILSSON, J.-O.; ODQVIST, J. Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450–500°C. Materials Science and Engineering A, v.499, p.489-492, 2009.

HEDIN, M.; MASSOUD, J.P.; DANOIX, F. Influence of the Quenching Rate on the Spinodal Decomposition in a Duplex stainless steel. Journal de Physique IV v. 6, p. 235-240, 1996.

HUANG, Y. D.; FROYEN, L.; WEVERS, M. Quality Control and Nondestructive Tests in Metal Matrix Composites. Journal of Nondestructive Evaluation, n. 20(3), 2001.

IACOVIELLO, F.; BONIARDI, M.; LA VECCHIA, G.M. Fatigue crack propagation in austenoferritic duplex stainless steel 22 Cr 5 Ni. International Journal of Fatigue, v.21, p.957-963, 1999.

IACOVELLO, F.; CASARI, F.; GIALANELLA, S. Effect of “475°C embrittlement” on duplex stainless steels localized corrosion resistance. Corrosion Science, v.47, p. 909-922, 2005.

JONES, R. A. L. Soft Condensed Matter. Oxford University Press, 195 p, 2002.

KRÜGER, S.E.; REBELLO, J. M. A. Hydrogen damage detection by ultrasonic spectral analysis', NDT & E International, v.32, pp.275-281, 1999.

KRÜGER, S. E. Caracterização microestrutural de ferros fundidos por ultrassom. Tese (Doutorado em Ciência em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Universidade Federal do Rio de Janeiro, 312 p., 2000.

KIM, S. A.; JOHNSON, W. L. Elastic constants and internal friction of martensitic steel, ferritic-pearlitic steel, and  $\alpha$ -iron. Materials Science and Engineering A, 452–453, p.633–639, 2007.

LOPES, J. T. B. Influência da presença de fases frágeis e da temperatura nas propriedades de propagação de trinca por fadiga do aço inoxidável duplex UNS S31803. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade Estadual de Campinas, 155 p., 2006.

MACHADO, I.F. Transformações de fase no estado sólido em alguns aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos-austeníticos (dúplex) contendo altos teores de nitrogênio. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 176p., 1999.

MAGNABOSCO, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205). Tese (Doutorado em Engenharia), Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, 181 p., 2001.

MATHEW, M. D.; LIETZAN, L. M.; MURTY, K. L. Low temperature aging embrittlement of CF-8 stainless steel, Materials Science and Engineering A269, p.186-196, 1999.

MENEZES, C. W. S. Caracterização de Dano por Hidrogênio em Aços API 5CT L80 13Cr por Meio de Ondas Ultra-Sônicas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, 118 p., 2006.

MINICUCCI, D.J. Avaliação de Tensões por Ultra-som no Aro de Rodas Ferroviárias Forjadas Novas - Classe C. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 139p, 2003.

MORENO, J.R.S. Degradação da resistência à corrosão de Aços Inoxidáveis Duplex, devido ao envelhecimento em baixas temperaturas por tempos prolongados. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais), Universidade Federal de São Carlos, 196p. 2004.

NANEKAR, P.P.; SHAH, B. K. Characterization of Material Properties by Ultrasonics. Journal of Non-Destructive Testing & Evaluation, v.1, p.13-23, 2004.

NDT HANDBOOK. BIRKS, A. S; GREEN J, R. E.(tech ed), MCINTIRE, P. (ed)., Ultrasonic testing, 2nd ed. Columbus, OH : American Society for Nondestructive Testing, v. 7, 1991.

NILSSON, J.O. Super duplex stainless steels. Materials Science and Technology, v. 8, p. 685 – 700, 1992.

NORMANDO, P.G.; MOURA, E.P.; SOUZA, J.A.; TAVARES, S.S.M. Avaliação da degradação de materiais por medidas ultra-sônicas e de correntes parasitas, In: 18º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008.

OLSSON, J.; LILJAS, M. 60 years of Duplex Stainless Steels - Applications. ANCON; n. 2, p. 17-23, 1996.

PADILHA, A. F. Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades. São Paulo: Hemus, 343p., 1997.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. Aços Inoxidáveis Austeníticos-Microestrutura e propriedades. São Paulo: Editora Hemus, p.170. 1994.

PADILHA, A.F.; URA, M.M.; ALONSO, N. Influência da fase alta linha ( $\alpha'$ ) sobre a resistência à corrosão por pite de aços inoxidáveis duplex. 49º Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais, ABM, São Paulo, p.337-349, 1994.

PALANICHAMY, P.; JOSEPH, A.; JAYAKUMAR, T.; RAJ, B. Ultrasonic velocity measurements for estimation of grain size in austenitic stainless steel. NDT & E International, v. 28, p.179-185, 1995.

PAPADAKIS, E.P. Ultrasonic attenuation and velocity in three transformation products in steel. Journal of Applied Physics, v. 35, p.1474-1482 , 1964.

PAPADAKIS, E. P. Ultrasonic phase velocity by the Pulse-Echo-Overlap method incorporating diffraction phase correction. Journal of Acoustical Society of America. V.42, n.5, pp. 1045-1051, 1967.

PAPADAKIS, E.P. Ultrasonic velocity and attenuation measurement methods with scientific and industrial applications. Physical Acoustics, v. 12, p. 277- 374, 1976.

PAPADAKIS, E. P. Ultrasonic velocity and Attenuation: Measurement Methods with-Scientific and Industrial Applications.In: Physical acoustic, v.12. Academic Press, New York, p. 277-374, 1977.

PINTO, T.B. Comportamento mecânico de um aço inoxidável duplex tipo 2205 sob influência da temperatura e da precipitação de fases frágeis. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 180p, 2001.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. Phase Transformation in Metals and Alloys. Published by Van Nostrand Reinhold Company Ltd., N. Y. USA, 1981

PRASAD, R.; KUMAR, S. Study of the influence of deformation and thermal treatment on the ultrasonic behavior of steel. J Mater Process Technol, v.42, p.51–59. 1994

RAMIREZ-LONDOÑO, A. J. Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase sigma por simulação térmica na zona afetada pelo calor na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo. 176 p. 1997.

RUSSELL, S. W.; LUNDIN, C. D. The development of qualification standards for cast duplex stainless steel. Final Report, submitted to U. S. Department of Energy. Award Number - DE-FC07-00 ID13975, 2005.

SATO, Y. S.; KOKAWA, H. Preferential precipitation site of sigma phase in duplex stainless steel weld metal. Scripta Materialia, v. 40, n.6, p. 659-663, 1999.

SILVA, E. DE M.; ALBUQUERQUE, V. H. C.; LEITE, J. P.; VARELA, A. C. G.; MOURA, E. P.; TAVARES, J. M. R.S., Phase transformations evaluation on a UNS S31803 duplex stainless steel based on nondestructive testing. Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: properties, microstructure and processing, 2009.

SIMMONS, J.W. Influence of nitride ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ) precipitation on the plastic flow behavior of high-nitrogen austenitic stainless steel. Scripta Metallurgica et Materialia, v.32,p. 265-270, 1995.

SIMMONS, J.W. Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels. Materials Science and Engineering A. v. A207, p. 159-169, 1996.

SOLOMON, H. D.; LEVINSON, L. M. Mossbauer effect study of 475°C embrittlement of duplex and ferritics stainless steels ;Acta Metallurgica. v. 26, p. 429, 1978.

SOLOMON, H. D.; DEVINE, T. M. Duplex Stainless Steels - a tale of two phases. In: Conference Duplex Stainless Steels. ASM Metals Park: Ohio, p. 693-756, 1983.

SHIEGEYUKI, M.; HIROSHI, M.; KAZUHIRO, M.; JUN, S.; TAKUICHI, I.; KUMADA; MASAMITSU; KUROSUMI; YASUO; OKANO; YUKIMITSU.



Ultrasonic detection of thermal embrittlement of duplex stainless steel. International Conference on Nuclear Engineering, v. 5, ASME, p. 215-223, 1996.

SOUZA JR., C. M. de. Influência da deformação e do tratamento térmico na textura cristalográfica de um aço inoxidável duplex. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) Universidade Federal do Rio de Janeiro, 136 p., 2008.

SUGIBAYASHI, T.; YAMAGUCHI, A.; MAEDA, N.; KOHNO, K. Detection of thermal embrittlement of duplex stainless steels by ultrasonic scattering wave measurement. 14th International Conference on NDE in the Nuclear and Pressure Vessel Industries, Stockholm, Sweden, p. 181-186, 1997.

TANE, M.; ICHITSUBO, T.; OGI, H.; HIRAO, M. Elastic property of aged duplex stainless steel. Scripta Materialia, v. 48, p. 229-234, 2003.

TRUMAN, J.E.; PIRT, K.R. Properties of a duplex stainless steel and effects of thermal history. In: Conference Duplex Stainless Steels'82, St. Louis-USA, 1982. Proceedings. Ohio, American Society of Metals, p. 113-141, 1983.

TSENG; CHUAN-MING; LIOU; HORN-YIH; TSAI; WEN-TA. The influence of nitrogen content on corrosion fatigue crack growth behavior of duplex stainless steel. Materials Science and Engineering A, v.344, p.190-200, 2003.

VARELA, A. C. G. Estudo da fragilização do aço inoxidável duplex – UNS S31803 – em temperaturas variando de 425 a 525°C, através de medidas da velocidade sônica. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal da Paraíba. 82 p. 2007.

VITEK, J.M.; DAVID, S.A.; ALEXANDER, D.J.; KEISER, J.R.; NANSTAD R.K. Low temperature aging behavior of type 308 stainless steel weld metal Acta Metallurgica et Materialia, v.39, p.503-516, 1991.

## **ANEXO A**

### **A.1. Velocidade Sônica de Ondas Longitudinais para Amostras de Aço AISI**

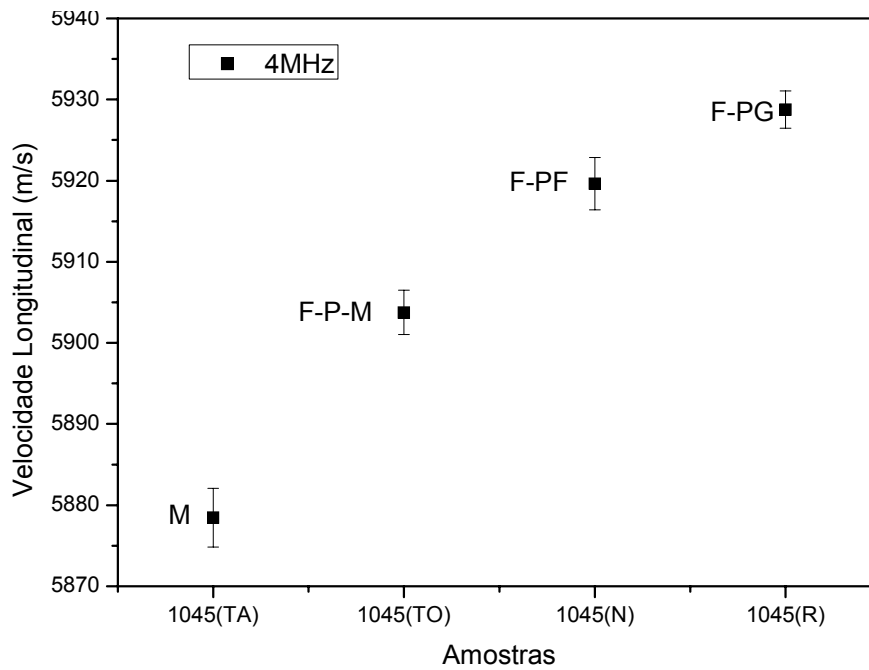


Figura A.1. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Frequências de 4MHz e intervalo de confiança de 95%.

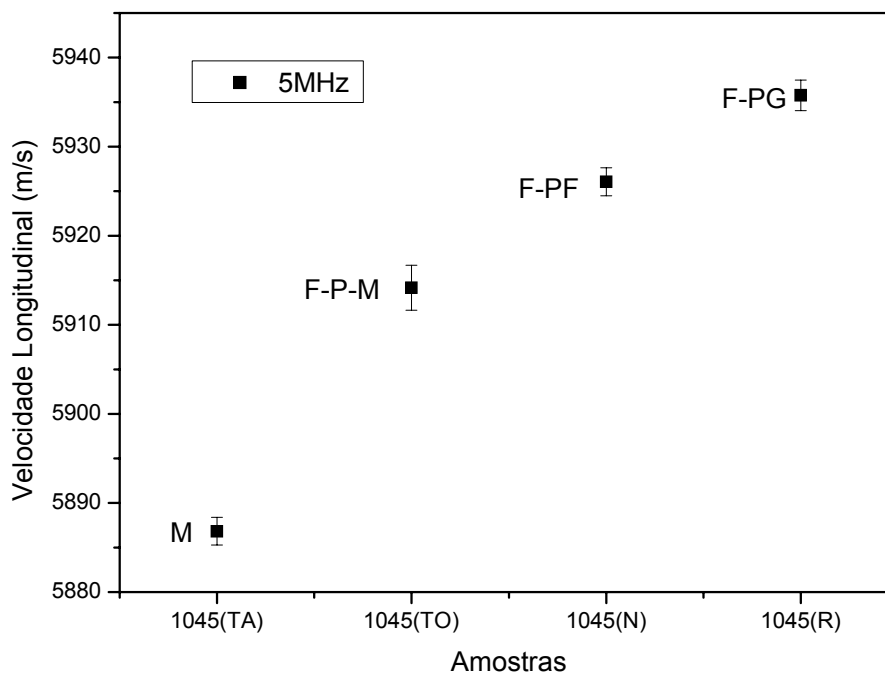


Figura A.2. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Frequências de 5MHz e intervalo de confiança de 95%.

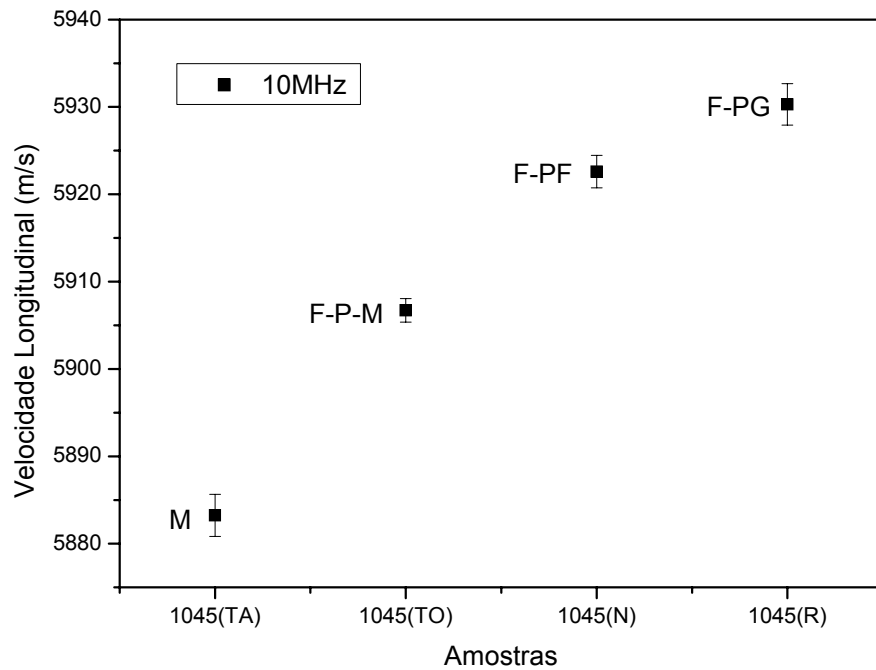


Figura A.3. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras de aço AISI 1045(TA, TO, N e R). Freqüências de 10MHz e intervalo de confiança de 95%.

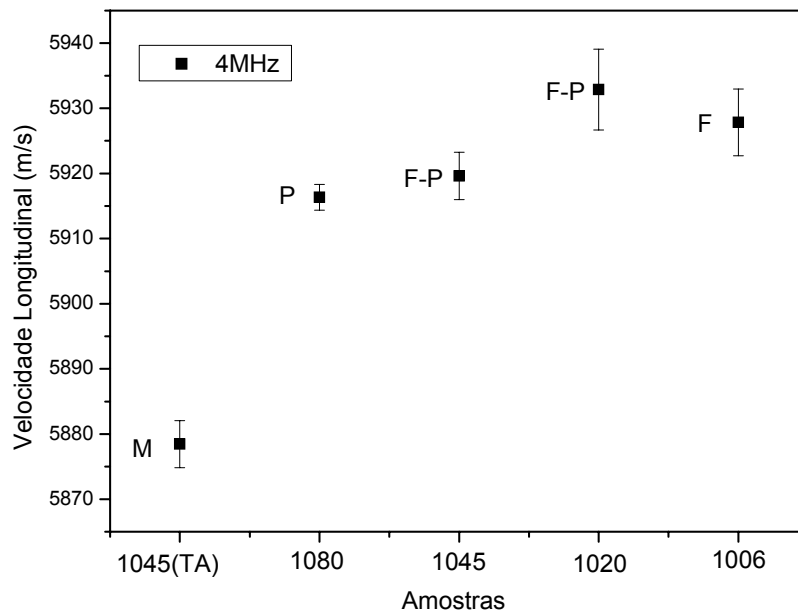


Figura A.4. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Freqüências de 4MHz e intervalo de confiança de 95%.

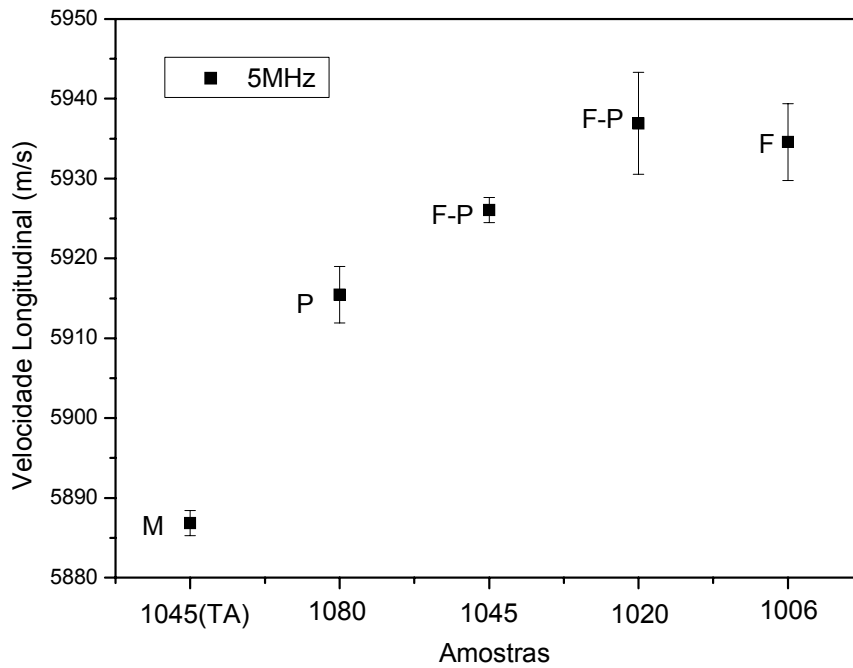


Figura A.5. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Frequências de 5MHz e intervalo de confiança de 95%.

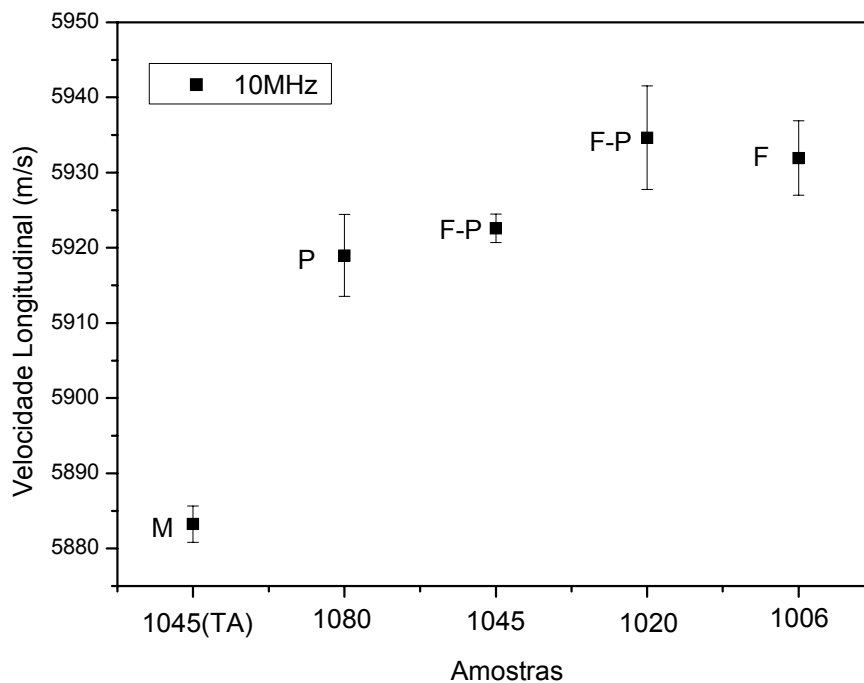


Figura A.6. Velocidade média de onda longitudinal para as amostras: 1045(TA), 1080, 1045, 1020 e 1006. Frequências de 10MHz e intervalo de confiança de 95%.