

José Hernando Bezerra Barreto

# ENSAIO ELETROMAGNÉTICO PARA ACOMPANHAMENTO DA FRAGILIZAÇÃO A 475°C EM AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

João Pessoa - PB Dezembro de 2016



José Hernando Bezerra Barreto

# ENSAIO ELETROMAGNÉTICO PARA ACOMPANHAMENTO DA FRAGILIZAÇÃO A 475°C EM AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba, como requisito necessário à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Elétrica.

Área de Concentração: Telecomunicações

Edgard de Macedo Silva, Dr. Orientador

João Pessoa – PB, dezembro de 2016 ©José Hernando Bezerra Barreto – hernandobarreto74@gmail.com Dados Internacionais de Catalogação na Publicação – CIP Biblioteca Nilo Peçanha – IFPB, *campus* João Pessoa

B273e	Barreto, José Hernando Bezerra. Ensaio eletromagnético para acompanhamento da fragilização a 475°C em aços inoxidáveis duplex / José Hernando Bezerra Barreto. – 2016. 79 f.: il.
	Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba – IFPB / Coordenação de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica, 2016.
	Orientador: Edgard de Macedo Silva.
	1. Telecomunicações. 2. Campo magnético. 3. Aço inoxidável. I. Título.
	CDU 621.39

#### José Hernando Bezerra Barreto

## ACOMPANHAMENTO DA FRAGILIZAÇÃO A 475°C EM AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba, como requisito necessário à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Elétrica.

Dissertação de Mestrado defendida e aprovada em <u>\6 / L2 / 20 L6</u>

BANCA EXAMINADORA

Edgard de Macedo Silva, Dr. – IFPB Orientador

Alfrêdo Gomes Neto, Dr. – IFPB **Examinador** 1

osta Silva, Dr. - IFPB **Examinador 2** 

Josinaldo Pereira Leite, Dr. - UFPB **Examinador 3** 

João Pessoa – PB Dezembro de 2016

## DEDICATÓRIA

Dedico esta conquista aos meus pais Armando e Hilma, que nunca mediram esforços para me proporcionar a melhor educação e que sempre acreditaram e apoiaram meus sonhos, por mais difíceis que parecessem. Aos meus queridos e amados filhos Lucas Fernando, Hernando Júnior e Maria Clara, que são a minha maior inspiração.

#### AGRADECIMENTOS

- ✓ A Deus que sempre iluminou minha caminhada e me guiou no rumo certo, colocando pessoas especiais e desafios grandiosos em minha vida.
- ✓ A minha namorada Nara Regina pelo apoio, carinho e compreensão que sempre me dedicou.
- ✓ Aos meus irmãos Hildernando e Armando Filho pela amizade e por sempre me apoiarem nos momentos mais difíceis.
- ✓ Ao professor e orientador Dr. Edgard de Macedo Silva pela orientação, disposição e competência em transmitir o seu conhecimento que possibilitou a concretização deste trabalho.
- ✓ Aos professores e examinadores da qualificação e defesa de dissertação, Dr. Alfrêdo Gomes Neto e Dr. Jefferson Costa Silva, pelo estímulo e contribuição com valiosas sugestões.
- Ao professor Dr. Josinaldo Pereira Leite por ter aceitado fazer parte da banca de defesa deste trabalho como examinador externo e pelas orientações prestadas durante a qualificação deste trabalho.
- ✓ Aos professores Drs. João Pereira Leite e Walter Macedo Lins Fialho pelo apoio e disponibilidade.
- ✓ Ao professor Dr. Joabson Nogueira de Carvalho pela presteza nos momentos em que precisei durante a realização deste trabalho.
- ✓ A todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica pelos ensinamentos e pela compreensão durante o cumprimento das disciplinas.
- ✓ À colega e amiga Ana Lúcia pela amizade e ajuda com as medições.
- A todos os colegas do Grupo de Simulação e Comportamento de Materiais (GSCMat) pelo apoio e troca de conhecimento.
- ✓ Aos amigos e colegas de Mestrado Antônio Ventura, Francildo Oliveira, Emanuel Diego, Jorge Henrique e Jones Clécio pela amizade e companheirismo que me dedicaram.
- ✓ Aos demais colegas do Mestrado em Engenharia Elétrica.
- ✓ A todas as pessoas que direta ou indiretamente contribuíram para a realização desta importante conquista.

"Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível."

Charles Chaplin

#### RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex (AID), em razão de suas excelentes propriedades relativas à resistência mecânica e à corrosão, encontram importante aplicação no setor industrial, principalmente em ambientes severamente agressivos. Porém, quando são submetidos a temperaturas superiores a 300°C, esses aços têm sua resistência à corrosão e tenacidade comprometidas devido à formação de fases fragilizantes em sua microestrutura. Dentre essas fases, destaca-se a  $\alpha$ ' que se forma na faixa de temperatura compreendida entre 300 e 550°C e que é responsável pela conhecida "fragilização a 475°C", por apresentar maior cinética de precipitação nesta temperatura. Essa fase se caracteriza por ter tamanho nanométrico e composição química rica em cromo. A precipitação de  $\alpha$ ' já foi acompanhada por técnicas não destrutivas baseadas em propriedades magnéticas do AID, como a susceptibilidade magnética e a permeabilidade magnética. Contudo, neste trabalho buscou-se desenvolver uma técnica de ensaio não destrutivo (END), baseada na interação entre densidades de linhas de campo magnético e material, que seja capaz de acompanhar a fragilização a 475°C em um AID. O material escolhido para a realização dos testes foi o AID UNS-S31803 envelhecido nas temperaturas de 390, 425 e 475°C com tempos de envelhecimento de até 100 horas. As medidas de campo magnético induzido, utilizadas para o acompanhamento da formação da fase  $\alpha$ ', foram capturadas por um sensor de efeito Hall a partir da aplicação de um campo magnético externo considerado ideal. Os resultados mostraram que o parâmetro magnético estudado foi sensível às mudanças ocorridas na microestrutura das amostras envelhecidas, podendo a presente técnica ser utilizada para o acompanhamento da fragilização em aços inoxidáveis duplex.

Palavras-Chave: Fragilização a 475°C, campo magnético induzido, aço inoxidável duplex (AID), ensaios não destrutivos (END).

#### ABSTRACT

Duplex stainless steels (DSS) find important application in the industrial sector, especially in severely aggressive environments due to their excellent mechanical strength and corrosion properties. However, when subjected to temperatures above 300°C, these steels have their resistance to corrosion and toughness compromised by the formation of embrittlement phases in their microstructure. Among these phases the  $\alpha$ ' one, which forms in the temperature range between 300 and 550°C and is responsible for the known "embrittlement at 475°C", due to the higher precipitation kinetics at this temperature. This phase is characterized by having nanometric size and chemical composition rich in chromium. The precipitation of  $\alpha$ ' has already been accompanied by non-destructive techniques based on magnetic properties of DSS, such as magnetic susceptibility and magnetic permeability. However, the aim of this work was to develop a non-destructive test (NDT), based on the interaction between an external magnetic field and material, which is able to follow the embrittlement at 475°C in an DSS. The material chosen for the tests was the DSS UNS-S31803 aged at temperatures of 390, 425 and 475°C with aging times of up to 100 hours. The induced magnetic field measurements, used to follow the formation of the  $\alpha$ ' phase, were captured by a Hall effect sensor. The results showed that the magnetic parameter studied was sensitive to the changes occurred in the microstructure of the aged samples, and the present technique can be used to follow the embrittlement in duplex stainless steels.

Keywords: embrittlement at 475°C, induced magnetic field, duplex stainless steel (DSS), nondestructive testing (NDT).

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Desenho esquemático de domínios magnéticos	19
Figura 2 - Estrutura de parede de domínio de 180°.	20
Figura 3 - (a) Ausência de campo magnético; (b) Presença de um fraco camp	o magnético; (c)
Presença de um forte campo magnético.	21
Figura 4 - Curva de magnetização característica de um material ferromagnéti	co22
Figura 5 - Relação dos domínios magnéticos com o processo de magnetizaçã	o23
Figura 6 - Processos de magnetização.	24
Figura 7 - (a) Experimento original; (b) Pulsos de tensão elétrica; (c) Process	o de indução
descontínuo	25
Figura 8 - RMB e curva de histerese associada. Medição realizada num aço S	SAE 414026
Figura 9 - (a) Campo magnético primário; (b) Correntes parasitas; (c) Campo	magnético
secundário	27
Figura 10 - Impedância versus as condições de tratamento térmico	
Figura 11 - Gráfico de susceptibilidade magnética em relação ao tempo de en	velhecimento.30
Figura 12 - Variação das medidas de permeabilidade magnética e dureza em	um AID, na
temperatura de 475°C	
Figura 13 - Variação da permeabilidade magnética com a fração volumétrica	de fase $\sigma$ para o
AID UNS-S31803 envelhecido a 900°C	
Figura 14 - Microestrutura típica de um AID.	
Figura 15 - Diagrama TTP específico do AID SAF 2205.	35
Figura 16 – Partículas dos precipitados de α' em um AID	
Figura 17 - Dureza Brinnell (HB) e tenacidade ao impacto em função do tem	po de
envelhecimento a 475°C para o AID UNS-S31803	
Figura 18 - Tenacidade ao impacto em função do tempo de envelhecimento p	oara o AID UNS-
S31803	
Figura 19 - Difratogramas das amostras de AID envelhecidas por 100 horas,	nas temperaturas
de (a) 390, (b) 425 e (c) 475°C	
Figura 20 - Difratogramas sobrepostos das amostras de AID no pico (200) da	n fase α para
diferentes tempos de envelhecimento, nas temperaturas de (a) 390,	(b) 425 e (c)
475°C	41
Figura 21 - Variação da largura a meia altura (LMA) do pico (200) da fase $\alpha$	com o tempo de
envelhecimento, nas temperaturas de (a) 390, (b) 425 e (c) 475°C.	

Figura 22 - Equipamento experimental de teste: (1) Computador; (2) Bateria; (3) Placa de
aquisição de dados; (4) Fonte de alimentação; (5) Bancada; (6) Sensor Hall; (7)
Amostra; (8) Solenoide
Figura 23 - Esquema de posicionamento do solenoide, sensor Hall e amostra para estudo do
efeito da geometria do material46
Figura 24 - Curvas de magnetização das amostras circulares de 2, 4, 6 e 8 mm de espessura.
Figura 25 - Ampliação da região central das curvas de magnetização das amostras circulares.
Figura 26 - Curvas de magnetização das amostras quadradas de 2, 4, 6 e 8 mm de espessura.
Figura 27 - Ampliação de uma região central das curvas de magnetização das amostras
quadradas53
Figura 28 – Gráfico de campo magnético induzido contra espessura das amostras quadradas.
Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de
Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C56
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>
<ul> <li>Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C</li></ul>

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição do AII	UNS-S31803 como recebido, em	% de peso45
------------------------------	------------------------------	-------------

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AIA	Aços Inoxidáveis Austeníticos
AID	Aços Inoxidáveis Duplex
AIF	Aços Inoxidáveis Ferríticos
Al	Alumínio
В	Campo magnético induzido / Indução magnética
Bs	Indução magnética de saturação
С	Carbono
CA	Corrente alternada
CCC	Estrutura Cúbica de Corpo Centrada
Ce	Cério
CFC	Estrutura Cúbica de Face Centrada
Co	Cobalto
Cr	Cromo
Cu	Cobre
DRX	Difração de Raios X
END	Ensaios Não Destrutivos
Fe	Ferro
GSCMat	Grupo de Simulação de Comportamento de Materiais
Н	Campo magnético externo
HB	Dureza Brinnell
HRC	Dureza Rockwell C
IFPB	Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba
IMOA	International Molybdenium Association
J	Joule
LMA	Largura a Meia Altura
М	Magnetização
Mn	Manganês

Mo	Molibdênio
$M_s$	Magnetização de saturação
Ν	Nitrogênio
Nb	Nióbio
NBR	Norma Brasileira
Ni	Níquel
Р	Fósforo
RMB	Ruído Magnético de Barkhausen
S	Enxofre
SAE	Society of Automotive Engineers
SAF	Sandvik Austenite Ferrite
Si	Silício
Sn	Estanho
TTP	Tempo, Temperatura e Precipitação
UNS	Unified Numbering System
α	Fase alfa (ferrita rica em ferro)
α'	Fase alfa linha (ferrita rica em cromo)
γ	Fase gama (austenita)
γ2	Fase gama dois (austenita secundária)
δ	Espessura da parede de domínio
μ	Permeabilidade magnética
σ	Fase sigma
χ	Fase chi
χm	Susceptibilidade magnética
ф	Ângulo de rotação dos domínios magnéticos
°C	Graus Celsius

1	INTRODUÇÃO	. 16
	1.1 OBJETIVOS	. 18
	1.1.1 Objetivo geral	. 18
	1.1.2 Objetivos específicos	. 18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	. 19
	2.1 FERROMAGNETISMO E PROCESSO DE MAGNETIZAÇÃO	. 19
	2.2 ENSAIOS ELETROMAGNÉTICOS PARA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS	. 24
	2.2.1 O ruído magnético de Barkhausen	. 24
	2.2.2 Correntes parasitas	. 27
	2.2.3 Medidas de susceptibilidade magnética	. 29
	2.2.4 Medida da permeabilidade magnética na região de reversibilidade magnética	. 31
	2.3 O AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX	. 33
	2.4 TRANSFORMAÇÕES DE FASES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	. 35
	2.5 ALFA LINHA ( $\alpha$ ') E FRAGILIZAÇÃO A 475°C	. 36
3	MATERIAIS E MÉTODOS	. 44
	3.1 DESENVOLVIMENTO DA BANCADA DE TESTES	. 44
	3.2 MATERIAL	. 45
	3.3 ESTUDO DO EFEITO DA GEOMETRIA DO MATERIAL	. 46
	3.3.1 Estudo do efeito da espessura das amostras circulares	. 46
	3.3.2 Estudo do efeito da espessura das amostras quadradas	. 46
	3.4 TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO	. 47
	3.5 ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DE FASE	. 47
	3.5.1 Ensaio de impacto	. 47
	3.5.2 Determinação do campo externo ideal	. 47
	3.5.3 Aplicação do campo externo ideal	. 48
	3.5.4 Ensaio de dureza	. 48
	3.5.5 Correlação entre campo magnético induzido e dureza	. 49
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	. 50
	4.1 ESTUDO DO EFEITO DA GEOMETRIA DO MATERIAL	. 50
	4.1.1 Estudo do efeito da espessura das amostras circulares	. 50
	4.1.2 Estudo do efeito da espessura das amostras quadradas	. 52
	4.2 ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DE FASE	. 55
	4.2.1 Energia absorvida por impacto	. 55
	4.2.2 Determinação do campo magnético externo ideal	. 57

## SUMÁRIO

R	FFFRÊNCIAS BIBI IOGRÁFICAS	72
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	72
5	CONCLUSÕES	. 71
	4.2.5 Correlação entre campo magnético induzido e dureza	. 67
	4.2.4 Ensaio de dureza	. 65
	4.2.3 Aplicação do campo magnético externo ideal	. 61

### 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) são ligas que atualmente competem diretamente com os aços inoxidáveis ferríticos, austeníticos e martensíticos, devido a sua excelente combinação das propriedades relativas à resistência mecânica e à corrosão, além de boa ductilidade e tenacidade. Os AID são amplamente utilizados em sistemas de recirculação de usinas nucleares, assim como em outras aplicações industriais onde são submetidos a ambientes severamente agressivos como: indústrias de celulose, petróleo e gás.

A excelência dos AID em relação aos outros tipos de aço é atribuída a sua fina microestrutura bifásica, de onde resulta a sua denominação (DUPLEX), composta por ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ) presentes em proporções semelhantes (MUTHUPANDI et al., 2003). Entretanto, mesmo sendo considerado um material de excelente desempenho para aplicações em ambientes agressivos e em situações onde ocorre alta de troca de calor, os AID têm como desvantagem a tendência à fragilização quando expostos a elevadas temperaturas. Durante a sua permanência em temperaturas acima de 300°C, podem ocorrer a formação de fases fragilizantes como alfa linha ( $\alpha$ '), sigma ( $\sigma$ ) e chi ( $\chi$ ), bem como precipitados de nitretos de cromo e carbonetos. A precipitação desses compostos na microestrutura do material prejudica as suas propriedades mecânicas, sobretudo a tenacidade ao impacto e a resistência à corrosão (VARELA, 2007; PARDAL, 2009; FRANÇA NETO, 2011).

Na faixa de temperatura entre 300 e 550°C ocorre a precipitação da fase  $\alpha$ ', que, por ser rica em cromo, fragiliza o material e compromete a resistência à corrosão (SILVA et al., 2001; PARK e KWON, 2002). Este comportamento é conhecido como fragilização a 475°C, por ser a temperatura de maior cinética de formação desta fase. O acompanhamento da fase  $\alpha$ ' é importante, pois a sua formação é espontânea e acumulativa abaixo de 550°C, podendo comprometer estruturas em serviço. Esta fase se caracteriza por ser paramagnética e formada finamente dispersa dentro da fase ferrita. Deste modo, a sua formação além de reduzir o ferromagnetismo do material, também dificulta o movimento das paredes dos domínios magnéticos.

Os ensaios não destrutivos (END) baseados em fenômenos magnéticos são considerados uma técnica de análise preditiva e podem ser utilizados para avaliação de defeitos e caracterização do estado microestrutural de materiais ferromagnéticos, pois o seu comportamento magnético é consideravelmente sensível às mudanças microestruturais. Isso possibilita que qualquer alteração na microestrutura do material, seja devido a tratamentos

térmicos, à influência mecânica ou composição química, possa ser analisada através do monitoramento de suas propriedades magnéticas, sem causar qualquer tipo de dano estrutural ou superficial ao material inspecionado (PRAXEDES, 2012).

Várias técnicas de END fundamentadas em fenômenos eletromagnéticos vêm sendo utilizadas para o acompanhamento da formação de fases fragilizantes na microestrutura de materiais ferromagnéticos. Dentre as quais, destacam-se as baseadas no ruído magnético de Barkhausen (RMB), em correntes parasitas, susceptibilidade magnética e permeabilidade magnética, sendo as duas últimas empregadas para estudo da fragilização a 475°C dos aços inoxidáveis duplex.

Lo e Lai (2010), ao estudarem a mudança da susceptibilidade magnética em corrente alternada (CA) do aço inoxidável duplex durante a decomposição da ferrita, concluíram que a susceptibilidade magnética do aço diminui gradualmente com o progresso da decomposição. A diminuição desse parâmetro magnético foi atribuída a dois fatores: (1) a decomposição da ferrita original (ferromagnética) em ferrita rica em ferro (ferromagnética) e em ferrita rica em cromo (paramagnética) conduz a uma diminuição do ferromagnetismo global do aço inoxidável duplex, e (2) a precipitação da ferrita rica em Cr dificulta a movimentação das paredes de domínios magnéticos. Portanto, por ser sensível às mudanças microestruturais, a susceptibilidade magnética pode ser utilizada como parâmetro em técnica de ensaio não destrutivo para acompanhar a formação de fases fragilizantes em aços inoxidáveis duplex.

A técnica de ensaio baseada na permeabilidade magnética segue o mesmo princípio da susceptibilidade magnética, ou seja, de que a presença de precipitados na fase ferrítica dificulta a movimentação e rotação dos domínios magnéticos, mudando dessa forma as característica magnéticas do aço (LO e LAI, 2010). Neste sentido, a precipitação da fase  $\alpha$ ' na matriz ferrítica exige que seja aplicado um campo externo maior para deslocar as paredes dos domínios magnéticos, causando dessa forma uma redução da permeabilidade magnética. Logo, o estudo da formação de fases fragilizantes em materiais ferromagnéticos pode ser realizado através da medição da permeabilidade magnética desses materiais (PARDAL, 2009; NORMANDO et al., 2010; SILVA et al., 2016).

Neste contexto, o presente trabalho se propõe a estudar a fragilização a 475°C, baseado na interação entre densidade de linhas de campo magnético e material, na região de reversibilidade dos domínios magnéticos. Para a realização deste estudo, foi escolhido como material o aço inoxidável duplex UNS-S31803 tratado termicamente nas temperaturas de

390, 425 e 475°C. Para temperaturas abaixo de 550°C ocorre a formação de uma única fase fragilizante em sua microestrutura, significando que qualquer variação observada no sinal do campo magnético resultante dessa interação, que se medirá através de um sensor de efeito Hall, será devido à precipitação desta fase.

#### **1.1 OBJETIVOS**

Abaixo estão relacionados os principais objetivos que orientam este trabalho:

#### 1.1.1 Objetivo geral

Desenvolver uma técnica de ensaio não destrutivo, baseada na interação entre densidade de linhas de campo magnético e material, que seja capaz de acompanhar a fragilização a 475°C em um aço inoxidável duplex.

#### 1.1.2 Objetivos específicos

- i. Estudar o efeito da geometria da amostra na interação entre densidade de linhas de campo e material.
- ii. Determinar o campo ideal a ser aplicado para acompanhamento da fragilização devido à fase  $\alpha$ '.
- iii. Acompanhar a formação da fase fragilizante  $\alpha$ ' em um aço inoxidável duplex.
- iv. Documentar os resultados em publicações de artigos.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 FERROMAGNETISMO E PROCESSO DE MAGNETIZAÇÃO

Os materiais ferromagnéticos possuem, mesmo na ausência de um campo magnético externo, momentos magnéticos permanentes. Estes resultam principalmente dos momentos magnéticos atômicos devidos aos spins dos elétrons desemparelhados, sendo pequena a contribuição dos momentos magnéticos orbitais. Nestes materiais existe uma interação entre os momentos magnéticos resultantes dos spins globais de átomos adjacentes, que faz com que os momentos se alinhem uns com os outros, mesmo sem a influência de um campo magnético externo. Este alinhamento mútuo de spins persiste ao longo de regiões relativamente grandes do cristal, chamadas domínios magnéticos (FARIAS, 2005; PRAXEDES, 2012).

Os domínios magnéticos são estruturas microscópicas que agrupam um conjunto de momentos magnéticos os quais estão orientados segundo uma mesma direção de magnetização espontânea ou de fácil magnetização (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013).

Geralmente, para uma amostra policristalina cada grão pode consistir em mais de um único domínio. Assim, em um material com dimensões macroscópicas, existirá um grande número de domínios, e todos poderão ter diferentes orientações de magnetização (CALLISTER, 2009).

Os domínios magnéticos são separados por zonas de transição denominadas paredes de domínios que, segundo Cullity (2009), são interfaces entre regiões na qual a magnetização espontânea tem direções diferentes.

Na Figura 1 é mostrada a distribuição dos domínios magnéticos em um material ferromagnético, onde as setas representam os momentos magnéticos.



Figura 1 - Desenho esquemático de domínios magnéticos.

Fonte: Grijalba, 2010.

As paredes dos domínios podem ser classificadas como paredes de 180°, quando os momentos magnéticos em cada lado da parede apresentam direções de magnetização opostas, e paredes de 90°, quando a defasagem entre os domínios adjacentes for de 90° (CULLITY, 2009). A Figura 2 mostra a estrutura de uma parede de domínio de 180°.



Figura 2 - Estrutura de parede de domínio de 180°.

Fonte: Adaptado de Cullity, 2009.

Em um material ferromagnético desmagnetizado, sem a influência de campos magnéticos externos, os domínios magnéticos se encontram distribuídos de maneira aleatória e a magnetização resultante do material é praticamente nula (JILES, 1994), como pode ser visto na Figura 3 (a). Conforme mostra a Figura 3 (b), quando os domínios magnéticos são colocados sob a influência de um campo magnético externo, os momentos magnéticos no interior dos domínios sofrem uma rotação contínua alinhando-se em uma direção próxima à direção do campo magnético aplicado. Os domínios que estão melhor alinhados com a direção do campo externo tendem a se expandir em todas suas direções, deslocando suas paredes e eliminando os domínios adjacentes (GRIJALBA, 2010), como ilustra a Figura 3 (c).

Figura 3 - (a) Ausência de campo magnético; (b) Presença de um fraco campo magnético; (c) Presença de um forte campo magnético.



O comportamento de um material ferromagnético sob a influência de um campo magnético externo pode ser representado pela curva de magnetização característica, que se obtém plotando os valores da indução magnética (B) em função da intensidade de campo magnético aplicado (H). A Figura 4 mostra a curva de magnetização característica de um material ferromagnético, a qual descreve o processo de magnetização desde uma indução magnética zero até a saturação (B<sub>s</sub>), que está associada a uma magnetização de saturação (M<sub>s</sub>).

Durante o processo de magnetização de um material ferromagnético, a relação entre a indução magnética e o campo magnético externo aplicado é não linear, como se observa na Figura 4. As paredes de domínios se deslocam como consequência do crescimento dos domínios orientados de forma favorável ao campo externo aplicado. Dessa maneira, estes domínios crescem enquanto os outros, com direções de magnetização não favoráveis, são aniquilados. Posteriormente, os domínios giram para se alinhar com a direção do campo externo e quando chegam à parte final da curva os poucos domínios restantes são destruídos e o material se converte em único domínio, que gira até alcançar um alinhamento total com a direção do campo magnético aplicado (MORGAN, 2013).

Figura 4 - Curva de magnetização característica de um material ferromagnético.



Fonte: Adaptado de Callister, 2009.

Em seus estudos Jiles (1994) relacionou o processo de magnetização com a movimentação dos domínios magnéticos e dividiu a curva de magnetização em quatro regiões, conforme é mostrado na Figura 5. Nela observa-se, na região I, na ausência de campo magnético, uma configuração dos domínios do material desmagnetizado, no qual os momentos magnéticos encontram-se distribuídos de forma aleatória. Nesta região a magnetização do material é reversível com a retirada do campo magnético externo e o aumento no valor do campo aplicado ocasiona o deslocamento das paredes dos domínios a partir de suas posições iniciais.

Na região II, os domínios alinhados na direção do campo magnético são favorecidos energeticamente e começam a crescer, enquanto que os domínios alinhados na direção contrária ao campo se contraem, diminuindo de tamanho e alguns desaparecendo. Isso provoca o deslocamento das paredes dos domínios de forma irreversível e causa no material um magnetismo residual.

Na região III, no "joelho" da curva, acontece uma rotação de domínios. Ou seja, nesta região os momentos magnéticos dos domínios alinhados desfavoravelmente vencem a energia de anisotropia e rotacionam de forma repentina e de maneira irreversível, desde sua

direção original de magnetização até o eixo de fácil magnetização, que esteja próximo à direção do campo magnético aplicado.

Na região IV, aplicando-se um campo magnético próximo da saturação, acontece uma rotação em direção ao campo aplicado. Nesta região, todos os momentos magnéticos alinham-se na direção do campo externo que está sendo aplicado.



Figura 5 - Relação dos domínios magnéticos com o processo de magnetização.

Fonte: Adaptado de Callister, 2009.

A magnetização é um resultado da movimentação de paredes de domínio e da rotação de domínios. A movimentação de paredes de domínios é o principal processo até o que se denomina "joelho" da curva de magnetização. A partir daí até a saturação, a rotação de domínios predomina (CULLITY, 2009). Na Figura 6 são mostrados os processos de magnetização.

Figura 6 - Processos de magnetização.



Fonte: Cullity, 2009.

#### 2.2 ENSAIOS ELETROMAGNÉTICOS PARA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS

As propriedades eletromagnéticas são utilizadas com frequência como medidas em ensaios não destrutivos para verificar o comportamento ou examinar falhas de materiais (ZHANG et al., 2009). No que se refere aos materiais ferromagnéticos, entre eles os aços inoxidáveis, a descoberta de novas técnicas não destrutivas ou o aprimoramento de técnicas já existentes, podem ser usadas na caracterização de microestruturas e detecção de fases fragilizantes nesses materiais (PARDAL, 2009). Dentre estas técnicas, destacam-se o ruído magnético de Barkhausen, corrente parasitas, medidas de susceptibilidade magnética e de permeabilidade magnética.

#### 2.2.1 O ruído magnético de Barkhausen

Em 1919, o físico alemão Heinrich Barkhausen descobriu, experimentalmente, que, durante a magnetização de uma barra de ferro através da aproximação de um imã permanente, pulsos de tensão elétrica de curta duração eram induzidos em uma bobina enrolada em volta da barra, como mostram as Figuras 7 (a) e (b). Tais pulsos foram percebidos devido ao ruído no alto-falante ligado aos terminais da bobina. Esse efeito magnético, caracterizado por mudanças descontínuas na indução magnética no interior de um material ferromagnético que foi submetido a um campo magnético variável, conforme

se ilustra na Figura 7 (c), ficou conhecido como ruído magnético de Barkhausen (GRIJALBA, 2010; PRAXEDES, 2012; MORGAN, 2013).



Figura 7 - (a) Experimento original; (b) Pulsos de tensão elétrica; (c) Processo de indução descontínuo.

Fonte: Adaptado de Cullity, 2009.

Durante a magnetização de um material ferromagnético as paredes de domínios magnéticos encontram obstáculos enquanto se deslocam, sendo necessário inserir energia, através do aumento do campo magnético aplicado, para que esses obstáculos, conhecidos como pontos de ancoragem, sejam ultrapassados (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013). Quando o campo magnético aplicado for suficiente para que os pontos de ancoragem sejam ultrapassados pelas paredes de domínios, estas retomam rapidamente o seu movimento até ficarem ancoradas no próximo obstáculo. Então, o movimento de uma parede de domínio não é suave como em um cristal perfeito, e sim aos saltos, pois elas ficam aprisionadas por um instante e depois se movem em solavancos (FARIAS, 2005; GRIJALBA, 2010; PRAXEDES, 2012). O deslocamento em forma de saltos das paredes de domínio de obstáculo, provoca mudanças descontínuas na indução magnética do material,

ocasionando o ruído magnético de Barkhausen (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013). Esse movimento descontínuo das paredes de domínio é irreversível, já que ao se retirar a magnetização os domínios magnéticos não conseguem retornar a sua configuração original (FARIAS, 2005; PRAXEDES, 2012; MORGAN, 2013).

Grande parte do ruído magnético de Barkhausen (RMB) é produzido pelo movimento irreversível das paredes de domínio de 180°, e ocorrem na região de maior inclinação da curva de magnetização (PRAXEDES, 2012). No avanço do processo de magnetização, outros fatores começam a contribuir, incluindo o movimento das paredes de 90°, a aniquilação de paredes e a rotação de domínios. Assim que o processo se aproxima da saturação magnética, o movimento de paredes desaparece (GRIJABA, 2010; FARIAS, 2005). A Figura 8 mostra a evolução do RMB durante um ciclo de histerese, onde nota-se que o máximo RMB ocorre próximo ao campo coercitivo, exatamente quando a indução magnética no material é igual a zero.



Figura 8 - RMB e curva de histerese associada. Medição realizada num aço SAE 4140.

Fonte: Grijalba, 2010.

Normando et al. (2010) utilizaram a técnica do RMB em conjunto com outras técnicas como correntes parasitas e ultrasson para a detecção de fases fragilizantes em aços inoxidáveis duplex.

Para Cavalcante (2013), o RMB pode ser utilizado para analisar variações na dureza, alteração microestrutural, controle de qualidade em tratamentos de superfícies, em processos de usinagem e conformação mecânica, textura e anisotropia e vida residual de fadiga.

#### 2.2.2 Correntes parasitas

A técnica de ensaio por correntes parasitas tem como princípio básico a indução magnética. De acordo com esse princípio, a aplicação de um campo magnético (H) sobre um material ferromagnético provoca a sua magnetização e linhas de campo magnético atravessam este material, gerando a chamada indução magnética (B), que matematicamente é definida como a quantidade de linhas de campo por unidade de área que atravessam o material (CULLITY, 2009). Esta técnica é bastante útil na detecção de descontinuidades, na verificação de espessura de camadas, condutibilidade elétrica e permeabilidade magnética (PEREIRA, 2007).

Essa técnica de ensaio não destrutivo é caracterizada pela excitação de uma bobina através de uma corrente alternada (CA) capaz de produzir um campo magnético em volta das espiras dessa bobina, chamado de campo primário, representado na Figura 9 (a), que a ser colocado em contato com a superfície do material que se pretende analisar, induz nesta superfície um fluxo de correntes, de baixa intensidade, denominadas parasitas, também conhecidas como correntes de Foucault, como ilustra a Figura 9 (b). Por conseguinte, essas correntes induzem no material um segundo campo magnético, de baixa intensidade e oposto ao campo primário, chamado de campo secundário, conforme mostra a Figura 9 (c) (FORMIGONI, 2012).



Figura 9 - (a) Campo magnético primário; (b) Correntes parasitas; (c) Campo magnético secundário.

Fonte: Olympus (2016).

Durante o tempo que a superfície do material inspecionado estiver homogênea e sem a presença de descontinuidades ou imperfeições, os campos magnéticos primário e secundário estarão em equilíbrio, representando um campo magnético resultante balanceado ou nulo. No entanto, a presença de descontinuidades ou imperfeições no material, seja uma trinca, uma porosidade, uma deformação ou uma mudança microestrutural, provoca alterações no fluxo de correntes parasitas, causando o desequilíbrio do campo magnético secundário em relação ao primário e, consequentemente, provocando alterações no campo magnético resultante (FORMIGONI, 2012). Essas alterações podem ser observadas por meio de sensores ou através da medição da impedância da bobina, que varia em função da alteração do campo magnético resultante (LEITE, 2014).

Normando et al. (2010), considerando este método sensível às mudanças na microestrutura e nas propriedades eletromagnéticas dos materiais, utilizaram esta técnica para acompanhamento da formação da fase  $\sigma$  em um aço inoxidável duplex UNS-S31803 envelhecido termicamente nas temperaturas de 800 e 900°C, tendo verificado que com o aumento do tempo de envelhecimento, a impedância da bobina tende a cair devido à variação do campo magnético resultante. A Figura 10 mostra o comportamento da variação da impedância com o tempo de envelhecimento do aço UNS-S31803 nas temperaturas de 800 e 900°C.



Figura 10 - Impedância versus as condições de tratamento térmico.

Fonte: Normando et al., 2010.

Da análise da Figura 10 observa-se que a redução discreta dos valores de impedância da bobina verificadas nos 15 minutos iniciais não foi associada à precipitação da fase  $\sigma$ , podendo ser relacionada à formação de fase  $\gamma_2$  (austenita secundária). Também é possível observar na Figura 10 uma diminuição considerável na impedância após 15 minutos de tratamento, em ambas as amostras tratadas a 800 e 900°C, certamente devido à precipitação de fase  $\sigma$ .

#### 2.2.3 Medidas de susceptibilidade magnética

A susceptibilidade magnética ( $\chi_m$ ) representa a capacidade de um material permanecer magnetizado sob a ação de um campo magnético externo. Matematicamente,  $\chi_m$  é definida como sendo o quociente entre a magnetização (M) e a intensidade de campo magnético aplicado (H) (CULLITY, 2009). A magnetização (M) é uma propriedade do material que depende dos momentos magnéticos individuais de íons, átomos e moléculas e de como eles interagem (PRAXEDES, 2012).

Segundo Lo e Lai (2010), a susceptibilidade magnética é sensível às alterações microestruturais ocorridas em materias ferromagnéticos, podendo ser utilizada como parâmetro de medida em técnica de ensaio não destrutivo para acompanhamento da precipitação de fases fragilizantes nesses materiais.

Lo e Lai (2010) utilizaram amostras de aço inoxidável duplex envelhecidos nas temperaturas de 350, 450, 475 e 550°C, com tempos de até 10.000 horas, para estudar o processo de decomposição da ferrita através de medidas da susceptibilidade magnética em corrente alternada (CA) desse aço. Através dos resultados obtidos os pesquisadores comprovaram que as medidas de susceptibilidade magnética foram sensíveis às mudanças microestruturais ocorridas durante a decomposição da ferrita, conforme é mostrado na Figura 11.

29

Figura 11 - Gráfico de susceptibilidade magnética em relação ao tempo de envelhecimento.



Fonte: Lo e Lai, 2010.

A Figura 11 mostra que as curvas de susceptibilidade magnética contra o tempo de envelhecimento, nas diferentes temperaturas, caem consideravelmente no início e depois se estabilizam, com exceção da curva de 350°C que quase não se altera, pois nesta temperatura a decomposição é praticamente inexistente (LO e LAI, 2010). Os valores de estado estacionário para as curvas de 450 e 550°C são mais elevados do que o da curva correspondente a 475°C. Isto é porque a decomposição da ferrita ocorre mais rapidamente na temperatura de 475°C (LO e LAI, 2010).

No estudo da susceptibilidade magnética, no intervalo de temperatura de 400 a 600°C, observou-se que a susceptibilidade magnética diminui devido à precipitação da fase  $\alpha$ ' (LO et al., 2007).

A redução dos valores de susceptibilidade magnética durante o processo de decomposição da ferrita pode ser explicada pelo aumento dos precipitados da fase  $\alpha$ ', rica em cromo e paramagnética, que tanto dificulta a movimentação das paredes de domínios magnéticos como também aumenta a fração volumétrica não magnética do material (LO et al., 2007; LO e LAI, 2010).

# 2.2.4 Medida da permeabilidade magnética na região de reversibilidade magnética

Cullity (2009) define, matematicamente, a permeabilidade magnética ( $\mu$ ) de um material como sendo a razão entre a indução magnética (B) e a intensidade de campo magnético aplicado (H). Landgraf (2001) afirma que  $\mu$  é a capacidade de um material amplificar um campo magnético externo. Segundo Callister (2009), através deste parâmetro é possível medir o quanto um material pode ser magnetizado, ou a facilidade com que um campo magnético pode ser induzido na presença de um campo magnético externo.

Para a região de reversibilidade dos domínios magnéticos, onde há linearidade da curva de magnetização, os valores de  $\mu$  são constantes e comumente se encontram tabelados. Entretanto, vários fatores podem alterar os valores da permeabilidade nesta região, tais como: composição química, mudanças microestruturais, tamanho e orientação dos grãos (LEITE, 2014).

A precipitação da fase  $\alpha'$  em materiais ferromagnéticos inibe a movimentação dos domínios magnéticos, quando um campo magnético externo é aplicado, reduzindo a permeabilidade magnética desses materiais (PARDAL, 2009). A redução da fração volumétrica de um material magnético e o aumento da fração volumétrica de um material não magnético, diminui a capacidade de magnetização dos materiais ferromagnéticos (TAVARES et al., 2000). Baseado nisto, vários estudos foram realizados objetivando acompanhar a formação de fases fragilizantes, como  $\sigma$  e  $\alpha'$ , em materiais ferromagnéticos através da observação da permeabilidade magnética desses materiais (PARDAL, 2009; NORMANDO et al., 2010; FRANÇA NETO, 2011; FIALHO, 2015; SILVA et al., 2016).

Silva et al. (2016) desenvolveram uma técnica não destrutiva baseada na determinação da permeabilidade magnética, utilizando sensores de efeito Hall, para estudar as variações microestruturais ocorridas devido à decomposição da fase ferrítica em um aço inoxidável duplex. Para tal estudo, foram utilizadas amostras do AID UNS-S31803 tratadas termicamente nas temperaturas de 425 e 475°C, para tempos de tratamento de até 200 horas, com a finalidade de monitorar a formação da fase  $\alpha$ ' na microestrutura desse material. Os resultados obtidos confirmaram que a permeabilidade magnética pode ser utilizada para controlar a formação da fase fragilizante  $\alpha$ ' num aço inoxidável duplex. A variação das medidas de permeabilidade magnética e dureza com o tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C, é ilustrada na Figura 12.

Figura 12 - Variação das medidas de permeabilidade magnética e dureza em um AID, na temperatura de 475°C.



Fonte: Adaptado de Silva et al., 2016.

Analisando-se a Figura 12, verifica-se que a dureza aumenta e a permeabilidade magnética diminui ao longo do tempo de envelhecimento. Isso ocorre devido ao avanço da precipitação da fase  $\alpha$ ' com o tempo de envelhecimento, a qual tem dimensões nanométricas e, por conseguinte, dificulta a mobilidade das discordâncias bem como o movimento das paredes de domínios magnéticos, causando o endurecimento mecânico e reduzindo a permeabilidade magnética do material (PARDAL, 2009; SILVA et al., 2016).

Fialho (2015) ao investigar a precipitação da fase  $\sigma$  em amostras de aço inoxidável duplex, do tipo UNS-S31803, envelhecidas nas temperaturas de 800 e 900°C, com tempos de envelhecimento de 15, 60 e 120 minutos, através de medidas de permeabilidade magnética, utilizando sensores de efeito Hall, verificou que a permeabilidade magnética caiu com o tempo de envelhecimento e com o avanço da precipitação da fase não magnética  $\sigma$ , reduzindo dessa forma a capacidade de magnetização do material, conforme é mostrado na Figura 13.

Figura 13 - Variação da permeabilidade magnética com a fração volumétrica de fase σ para o AID UNS-S31803 envelhecido a 900°C.



#### 2.3 O AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

Os aços inoxidáveis duplex (AID) são atualmente considerados materiais especiais em razão de suas excelentes características físicas, como elevada resistência mecânica e à corrosão. Esta combinação favorável de suas propriedades faz com que esses aços sejam considerados superiores em relação aos outros tipos de aços, como os austeníticos e ferríticos, e, por isso, são amplamente utilizados em setores de grande responsabilidade, como, por exemplo, em estruturas de componentes críticos de usinas nucleares, indústrias químicas e de fertilizantes, plantas de dessalinização, setores de óleo e gás, petroquímico, indústrias de papel e celulose, transporte e em outras aplicações em engenharia de um modo geral, quando são expostos a ambientes severamente agressivos (MATHEW et al., 1999; IACOVIELLO et al., 2005; TAVARES et al., 2005; ESCRIBA et al., 2009).

Os aços inoxidáveis duplex existem há mais de 80 anos e são ligas bifásicas, formadas a partir do sistema ternário Fe-Cr-Ni, cuja microestrutura se compõe de aproximadamente 50% de ilhas de austenita ( $\gamma$ ) de estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) e em uma matriz ferrítica ( $\alpha$ ) de estrutura cristalina cúbica de corpo centrada (CCC), responsável também por outra fração próxima de 50% (GUNN, 2003; PARDAL, 2009). A ferrita é uma fase ferromagnética, enquanto que a austenita é paramagnética (SILVA et al., 2001). Esses aços são obtidos por trabalho mecânico ou fundição, nos quais, as proporções mencionadas acima e desejadas na microestrutura, são obtidas pelos fabricantes através do controle simultâneo da composição química e da temperatura de solubilização do material (GUNN, 2003; IMOA, 2009).

A Figura 14 mostra a microestrutura típica de um aço inoxidável duplex, sendo a fase ferrítica a parte de tonalidade mais escura e a fase austenítica de tonalidade mais clara.



Figura 14 - Microestrutura típica de um AID.

Fonte: Nilsson, 1992.

A presença da fase ferrítica confere um aumento considerável do limite de resistência mecânica e da resistência à corrosão sob tensão nestes aços, quando comparados com os aços inoxidáveis austeníticos (PARDAL, 2009).

Segundo Baeslack e Lippold (1988), se a proporção de austenita aumenta, a resistência à corrosão sob tensão e a resistência mecânica diminuem. No entanto, se a proporção de ferrita aumenta, diminui a tenacidade à fratura do material.

Para fins de produção comercial atualmente, a composição da liga tende a um percentual um pouco maior para a austenita, por favorecer as características de trabalho mecânico e tenacidade do material (IMOA, 2009), onde isto é obtido por tratamento de solubilização, à temperatura menor que 1300°C, com resfriamento rápido (NOVIKOV, 1994).

A resistência mecânica dos AID é superior à dos aços inoxidáveis ferríticos (AIF) e auteníticos (AIA), isso se deve principalmente ao efeito de refino de grão obtido pela estrutura bifásica e ao endurecimento por solução sólida produzido particularmente pelo nitrogênio. Além disso, apresentam boa ductilidade e tenacidade em relação aos aços carbonos ou AIF, porém, estas propriedades são inferiores às dos AIA (PARDAL, 2009).

#### 2.4 TRANSFORMAÇÕES DE FASES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Os aços inoxidáveis duplex são susceptíveis a transformações de fases quando são submetidos a tratamentos térmicos, processo de soldagem, trabalho a quente e até mesmo quando colocados em serviço a elevadas temperaturas. Dentre as fases que podem aparecer, as fases fragilizantes são as que afetam as suas propriedades mecânicas e a resistência à corrosão. Estas fases, que se formam numa faixa de temperatura entre 300 e 1000°C, se precipitam em razão da alta concentração de elementos de ligas, como cromo e molibdênio, e também devido à presença de uma matriz ferrítica com taxa de difusão de aproximadamente 100 vezes mais rápida do que na austenita (TAVARES et al., 2000; MAGNABOSCO, 2001; GUNN, 2003; LIPPOLDI e KOTECKI, 2005).

Para apresentação das fases presentes nos AID é usual a utilização dos diagrama tempo-temperatura-precipitação (TTP). A Figura 15 mostra o diagrama TTP específico do aço SAF 2205, enfatizando as faixas de temperaturas para a precipitação de diversas fases fragilizantes. Dentre estas fases, destacam-se: sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ) e alfa linha ( $\alpha$ ') bem como também o nitreto de cromo (Cr<sub>2</sub>N).





Fonte: Sedriks, 1996.
A Figura 15 mostra duas regiões distintas de formações de fases: uma abaixo de 550°C que apresenta a precipitação apenas da fase  $\alpha$ ', e outra acima de 550°C onde temos a formação das fases  $\sigma$ ,  $\chi$  e Cr<sub>2</sub>N. A região de interesse do presente trabalho é a primeira região.

Em temperaturas compreendidas entre 300 e 550°C a matriz ferrítica pode se decompor em duas outras fases, uma fase  $\alpha$  rica em ferro e outra fase  $\alpha$ ' rica em cromo, com um parâmetro de rede similar ao parâmetro de rede da fase da matriz ferrítica. Neste processo, a fase fragilizante formada é a  $\alpha$ ', cuja etapa mais crítica se dá na temperatura de 475°C, onde ocorre uma cinética de precipitação mais acelerada, por essa razão recebe a denominação de "fragilização a 475°C" (SOLOMON e LEVINSON, 1978; GUNN, 2003).

# 2.5 ALFA LINHA ( $\alpha$ ') E FRAGILIZAÇÃO A 475°C

Diversos trabalhos realizados com o propósito de estudar o fenômeno da fragilização a 475°C, atestam que o principal mecanismo responsável pela formação da fase  $\alpha$ ' nos aços inoxidáveis duplex é a decomposição da ferrita (SILVA et al., 2001; WENG et al., 2004; HATTESTRAND et al., 2009; SILVA et al., 2009; ALBUQUERQUE et al., 2010; LO e LAI, 2010; SILVA et al., 2016). Este mecanismo consiste na decomposição espontânea da matriz de ferrita devido às flutuações de composição, formando regiões ricas e pobres em cromo, que origina a fase  $\alpha$ ' nas regiões ricas. Ao longo do tempo, esta fase coerente com a matriz perde a coerência (SILVA et al., 2001; HATTESTRAND et al., 2009; SILVA et al., 2009; ALBUQUERQUE et al., 2010; LO e LAI, 2010; SILVA et al., 2009; ALBUQUERQUE et al., 2010; LO e LAI, 2010; SILVA et al., 2016).

O aço inoxidável duplex quando exposto a temperaturas superiores a 300°C perde tenacidade e resistência à corrosão devido à fina precipitação de uma fase rica em Cr, a fase  $\alpha$ ' que produz regiões de Cr-empobrecido em nanoescala (SILVA et al., 2009).

A precipitação de partículas finamente dispersas da fase  $\alpha$ ' na matriz ferríta causa o aumento da resistência à tração e dureza, diminuindo a ductilidade, a tenacidade e a resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex (SOLOMON e DEVINE, 1983; PARK e KWON, 2002).

Os precipitados da fase  $\alpha$ ' são muito pequenos, em torno de 15 a 30 nm de diâmetro em uma liga de Fe contendo 27% de Cr envelhecida a 480°C por 10.000 a 34.000 horas (SOUZA, 2004). Estes precipitados, ricos em cromo e com dimensões nanométricas, restringem a mobilidade das discordâncias e produzem microcavidades muito próximas na matriz ferrítica. No entanto, a resistência à corrosão nesses locais diminui significativamente em razão da existência de locais, em volta desses precipitados, empobrecidos em cromo (PARK e KWON, 2002; SILVA et al., 2009). A Figura 16 mostra a imagem das partículas nanométricas dos precipitados de  $\alpha$ ' obtida por microscopia eletrônica de transmissão (PARDAL, 2009).



Figura 16 – Partículas dos precipitados de α' em um AID.

Fonte: Pardal, 2009.

O mecanismo da decomposição da ferrita foi estudado em aços inoxidáveis duplex envelhecidos nas temperaturas de 425 e 475°C para tempos de até 200 horas com base em medições de velocidade sônica utilizando um equipamento de ultrassom industrial (ALBUQUERQUE et al., 2010). Esta técnica mostrou-se promissora para detectar os precipitados da fase  $\alpha$ ', que tem dimensões nanométricas.

Na Figura 17, pode-se observar os efeitos da fragilização a 475°C, na dureza e tenacidade, que é a capacidade de absorção de energia de impacto, do aço UNS-S31803. Percebe-se que com apenas 100 horas de envelhecimento o material já apresenta um significativo aumento da dureza e redução de cerca de 50% da tenacidade decorrentes da formação da fase  $\alpha$ '.

Figura 17 - Dureza Brinnell (HB) e tenacidade ao impacto em função do tempo de envelhecimento a 475°C para o AID UNS-S31803.



Fonte: Tavares et al., 2000.

Ainda com relação à tenacidade, Tavares et al. (2005) realizaram ensaios de impacto Charpy em amostras de tamanho reduzido do AID UNS-S31803, tratadas termicamente nas temperaturas de 350, 400, 475 e 550°C, para diferentes tempos de envelhecimento, tendo observado que, além dos envelhecimentos a 475°C, os envelhecimentos a 400 e 550°C também provocam uma significativa perda da tenacidade nas primeiras 100 horas de tratamento, como mostra a Figura 18.

Figura 18 - Tenacidade ao impacto em função do tempo de envelhecimento para o AID UNS-S31803.



Fonte: Tavares et al., 2005.

França Neto (2011) utilizou a técnica de Difração de Raios X (DRX) em amostras do AID UNS-S31803 envelhecidas nas temperaturas de 390, 425 e 475°C, com tempos de envelhecimento de até 100 horas, para identificar as fases presentes durante o processo de decomposição da ferrita. Vale ressaltar que essas amostras são as mesmas utilizadas neste trabalho.

As Figuras 19 (a), (b) e (c) mostram os difratogramas das amostras de AID envelhecidas por 100 horas, nas três condições de tratamento térmico. A análise dos resultados desses difratogramas não evidenciaram, em nenhum deles, a presença de qualquer outra fase além das fases  $\alpha$  e  $\gamma$  verificadas na condição inicial e nem tão pouco a dos precipitados da fase  $\alpha$ ' devido ao seu pequeno tamanho e a sua semelhança estrutural com a matriz ferrítica (FRANÇA NETO, 2011).

Figura 19 - Difratogramas das amostras de AID envelhecidas por 100 horas, nas temperaturas de (a) 390, (b) 425 e (c) 475°C.



(a)



11	•)
ι	"



(c)

Fonte: França Neto, 2011.

A precipitação da fase  $\alpha$ ' pode ser detectada pela análise do pico (200) da fase  $\alpha$ , que resulta de uma incidência perpendicular aos precipitados, refletindo numa maior precisão na detecção dos precipitados da fase fragilizante. De acordo com Silva et al. (2016), o pico (200) da fase  $\alpha$  sofre variações de geometria em razão da formação da fase  $\alpha$ ', que possui composição química próxima da matriz ferrítica. Contudo, a partir da análise dos parâmetros de intensidade, posição e largura do pico (200) da fase  $\alpha$ , foi possível identificar a

precipitação da fase  $\alpha$ ' nas amostras envelhecidas. As Figuras 20 (a), (b) e (c) mostram os difratogramas sobrepostos do pico (200) para as diferentes condições de envelhecimento estudadas, onde o angulo de varredura 2 $\theta$  variou de 62 a 66°.



Figura 20 - Difratogramas sobrepostos das amostras de AID no pico (200) da fase α para diferentes tempos de envelhecimento, nas temperaturas de (a) 390, (b) 425 e (c) 475°C.

Fonte: França Neto, 2011.

Da análise das Figuras 20 (a), (b) e (c), observou-se o aumento da intensidade do pico (200) nas temperaturas de 425 e 475°C, em relação a de 390°C. Os deslocamentos da posição do pico, marcada com a linha tracejada, estão relacionados a flutuações de composição devido ao mecanismo de formação da fase  $\alpha$ ' (FRANÇA NETO, 2011).

As variações de geometria ocorridas no pico (200), decorrentes da precipitação da fase  $\alpha$ ', foram melhor observadas através da análise das curvas de largura a meia altura (LMA) do pico (200) da fase  $\alpha$ , pois a precipitação da fase fragilizante resulta no alargamento desse pico. As Figuras 21 (a), (b) e (c) mostram as curvas de LMA em função do tempo de envelhecimento, nas três condições de tratamento térmico.

Analisando a Figura 21 (a), verifica-se que ocorreu uma variação nos valores da curva de LMA até 12 horas, seguido de um crescimento gradual até as 100 horas de envelhecimento. Nota-se que, a partir da condição inicial de tratamento, o parâmetro LMA atinge seu valor máximo próximo das 4 horas de envelhecimento. Este comportamento é devido à decomposição da ferrita, que atinge seu final em torno deste tempo. A partir das 4

horas, há a uma queda na curva de LMA, em razão da formação da fase ordenada  $\alpha$ '. O aumento gradual observado nos valores da curva LMA, depois das 12 horas, está associado ao crescimento desta nova fase (FRANÇA NETO, 2011).



Figura 21 - Variação da largura a meia altura (LMA) do pico (200) da fase α com o tempo de envelhecimento, nas temperaturas de (a) 390, (b) 425 e (c) 475°C.

	· ·
1	<u>م</u>
L	<u>a i</u>
۰.	u,
· ·	



(b)



1	\
1	C)
L	c,
<u>_</u>	

Fonte: França Neto, 2011.

Da análise das curvas de LMA, ilustradas nas Figuras 21 (b) e (c), para as temperaturas de 425 e 475°C, respectivamente, verifica-se que apresentaram comportamentos semelhantes ao longo do tempo de envelhecimento. Na temperatura de 475°C, devido à cinética ser mais rápida, há uma certa dificuldade em diferenciar os picos iniciais (FRANÇA NETO, 2011). Varela (2007) e Silva et al. (2009) também estudaram o processo de decomposição da ferrita pela intensidade e largura a meia altura do pico (200) da fase  $\alpha$ .

As informações e discussões levantadas pelos diversos pesquisadores na revisão bibliográfica serviram de referência para o desenvolvimento deste trabalho. A seguir, descreve-se sobre os materiais e métodos empregados nesta pesquisa.

# **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

Esta seção descreve sobre os procedimentos utilizados numa técnica de ensaio não destrutivo baseada na interação entre densidade de linhas de campo magnético e material, na região de reversibilidade de domínios magnéticos, objetivando o acompanhamento da formação da fase fragilizante  $\alpha$ ' em um aço inoxidável duplex (AID).

# 3.1 DESENVOLVIMENTO DA BANCADA DE TESTES

A bancada de testes utilizada para os experimentos foi desenvolvida no laboratório do Grupo de Simulação de Comportamento de Materiais (GSCMat) do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba (IFPB). Sua configuração experimental é ilustrada através da Figura 22 e seu funcionamento está descrito logo em seguida.

Figura 22 - Equipamento experimental de teste: (1) Computador; (2) Bateria; (3) Placa de aquisição de dados; (4) Fonte de alimentação; (5) Bancada; (6) Sensor Hall; (7) Amostra; (8) Solenoide.



Fonte: Adaptado de França Neto, 2011.

O equipamento de testes é alimentado por uma bateria de 12 Vdc com capacidade de corrente de até 55 A. Uma fonte de tensão alimenta o solenoide com tensão de zero volts até atingir a saturação do sensor Hall. O solenoide utilizado possui valores da relação

espiras/comprimento (N/L) de 21,2567 e resistência elétrica de 72 Ω. Após o sensor Hall é colocada uma amostra que provoca variações no campo magnético induzido originalmente. O sensor Hall captura essas variações e gera um sinal de tensão, conhecida como tensão Hall. O sinal de tensão Hall (analógico) é capturado por uma placa de aquisição de dados multicanal que converte este sinal analógico em sinal digital de 10 bits e envia a um computador que utiliza o software hiperterminal. O sensor Hall escolhido para medir o campo magnético induzido a partir da variação de tensão foi de efeito Hall linear modelo SS495A, da *AllegroMicrosystems*, com sensibilidade da ordem de 3,125 mVolts/Gauss e tensão de alimentação podendo variar entre 0 e 10V, o qual é alimentado com uma tensão contínua de 5V através de uma saída regulada diretamente da bateria. A bancada serve como base para fixação do solenoide e do sensor. Ela foi confeccionada toda em polietileno, visando reduzir a influência do material no direcionamento das linhas de campo.

#### 3.2 MATERIAL

O material das amostras utilizadas neste trabalho foi o aço inoxidável duplex, com designação UNS-S31803. Este foi recebido na forma de uma chapa de 8 mm de espessura, na condição solubilizada, cuja composição química é apresentada na Tabela 1, em percentual de peso.

AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS-S31803									
С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	Со		
0,018	1,480	0,019	0,001	0,450	22,220	5,590	0,130		
Cu	Мо	Ν	Nb	Al	Sn	Ce	Fe		
0,280	3,080	0,180	0,021	0,003	0,012	0,020	66,496		

Tabela 1 - Composição do AID UNS-S31803 como recebido, em % de peso.

A composição química do material foi determinada por um espectômetro de emissão óptica e todas as amostras foram retiradas da chapa por meio de eletroerosão.

#### 3.3 ESTUDO DO EFEITO DA GEOMETRIA DO MATERIAL

Este estudo visa verificar a correlação entre geometria e densidade de linhas de campo resultante e foi realizado com o material como recebido. O campo magnético resultante entre densidade de linhas de campo e material foi determinado por um sensor de efeito Hall.

As amostras utilizadas neste estudo apresentam formas geométricas distintas: com secção transversal circular, com diâmetro de 24 mm, e com secção transversal quadrada, de dimensões (24x24) mm. Ambas com espessura variando de 2, 4, 6 e 8 mm.

Durante a realização deste estudo, diferentes campos magnéticos externos (H) foram aplicados no centro das amostras circulares e quadradas até atingir a saturação do sensor Hall com o objetivo se verificar o comportamento das curvas de magnetização B x H. Esse procedimento pode ser melhor compreendido a partir do esquema apresentado na Figura 23.

Figura 23 - Esquema de posicionamento do solenoide, sensor Hall e amostra para estudo do efeito da geometria do material.



#### 3.3.1 Estudo do efeito da espessura das amostras circulares

Neste estudo, as amostras circulares foram submetidas à aplicação de diferentes intensidades de campo magnético externo (H) no centro até o limite de saturação do sensor Hall. Com o resultado foi verificado a influência da espessura das amostras sobre os valores de campo magnético induzido (B) e como ele se relaciona com o campo externo aplicado.

#### 3.3.2 Estudo do efeito da espessura das amostras quadradas

Para este estudo, foi aplicado o mesmo procedimento da seção anterior, sendo que aqui, utilizou-se as amostras de secção transversal quadrada.

# 3.4 TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO

Para o acompanhamento da formação de fase foram utilizadas amostras com formato retangular, de dimensões (30x20x8) mm, as quais foram submetidas previamente a tratamento térmico nas temperaturas de 390, 425 e 475°C, com tempos de envelhecimento de 30 minutos, 1, 4, 8, 12, 39 e 100 horas para cada temperatura.

O processo de envelhecimento das amostras ocorreu em um forno de resistência elétrica, de câmara (40x40x40) cm, do tipo mufla, da Jung, com capacidade para até 1.200°C e com controle automático de temperatura e tempo.

# 3.5 ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DE FASE

#### 3.5.1 Ensaio de impacto

Os resultados dos ensaios de energia absorvida por impacto das amostras de aço inoxidável duplex UNS-S31803 envelhecidas nas temperaturas de 425 e 475°C, obtidos do banco de dados do GSCMat, foram utilizados com o propósito de determinar o campo externo ideal a ser aplicado no ensaio magnético que foi usado para realizar o acompanhamento da formação de fases fragilizantes em amostras de AID, como também, verificar a sua relação com os valores de campo magnético induzido no material em questão, cujos valores foram coletados a partir desses ensaios magnéticos.

As amostras utilizadas neste ensaio foram confeccionadas para ensaio Charpy, com entalhe em "V" segundo a norma NBR 6157/1980 da ABNT, de tamanho reduzido, nas dimensões de (55x10x5) mm. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente em uma máquina universal para ensaios de materiais, da Wolperp/Amsler, modelo PW30/15K.

As microestruturas das fraturas foram observadas por macrografia, ou seja, por análise macroscópica até aumento de 50 vezes. Para aquisição das imagens foi utilizado um estéreo microscópio.

### 3.5.2 Determinação do campo externo ideal

O objetivo deste ensaio foi determinar um valor ideal de campo magnético externo, que seja capaz de detectar, com maior precisão, a precipitação da fase  $\alpha$ ' na microestrutura

das amostras de aço inoxidável duplex UNS-S31803, tratadas termicamente nas temperaturas de 390, 425 e 475°C, com tempos de envelhecimento que variam de 30 minutos a 100 horas.

Nesta etapa do trabalho, as amostras envelhecidas a 475°C, que corresponde à temperatura de maior cinética de precipitação da fase  $\alpha$ ', foram submetidas à aplicação de seis diferentes intensidades de campo magnético externo (H=0 A/m, H=44,3 A/m, H=88,6 A/m, H=132,8 A/m, H=177,1 A/m e H=221,4 A/m) com a finalidade de se obterem as curvas de campo magnético induzido (B) contra tempo de envelhecimento (T) para cada intensidade de se obterem as curvas de campo externo aplicado. Em seguida, estas curvas foram comparadas com a curva de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, que foi plotada a partir dos resultados dos ensaios Charpy para as amostras de 475°C, considerada como a temperatura de maior cinética de fragilização. A partir dessa comparação, o valor de campo magnético externo escolhido como ideal foi aquele cujo comportamento da curva de B x T melhor seguiu a curva de energia absorvida por impacto em função do rempo tempo tempo tempo de envelhecimento na temperatura de 475°C.

# 3.5.3 Aplicação do campo externo ideal

Conhecendo-se a intensidade de campo externo ideal, esta foi aplicada a todas as amostras envelhecidas, com o objetivo de acompanhar a precipitação da fase  $\alpha$ ' através dos valores de campo magnético induzido no material capturados pelo sensor Hall. Qualquer variação percebida no sinal do sensor será devido à presença desta nova fase que está se formando, já que ocorre somente a precipitação da fase  $\alpha$ ' no aço inoxidável duplex UNS-S31803 tratado termicamente na faixa de temperatura estudada.

#### 3.5.4 Ensaio de dureza

O ensaio de dureza objetiva verificar a variação no comportamento do endurecimento das amostras de aço inoxidável duplex. Esta variação foi determinada através de medidas de dureza Rockwell C, para todas as condições de tratamento térmico, conforme a norma NBR 6672. O equipamento utilizado para a realização deste ensaio foi o Durômetro da Mitutoyo, modelo Durotwin 963-102, de aplicação universal e leitura analógica para medições Rockwell, no Laboratório de ensaios do IFPB-Campus João Pessoa.

Para cada amostra foram realizadas cinco medições, com distâncias máximas de 2mm entre os pontos de medição. Em seguida foi calculada a média aritmética dos valores medidos com respectivo erro e a determinação do intervalo de confiança.

# 3.5.5 Correlação entre campo magnético induzido e dureza

Nesta seção, as medidas do ensaio de dureza Rockwell C foram confrontadas com os valores de campo magnético induzido resultante da interação entre densidade de linhas de campo e material.

# **4 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Os resultados obtidos e a discussão dos estudos realizados com o aço inoxidável duplex (AID) UNS-S31803 nas várias amostras na condição inicial e nas envelhecidas nas temperaturas de 390, 425 e 475°C estão apresentados nas seções seguintes.

### 4.1 ESTUDO DO EFEITO DA GEOMETRIA DO MATERIAL

O estudo do efeito da geometria do material foi realizado utilizando-se amostras do tipo circulares e quadradas de diferentes espessuras. A finalidade desse estudo foi determinar o comportamento das curvas de campo magnético induzido (B) contra campo magnético externo aplicado (H) para cada uma das espessuras na região de operação do equipamento e analisar como a espessura do material influencia na resposta de B. Durante a realização do referido estudo, os valores de H foram variados entre zero e 265,7 A/m e os valores de B puderam ser medidos até 768,75x10<sup>-4</sup> Tesla em virtude da saturação do sensor Hall.

# 4.1.1 Estudo do efeito da espessura das amostras circulares

O comportamento das curvas de B x H para amostras circulares (diâmetro de 24 mm e espessuras de 2, 4, 6 e 8 mm) em função das espessuras pode ser visualizado na Figura 24. No eixo das abscissas são apresentados os valores de campo magnético externo (H), que foram variados de zero até 265,7 A/m. No eixo das ordenadas são apresentados os valores obtidos de campo magnético induzido (B), os quais variaram no intervalo de zero até 768,75x10<sup>-4</sup> Tesla. A Figura 25 mostra uma ampliação da região central dessas curvas de magnetização.

Figura 24 - Curvas de magnetização das amostras circulares de 2, 4, 6 e 8 mm de espessura.



Figura 25 - Ampliação da região central das curvas de magnetização das amostras circulares.



Na Figura 24, pode-se observar que a curva característica de B x H foi linear para todas as espessuras de amostras utilizadas, de onde se pode concluir que a faixa de trabalho escolhida, de zero até 265,7 A/m, está dentro da região de reversibilidade dos domínios

magnéticos do material em estudo. Também foi possível verificar que, mesmo B variando linearmente com H na faixa de trabalho escolhida, para valores de H próximos de 250 A/m, o valor de B estabilizou em 768,75x10<sup>-4</sup> Tesla em decorrência de uma limitação do sensor Hall utilizado, que satura para valores de B dessa ordem.

Da observação da Figura 25, percebe-se que, para um mesmo valor de H aplicado, os valores de B variaram com a espessura, aumentando com ela até que a partir da espessura de 6 mm o acréscimo do valor de B com o aumento da espessura pode ser considerado como insignificante.

Através dos resultados obtidos foi possível evidenciar que a espessura das amostras circulares não influenciou no formato da curva, pois a inclinação da reta na região de reversibilidade corresponde à permeabilidade magnética do material. Nesta região os valores de campo magnético induzido não foram suficientemente altos para que a região de irreversibilidade da movimentação das paredes de domínios magnéticos fosse alcançada. No entanto, para um valor de H fixo, os valores de B foram influenciados pelas diferentes espessuras, comprovando que a análise de materiais de espessuras distintas deve considerar a espessura destes, até ser atingido um valor onde a mesma passa a não mais influenciar nos valores de campo magnético induzido.

## 4.1.2 Estudo do efeito da espessura das amostras quadradas

A Figura 26 mostra o comportamento das curvas de B x H para amostras quadradas (de dimensões 24x24mm e espessuras de 2, 4, 6 e 8 mm) em função das diferentes espessuras. A Figura 27 mostra uma ampliação de uma região central dessas curvas de magnetização.

Figura 26 - Curvas de magnetização das amostras quadradas de 2, 4, 6 e 8 mm de espessura.



Figura 27 - Ampliação de uma região central das curvas de magnetização das amostras quadradas.



Da análise da Figura 26, observa-se que a curva característica de B x H foi linear para todas as espessuras utilizadas, mostrando que a faixa de trabalho escolhida está operando na região de reversibilidade dos domínios magnéticos. Assim como ocorreu com as amostras circulares, para valores de H próximos de 250 A/m, o valor de B também se estabilizou em 768,75x10<sup>-4</sup> Tesla devido à saturação do sensor Hall.

Na Figura 27 foi verificado que para um valor fixo de H aplicado, assim como ocorreu com as amostras circulares, os valores de B também crescem com o aumento da espessura, porém em taxas cada vez menores, tanto que o acréscimo do valor de B para espessuras maiores que 6 mm já se torna insignificante.

Dos resultados obtidos foi possível constatar novamente que a espessura das amostras quadradas não influenciou no formato da curva, já que a permeabilidade magnética do material é constante para a região de trabalho escolhida. Em contrapartida, as espessuras influenciaram nos valores de B para um mesmo valor de H aplicado, mostrando mais uma vez que a análise de materiais deve considerar a espessura destes, até que seja alcançado um valor de espessura que não mais influencie nos valores de campo magnético induzido.

A análise dos resultados, tanto das amostras circulares como quadradas, mostra que, para um H fixo, os valores de B passam a ser independentes da espessura a partir de 6 mm. Este comportamento pode ser melhor observado através do gráfico de B x Espessura das amostras quadradas, para um H aplicado de 132,85 A/m, representado na Figura 28. No eixo das abscissas são apresentados os valores de espessura. No eixo das ordenadas são apresentados os valores de campo magnético induzido.

Figura 28 - Gráfico de campo magnético induzido contra espessura das amostras quadradas.



A análise da Figura 28 indica que os valores de campo magnético induzido crescem de maneira significativa até a espessura de 6 mm e depois tendem a uma estabilização, comprovando que, conforme descrito anteriormente, para um valor fixo de campo externo aplicado, os valores de campo magnético induzido tornam-se independentes da espessura a partir de 6 mm. Tomando isto como base, o estudo do acompanhamento da formação da fase fragilizante foi realizado com amostras com espessuras superiores de 8 mm e H fixo. Este é apresentado a seguir.

# 4.2 ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DE FASE

#### 4.2.1 Energia absorvida por impacto

A curva da energia absorvida por impacto, para temperatura de 475°C, será usada como referência, na seção seguinte, para se determinar o campo externo ideal a ser aplicado no ensaio magnético que será utilizado para acompanhar a formação de fases fragilizantes em amostras de AID. O campo externo escolhido será aquele cuja curva de campo magnético induzido contra tempo de envelhecimento melhor seguir a curva de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento tomada como referência.

A Figura 29 mostra a curva de variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C. No eixo das abscissas são apresentados os valores do tempo de envelhecimento. No eixo das ordenadas são apresentados os valores de energia absorvida por impacto.

Observando-se a Figura 29, percebe-se que a energia absorvida por impacto decresce com o aumento do tempo de envelhecimento, caindo para próximo de 50% logo nas primeiras 8 horas e para um pouco acima de 20% para 100 horas de envelhecimento em relação ao tempo de envelhecimento inicial. Essa redução da energia absorvida reflete como uma tendência à fragilização do material em decorrência do avanço da precipitação da fase  $\alpha$ ' ao longo do tempo de envelhecimento. É na temperatura de 475°C que ocorre a maior cinética de precipitação desta fase, motivo pelo qual é denominada de fragilização a 475°C (TAVARES et al., 2000; SILVA et al., 2001; SILVA et al., 2009; LO e LAI, 2010; SILVA et al., 2016).

# Figura 29 - Variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C.



As Figuras 30 (a), (b), (c) e (d) mostram as superfícies de fratura, após os ensaios de impacto, das amostras como recebida e envelhecidas até 100 horas, na temperatura de 475°C.

A análise das superfícies de fratura apresentadas nas Figuras 30 (a), (b), (c) e (d) indica que a amostra como recebida, pelas evidências de deformação plástica, apresenta estrutura predominantemente dúctil, enquanto que as demais apresentam sinais caraterísticos de estrutura frágil. Verifica-se também que as superfícies das amostras envelhecidas apresentam o aparecimento de separações de planos ("fendas") transversais que aumentam com o tempo de envelhecimento.

Figura 30 - Superfícies de fratura após os ensaios de impacto, das amostras de AID (a) como recebida e envelhecidas por (b) 4, (c) 12 e (d) 100 horas, na temperatura de 475°C.



# 4.2.2 Determinação do campo magnético externo ideal

As curvas de campo magnético induzido (B), para seis diferentes campos magnéticos externos aplicados, e de variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, ambas para as amostras tratadas termicamente a 475°C, são mostradas nas Figuras 31 (a), (b), (c), (d), (e) e (f). No eixo das abscissas são apresentados os valores do tempo de envelhecimento. No eixo das ordenadas a esquerda são apresentados os valores de campo magnético induzido e a direita são apresentados os valores de energia absorvida por impacto.

Figura 31 – Curvas de campo magnético induzido e de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, na temperatura de 475°C.



(a)



(b)



(c)



(d)



(f)

Analisando-se as curvas das figuras apresentadas acima, nota-se que as curvas de campo magnético induzido com pequenos campos magnéticos externos aplicados não seguem a curva de energia absorvida por impacto tomada como referência, principalmente para os tempos de envelhecimento em que os precipitados ainda estão em formação. Isso

ocorre porque a densidade de linhas de campo magnético é insuficiente para detectar os precipitados que ainda estão se formando, que são pequenos ainda e difíceis de serem detectados por baixas intensidades de campo magnético externo.

No entanto, ao fazer a análise da curva que corresponde a um valor de campo magnético externo aplicado de 221,4 A/m, representada na Figura 31 (f), observa-se que o seu comportamento foi o que melhor seguiu o da curva de energia absorvida por impacto, no sentido de melhor acompanhar a fragilização do material estudado decorrente das alterações microestruturais ocorridas ao longo de todo o processo de envelhecimento térmico. Isto mostra que este valor de campo magnético aplicado produziu uma densidade de linhas de campo que foi capaz de detectar com maior precisão, em relação aos outros campos externos aplicados, tanto os precipitados já consolidados como aqueles que ainda estavam se formando, dependendo do tempo de envelhecimento. Portanto, em virtude disso, o campo magnético externo escolhido como o ideal para ser aplicado no ensaio magnético, visando realizar o acompanhamento da formação de fases fragilizantes em amostras de aço inoxidável duplex envelhecidas nas temperaturas de 390, 425 e 475°C, foi o de intensidade igual a 221,4 A/m.

É importante enfatizar que a fragilização devido à formação da fase  $\alpha$ ', que tem dimensões nanométricas, é difícil de analisar por meio de técnicas comuns de ensaios destrutivos, como a microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura, e não destrutivos como as técnicas de ultrassom e correntes parasitas, devido às nanoestruturas formadas serem pequenas e finas (CHANDRA et al., 2010; SILVA et al., 2016).

## 4.2.3 Aplicação do campo magnético externo ideal

As curvas de campo magnético induzido (B) contra tempo de envelhecimento, para as amostras de AID UNS-S31803 tratadas termicamente nas temperaturas de 390, 425 e 475°C, são apresentadas na Figura 32. No eixo das abscissas são apresentados os valores do tempo de envelhecimento. No eixo das ordenadas são apresentados os valores obtidos de campo magnético induzido.

As medidas de campo magnético induzido foram determinadas a partir dos ensaios magnéticos, utilizando sensor Hall SS495A, realizados de acordo com a configuração experimental ilustrada na Figura 22 da seção 3.1. Empregando-se essa configuração nos ensaios, submetidos à aplicação do campo externo ideal de 221,4 A/m, determinado na seção

anterior, obteve-se os resultados de campo magnético induzido resultante da interação entre densidade de linhas de campo e material.



Figura 32 - Curvas de campo magnético induzido contra tempo de envelhecimento, nas temperaturas de 390, 425 e 475°C.

Analisando-se a Figura 32, nota-se que as três curvas apresentam comportamento similar, ocorrendo uma diminuição rápida nos valores de campo magnético induzido no intervalo compreendido entre 30 minutos e 8 horas de envelhecimento, em seguida, tendendo à estabilização entre 8 e 12 horas e, na sequência, apresentando uma redução mais lenta dos valores de campo magnético induzido em comparação ao início do envelhecimento. Dessa forma, pode-se dizer que os valores de campo magnético induzido tendem a cair com o aumento do tempo de envelhecimento. Também ainda é possível observar nas curvas da Figura 32 que os valores de campo magnético induzido caem conforme a temperatura de tratamento térmico aumenta, sendo os valores para a curva de 475°C inferiores aos das outras duas condições de envelhecimento térmico. Estes resultados são semelhantes aos obtidos no estudo realizado por Lo e Lai (2010), em que a precipitação da fase  $\alpha'$  em amostras de aço inoxidável duplex, envelhecidas nas temperaturas de 350, 450, 475 e 550°C, foi investigada através de medidas de susceptibilidade magnética. Nesse trabalho, os autores verificaram que ao longo do tempo de envelhecimento os valores de susceptibilidade magnética diminuem rapidamente no início e depois caem mais lentamente para as temperaturas de

450, 475 e 550°C, mas não sendo observado este comportamento magnético para a curva de 350°C. Os valores de estado estacionário das curvas para 450 e 550°C foram maiores do que o valor relativo da curva para 475°C. Isto ocorre porque a formação da fase  $\alpha$ ' é mais rápida na temperatura de 475°C (LO e LAI, 2010).

A redução dos valores de campo magnético induzido com o aumento do tempo de envelhecimento pode ser explicada pelo avanço do processo de decomposição da ferrita e consequente aumento dos precipitados da fase  $\alpha$ ', rica em cromo e paramagnética, que tanto dificulta a movimentação das paredes de domínios magnéticos como também aumenta a fração volumétrica não magnética do material estudado (LO et al., 2007; LO e LAI, 2010), reduzindo, por conseguinte, o campo magnético induzido no material. Contudo, conclui-se que o campo magnético induzido é sensível às alterações microestruturais ocorridas no material estudado e pode ser utilizado como parâmetro de medida em técnica de ensaio não destrutivo para acompanhamento da precipitação de fases fragilizantes em materiais ferromagnéticos.

Nas Figuras 33 (a) e (b), são apresentadas as curvas de campo magnético induzido (B), para o campo externo ideal aplicado, e de variação de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, para as amostras de AID UNS-S31803 envelhecidas nas temperaturas de 425 e 475°C, respectivamente. No eixo das abscissas são apresentados os valores do tempo de envelhecimento. No eixo das ordenadas a esquerda são apresentados os valores de campo magnético induzido e a direita são apresentados os valores de energia absorvida por impacto.

Figura 33 - Curvas de campo magnético induzido e de energia absorvida por impacto em função do tempo de envelhecimento, nas temperaturas de (a) 425 e (b) 475°C.



(b)

Da análise da Figura 33 (a), verifica-se que a curva de energia absorvida por impacto, na temperatura de 425°C, pode ser dividida em duas regiões de fragilização: a primeira região, que ocorre até 12 horas de envelhecimento, apresenta uma cinética de fragilização maior, enquanto que a segunda região, que ocorre a partir das 12 horas, apresenta uma cinética de fragilização menor. Analisando o comportamento do material com relação à curva de campo magnético induzido, verifica-se que as duas regiões também estão bem definidas, pois enquanto na primeira região os valores de campo magnético induzido caem rapidamente, na segunda, esses valores diminuem mais lentamente.

A tendência à fragilização do material estudado na temperatura de 475°C, verificada através da curva de energia absorvida por impacto, representada na Figura 33 (b), é ainda maior que no caso das amostras envelhecidas na temperatura de 425°C. Na curva de energia absorvida para 475°C, percebe-se que as duas regiões de fragilização do material são bem evidentes, tal que a primeira região ocorre em um período de envelhecimento mais curto, de até 8 horas, mostrando que esta temperatura possui uma cinética de fragilização mais rápida (SILVA et al., 2016). Este comportamento também é verificado na curva de campo magnético induzido, cujos valores decrescem mais rapidamente do que na temperatura de 425°C.

Essa redução dos valores da energia absorvida por impacto do material, observada na faixa de temperatura estudada, ocorre em razão da formação dos precipitados da fase  $\alpha$ ', com dimensões nanométricas, que dificultam a movimentação das discordâncias na microestrutura do material, fragilizando-o (SILVA et al., 2009; ALBUQUERQUE et al., 2010; SILVA et al., 2016).

Baseando-se nos resultados das análises de energia absorvida por impacto e campo magnético induzido, para as temperaturas de 425 e 475°C, pode-se concluir que os valores de campo magnético induzido foram diretamente proporcionais às variações da energia absorvida por impacto, demonstrando serem sensíveis à precipitação da fase  $\alpha$ ' e, por conseguinte, à fragilização do material estudado.

#### 4.2.4 Ensaio de dureza

A Figura 34 apresenta as curvas de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento para as amostras do AID UNS-S31803 tratadas nas temperaturas de 390, 425 e 475°C. No eixo das abscissas são apresentados os valores do tempo de envelhecimento. No eixo das ordenadas são apresentados os valores obtidos de dureza Rockwell C.

# Figura 34 - Curvas de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento, nas temperaturas de 390, 425 e 475°C.



Analisando-se a Figura 34, observa-se que as curvas de dureza, para as três condições de tratamento térmico, apresentam comportamento similar, com crescimento rápido nas primeiras horas de envelhecimento, até 12 horas, seguido de aumento mais lento nos valores de dureza para o intervalo de envelhecimento seguinte, compreendido entre 12 e 100 horas.

A curva correspondente à temperatura de 390°C apresenta um aumento mais lento da dureza, para todos os tempos de envelhecimento, em relação as outras duas temperaturas analisadas. Isto acontece porque essa temperatura possui a menor cinética de precipitação da fase  $\alpha$ ' entre as três. No entanto, a curva correspondente à temperatura de 475°C apresenta um aumento mais rápido na dureza, logo nas primeiras 8 horas de envelhecimento, já que que esta temperatura apresenta a maior cinética de precipitação da fase  $\alpha$ ' em aços inoxidáveis duplex (TAVARES et al., 2000; SILVA et al., 2001; SILVA et al., 2009; LO e LAI, 2010; SILVA et al., 2016). A curva de 425°C apresenta valores de dureza inferiores ao da curva de 475°C e superiores ao da curva de 390°C, mostrando ter uma cinética de precipitação intermediária em relação as outras duas condições de tratamento térmico.

Diante das observações acima, conclui-se que os valores de dureza crescem com o tempo de envelhecimento e com a temperatura de tratamento térmico, sendo, portanto, sensíveis à formação da fase  $\alpha$ ', tal que a precipitação desta única fase na microestrutura de

um AID pode ser acompanhada por esse aumento dos valores de dureza. Na faixa de temperatura em estudo, a fina precipitação da fase  $\alpha$ ' dentro da matriz ferrítica, impede o movimento das discordâncias, causando o endurecimento do material (SILVA et al., 2016).

### 4.2.5 Correlação entre campo magnético induzido e dureza

A fragilização do aço inoxidável duplex UNS-S31803, decorrente da formação da fase  $\alpha$ ' que ocorreu com o tratamento de envelhecimento, foi acompanhada através da variação dos valores de campo magnético induzido resultante da interação entre densidade de linhas de campo e material, que foram correlacionados com os resultados dos ensaios de dureza Rockwell C.

Nas Figuras 35 (a), (b) e (c) são apresentadas as curvas de campo magnético induzido (B) e de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento, nas três condições de tratamento térmico estudadas. No eixo das abscissas são apresentados os valores do tempo de envelhecimento. No eixo das ordenadas a esquerda são apresentados os valores de campo magnético induzido e a direita são apresentados os valores de dureza Rockwell C.

Figura 35 – Curvas de campo magnético induzido e de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento, nas temperaturas de (a) 390, (b) 425 e (c) 475°C.





Da análise das Figuras 35 (a), (b) e (c), observa-se que as curvas de dureza apresentam duas regiões bastantes distintas de endurecimento para as três condições de tratamento térmico, sendo que a primeira região possui uma taxa de endurecimento maior que a segunda.

Analisando a curva de dureza da Figura 35 (a), na temperatura de 390°C, nota-se que a primeira região, caracterizada por uma alta taxa de endurecimento, ocorre até 12 horas de envelhecimento, enquanto que a segunda região, que tem uma taxa de endurecimento menor, ocorre no intervalo de envelhecimento seguinte, a partir das 12 horas. Nesta temperatura, o campo magnético induzido no material acompanhou a tendência da dureza ao longo do tempo de envelhecimento, caindo rapidamente até 8 horas, tendendo à estabilização entre 8 e 12 horas e diminuindo de forma mais lenta no intervalo de 12 até 100 horas de envelhecimento.

Na Figura 35 (b), observa-se que a curva de campo magnético induzido apresenta uma rápida queda até 8 horas de envelhecimento, seguindo a primeira região de endurecimento, que possui maior cinética de endurecimento. A partir das 8 horas de envelhecimento, a curva de dureza continua a crescer com o tempo de envelhecimento, porém, com uma cinética menor, caracterizando a segunda região de endurecimento.

Através da análise da Figura 35 (c), percebe-se que na temperatura de 475°C, que tem a maior cinética de precipitação da fase  $\alpha$ ', logo no início do envelhecimento, até 8 horas, a curva de campo magnético induzido exibe uma tendência bem definida de queda, enquanto a curva de dureza cresce rapidamente, caracterizando-se como a primeira região de endurecimento. No intervalo de envelhecimento seguinte, a partir das 8 horas, essas duas curvas variam inversamente seus valores lentamente, correspondendo à segunda região de endurecimento. Nesta região, a análise do campo magnético induzido e da dureza mostra que é evidente a fragilização do material.

O surgimento de duas regiões de endurecimento no aço inoxidável duplex, caracterizadas por diferentes cinéticas de precipitação da fase  $\alpha$ ', também já foi observado em outros trabalhos (TAVARES et al., 2000; WENG et al., 2004; SILVA et al., 2009; CHANDRA et al., 2010; ALBUQUERQUE et al., 2010; FRANÇA NETO, 2011; SILVA et al., 2016).

França Neto (2011) e Silva et al. (2016) constaram em seus estudos que o aumento rápido da dureza logo nas primeiras horas de envelhecimento é devido à precipitação da fase  $\alpha$ ' por decomposição da ferrita, enquanto que a diminuição da cinética de endurecimento, observada na segunda região da curva de dureza, ocorre em razão do crescimento e perda de coerência com a matriz dos precipitados de  $\alpha$ '.

O endurecimento mecânico da fase ferrítica de aços inoxidáveis duplex envelhecidos a 475°C é devido à precipitação da fase  $\alpha$ , de dimensões nanométricas, que dificulta o

movimento das discordâncias (PEDROSA et al., 2001; ALBUQUERQUE et al., 2010; SILVA et al., 2016). As característica magnéticas do aço são modificadas também pela precipitação da fase  $\alpha$ ' na matriz ferrítica, que inibe a mobilidade das paredes de domínios magnéticos, causando dessa forma a diminuição do campo magnético induzido no material (PEDROSA et al., 2001; LO et al., 2007; LO e LAI, 2010).

Portanto, conclui-se que os valores de campo magnético induzido diminuem enquanto os valores de dureza aumentam com a temperatura e o tempo de envelhecimento, sendo, portanto, inversa a relação entre esses dois parâmetros analisados. Contudo, como era esperado, também é possível concluir que a fragilização de um aço inoxidável duplex pode ser acompanhada através de medidas de campo magnético induzido neste material, já que este parâmetro magnético demonstrou ser sensível à formação da fase fragilizante  $\alpha$ ' na microestrutura do material analisado em nanoescala.

# **5** CONCLUSÕES

O trabalho proposto consistiu no desenvolvimento de uma técnica de ensaio não destrutivo baseada na interação entre a densidade de linhas de campo magnético e material para estudar a fragilização a 475°C, utilizando-se sensores de efeito Hall, na região de reversibilidade dos domínios magnéticos. Dos resultados obtidos, pode-se concluir que:

- O estudo da geometria do material mostrou que, para um campo magnético aplicado fixo, os valores de campo magnético induzido tornam-se independentes da espessura, para espessuras a partir de 6 mm.
- O campo magnético externo de 221,4 A/m, considerado ideal, gerou uma densidade de linhas de campo capaz de detectar os precipitados da fase fragilizante, tanto os consolidados como aqueles que ainda estavam se formando. A sua aplicação nas amostras envelhecidas acompanhou a fragilização do material decorrente da formação da fase α'.
- iii. A fase  $\alpha$ ' se caracteriza por ser paramagnética, nanométrica e se formar finamente dispersa no interior da fase ferrita. Logo, os dois fatores reduzem o campo magnético induzido no material, o primeiro por diminuir o ferromagnetismo do material e o segundo por dificultar o movimento das paredes dos domínios magnéticos.
- iv. A fase fragilizante é formada por dois estágios de endurecimento, sendo o primeiro por decomposição da ferrita, e o segundo devido ao crescimento e consolidação de α'.
- V. O campo magnético induzido, por ser sensível à precipitação da fase α', foi capaz de acompanhar a fragilização do material nos dois estágios de endurecimento, podendo ser utilizado como parâmetro para a detecção de fases fragilizantes em materiais ferromagnéticos.
- vi. A presente técnica se apresenta como uma técnica não destrutiva de fácil utilização para o acompanhamento da fragilização em aços inoxidáveis duplex.
## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- i. Fazer o estudo da determinação da geometria mínima de amostra a ser analisada pelo ensaio.
- ii. Aplicar a metodologia para acompanhamento de fases fragilizantes em outros tipos de materiais.
- Estudar o efeito de parâmetros microestruturais como: deformação, tamanho de grão e anisotropia microestrutural.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ALBUQUERQUE, V. H. C.; SILVA, E. M.; PEREIRA, L. J.; MOURA, E. P.; ARAÚJO, V. L.; TAVARES, J. M. R. S. Spinodal decomposition mechanism study on the duplex stainless steel UNS-S31803 using ultrasonic speed measurements. **Materials and Design**, v. 31, p. 2147-2150, 2010.

BAESLACK, W.; LIPPOLD, J. C. Phase transformation behavior in duplex stainless steels weldments. **Metal construction**, v. 20, n. 1, p. 26R-31R, 1988.

CALLISTER JR, W. D.; RETHWISCH, D. G. Materials Science and Engineering: An Introduction. 8. ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 2009. 522 p.

CAVALCANTE, D. C. M. **Estudo da interação das linhas de campo sobre uma amostra de aço SAE 1020 por meio de medidas de tensão Hall.** 2013. 89 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, PB, Brasil, 2013.

CHANDRA, K.; SINGHAL, R.; KAINA, V.; RAJA, V.S. Low temperature embrittlement of duplex stainless steel: Correlation between mechanical and electrochemical behavior, **Material Science and Engineering A**, v. 527, p. 3904-3912, 2010.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. Introduction to Magnetic Materials. 2. ed. New Jersey: John Wiley & Sons, 2009. 544 p.

ESCRIBA, D.M.; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 60, p. 1214–1219, 2009.

FARIAS, A. R. Caracterização do ruído magnético Barkhausen em materiais estruturais utilizando transformada wavelet. 2005. 103 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia das Radiações Minerais e Materiais) - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN), Belo Horizonte, MG, Brasil, 2005.

FIALHO, W. M. L. Ensaio não destrutivo baseado em medidas de campo magnético para acompanhamento da fase sigma em um aço inoxidável duplex. 2015. 129 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa, PB, Brasil, 2015.

FORMIGONI, A. L. Análise de defeitos em tubos de geradores de vapor de usinas nucleares utilizando a transformada de Hilbert-Huang em sinais de inspeção por correntes parasitas. 2012. 103 p. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Reatores) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, SP, Brasil, 2012.

FRANÇA NETO, F. A. **Estudo de uma nova técnica não destrutiva, baseada em medidas de permeabilidade magnética, para acompanhamento da fragilização de um aço inoxidável duplex**. 2011. 105 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba (UFPB), Paraíba, PB, Brasil, 2011.

GRIJALBA, F. A. F. Desenvolvimento de ensaio não destrutivo baseado no ruído magnético de Barkhausen para caraterização de tensões elásticas e deformações plásticas em aços. 2010. 161 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, SP, Brasil, 2010.

GUNN, R.N. **Duplex stainless steels. Microstructure, properties and applications.** Cambridge – England, Abington Publishing, 2003. 204 p.

HATTESTRAND, M.; LARSSON, P.; CHAI, G., NILSSON, J.; ODQVIST, J. Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450–500° C, **Material Science and Engineering**, v. A499, p. 489–492, 2009.

IACOVIELLO, F.; CASARI, F.; GIALANELLA, S. Effect of "475°C embrittlement" on duplex stainless steels localized corrosion resistance. **Corrosion Science**, [S.l.], v. 47(4), p. 909-922, 2005.

INTERNATIONAL MOLYBDENIUM ASSOCIATION – IMOA. **Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels**. 2. ed. London - England, 2009. Disponivel em: <<u>http://www.imoa.info/\_files/stainless\_steel/Duplex\_Stainless\_Stell.pdf</u> > Acesso em: 26 abr. 2016.

JILES, D. Introduction to Magnetism and Magnetic Materials. 1. ed. New York: Chapman and Hall, 1994. 440 p.

LANDGRAF, F. J. G. **Propriedades magnéticas dos aços para fins elétricos.** Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) do Estado de São Paulo, 2001. 20 p.

LEITE, J. P. Técnica não destrutiva para análise da interação de linhas de campo magnético e material. 2014. 151 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa, PB, Brasil, 2014.

LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steel. John Willey & Sons, Inc., 2005. 376 p.

LO, K.H.; LAI, J.K.L.; SHEK, C.H and LI DJ. Magnetic and transformation behavior of duplex stainless steel under non-isothermal conditions and temperature-fluctuation monitoring. **Material Science and Engineering**, v. 452, p. 149-160, 2007.

LO, K.H.; LAI J.K.L. Microstructural characterisation and change in a.c. magnetic susceptibility of duplex stainless steel during spinodal decomposition. Journal of Nuclear Materials, v. 401, p. 143-148, 2010.

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

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

MORGAN, M. A. C. **Ruído magnético de Barkhausen contínuo rotacional**. 2013. 149 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, SP, Brasil, 2013.

MUTHUPANDI, V.; BALA SRINIVASAN, P.; SESHADRI, S. K.; SUNDARESAN S. Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless stell welds. **Materials Science and Engineering**, v. A358 (2003), p. 9-16, 2003.

NILSSON, J. O. Super duplex stainless steels. **Materials Science of technology**, v.8, n. 8, p. 685-700, 1992.

NORMANDO, P. G.; MOURA, E. P.; SOUZA, J. A.; TAVARES, S. S. M.; PADOVESE, L. R. Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering**, v. A527 (2010), p. 2886-2891, 2010.

NOVIKOV, I. **Teoria dos tratamentos térmicos dos metais**. Rio de Janeiro: UFRJ Editora, 1994. 550 p.

OLYMPUS Tube inspection probe catalog. Disponivel em: < <u>http://www.olympus-</u> <u>ims.com/en/ndt-tutorials/eca-tutorial/what-is-eca/basic/</u> > Acesso em: 08 nov. 2016.

PARDAL, J. M. Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência à corrosão de aços inoxidáveis superduplex. 2009. 411 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal Fluminense (UFF), Niterói, RJ, Brasil, 2009.

PARK, C. J.; KWON, H. S. Effects of Aging at 475°C on Corrosion Properties of Tungsten-Containing Duplex Stainless Steels. **Corrosion Science**, v. 44, p. 2817-2830, 2002. PEDROSA, P. D. S.; TEODÓSIO, J. R.; TAVARES, S. S. M.; NETO, J. M.; DA SILVA, M. R. Magnetic and mechanical hardening of Fe-based alloys. Journal of Alloys and Compounds, v. 329, p. L14-L17, 2001.

PEREIRA, P. Estudo preliminar da aplicação da técnica de correntes parasitas visando a inspeção submersa de elementos combustíveis. 2007. 80 p. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Oceânica) – Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2007.

PRAXEDES, T. O. Sistema experimental para realização de ensaios não-destrutivos magnéticos e sua aplicação na avaliação da degradação microestrutural do aço A516 grau 60. 2010. 162 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais) – Departamento de Engenharia Metalurgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, CE, Brasil, 2012.

SEDRIKS, A.J. Corrosion of Stainless Steels. 2. ed. John Wiley & Sons, 1996. 464 p.

SILVA, E. M.; ALBUQUERQUE, V. H. C.; LEITE, J. P. ; VARELA, A. C. G.; MOURA, E. P. ; TAVARES, J. M. R. S. Phase Transformations evaluation on an UNS S31803 duplex stainless steel based on nondestructive testing. **Materials Science and Engineering A**, v. 516, p. 126-130, 2009.

SILVA, E. M.; LEITE, J. P. L.; FRANÇA NETO, F. A. ; LEITE, J. P.; FIALHO, W. M. L.; ALBUQUERQUE, V. H. C.; LEITE, J. P. ; TAVARES, J. M. R. S. Evaluation of the magnetic permeability for the microstructural characterization of a duplex stainless steel. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 44, p. 1106-1111, 2016.

SILVA, M.R.; TAVARES, S.S.M.; FRUCHART, D.; MIRAGLIA, S.; NETO, J.M. The use of thermomagnetic analysis for detection and quantification of 475° C embrittlement of duplex stainless steels. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 226-230, p. 1103-1105, 2001.

SOLOMON, H.D.; LEVINSON, L.M. Mössbauer affect study of 475°C embrittlement of duplex and ferritic stainless steels. Acta Metallurgica, v. 26, p. 429-442, 1978.

SOLOMON, H. D.; DEVINE, T. M. A tale of two phases. In: Conference Duplex Stainless Steels 82, St. Louis-USA, 1982. Proceedings. Ohio, American Society for Metals, p. 693-756, 1983.

SOUZA, J. A. Avaliação da fragilização a 400 e 475°C do aço inoxidável ferrítico AISI 444 utilizado em torres de destilação de petróleo. 2004. 83 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais) - Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, CE, Brasil, 2004.

TAVARES, S. S. M.; SILVA, M. R.; NETO, J. M. Magnetic property changes during embrittlement of a duplex stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds,** v. 313, p. 168-173, 2000.

TAVARES, S.S.M.; TERRA, V.F.; NETO, P.L.; MATOS, D.E. Corrosion resistance evaluation of the UNS S31803 duplex stainless steels aged at low temperatures (350 to 550°C) using DLEPR tests. **Journal Materials Science**, v. 40, p. 4025–4028, 2005.

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 do som. 2007.
91 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa, PB, Brasil. 2007.

WENG, K. L.; CHEN, H. R.; YANG, J. R. The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel. **Material Science and Engineering**, v. A379, p. 119-132, 2004.

ZHANG, C.; BOWLER, N.; LO, C. Magnetic characterization of surface-hardened steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 321, p. 3878-3887, 2009.