



**Antonio Ventura Gonçalves de Oliveira**

# **ENSAIO ELETROMAGNÉTICO PARA DETECÇÃO DE FASE SIGMA EM AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX**

**João Pessoa - PB  
Novembro de 2016**



**Antonio Ventura Gonçalves de Oliveira**

# **ENSAIO ELETROMAGNÉTICO PARA DETECÇÃO DE FASE SIGMA 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: Eletromagnetismo Aplicado

Edgard de Macedo Silva, Dr.  
Orientador

João Pessoa – PB, Novembro de 2016  
©Antonio Ventura Gonçalves de Oliveira – venturagol@yahoo.com.br

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação – CIP  
Biblioteca Nilo Peçanha – IFPB, *Campus* João Pessoa

O48e

Oliveira, Antônio Ventura Gonçalves de.

Ensaio eletromagnético para detecção de fase sigma em aços inoxidáveis duplex / Antônio Ventura Gonçalves de Oliveira. – 2016.

102 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: Prof. Edgard de Macedo Silva.

1. Fase sigma. 2. Ensaio eletromagnético. 3. Permeabilidade magnética. 4. Densidade de fluxo magnético. 5. Aço inoxidável duplex I. Título.

CDU 620.17

Antonio Ventura Gonçalves de Oliveira

# ENSAIO ELETROMAGNÉTICO PARA DETECÇÃO DE FASE SIGMA EM AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

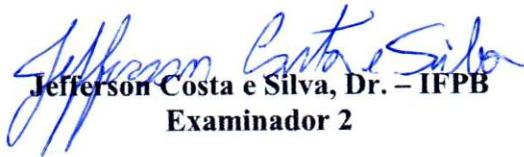
Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba, como requisito necessário à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Elétrica.

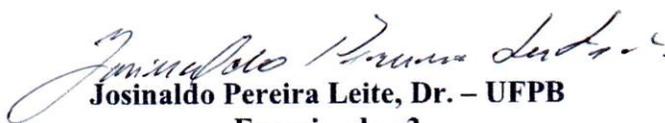
Dissertação de Mestrado defendida e aprovada em 04/11/2016

## BANCA EXAMINADORA

  
Edgard de Macedo Silva, Dr. – IFPB  
Orientador

  
Alfrêdo Gomes Neto, Dr. – IFPB  
Examinador 1

  
Jefferson Costa e Silva, Dr. – IFPB  
Examinador 2

  
Josinaldo Pereira Leite, Dr. – UFPB  
Examinador 3

João Pessoa – PB  
Novembro de 2016

## **DEDICATÓRIA**

À memória do meu pai. Luiz Gonçalves de Oliveira.

## AGRADECIMENTOS

- ✓ A Deus.
- ✓ A minha mãe, Marilene e meus irmãos, Luiz Filho, Francisco e Luciana por tudo, pois sempre me ajudaram em todos os momentos de dificuldade.
- ✓ A minha esposa Elisvânia, pelo apoio, companheirismo e compreensão nas minhas ausências.
- ✓ Ao professor e orientador Edgard de Macedo Silva pela orientação e incentivo para realização deste trabalho.
- ✓ Aos professores Walter Macedo Lins Fialho e João Pereira Leite, pela ajuda e disponibilidade.
- ✓ Aos participantes de minha banca de qualificação e defesa de dissertação, Prof. Alfredo Gomes Neto, Prof. Jefferson Costa Silva e Prof. Josinaldo Pereira Leite pela contribuição com sugestões valiosas.
- ✓ A todos os colegas do laboratório do Grupo de Simulação e Comportamento de Materiais (GSCMat) pela ajuda e troca de conhecimento.
- ✓ Ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba (IFPB) – Campus João Pessoa pela oportunidade concedida;
- ✓ Ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará (IFCE) – Campus Cedro pela ajuda na organização do meu horário durante esse período.
- ✓ Ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba (IFPB) – Campus Cajazeiras, por intermediar o deslocamento.
- ✓ Ao diretor geral do Campus João Pessoa, Prof. Neilor Cesar dos Santos por permitir as acomodações do alojamento nessa reta final de estudos.
- ✓ Aos professores do Mestrado.
- ✓ A todos os colegas do Mestrado em Engenharia Elétrica.
- ✓ A todos os outros colegas que contribuíram para o sucesso deste trabalho.

*“Julgue seu sucesso pelas coisas  
que você teve que renunciar para  
conseguir.”*

*Dalai Lama*

## RESUMO

Os Aços Inoxidáveis Duplex são usados largamente na indústria devido às suas propriedades de resistência mecânica e à corrosão. Contudo quando submetidos a tratamentos térmicos superiores a 600°C, estes apresentam fases fragilizantes, que podem colocar em risco suas estruturas alterando suas propriedades. Entre essas fases destaca-se a fase  $\sigma$  por comprometer a capacidade de absorver energia por impacto. Essas mudanças em suas propriedades, são devido à fase  $\sigma$  ser rica em Cromo e possuir dureza em torno de 1000 HV, e uma quantidade de 4% já ser suficiente para fragilizar o material. A presença da fase  $\sigma$  pode ser detectada por inúmeras técnicas de ensaios, como: ensaios por correntes parasitas, ruído magnético de Barkhausen e ultrassom. Neste trabalho buscou-se desenvolver uma técnica de ensaio não destrutivo baseada na interação entre densidade de fluxo magnético e microestrutura capaz de acompanhar a formação da fase  $\sigma$ . Amostras com diferentes quantidades de fase  $\sigma$  foram obtidas através do envelhecimento nas temperaturas de 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1000°C. As amostras tratadas foram caracterizadas por microscopia ótica, ensaios de dureza, difração de Raios X e testes de impacto. O percentual volumétrico de fase  $\sigma$  foi determinado pelo método da grade através das imagens obtidas por microscopia ótica, comprovando que este volume aumenta com o tempo de envelhecimento. As medidas de densidade de fluxo magnético foram determinadas a partir de valores de tensão obtidas por um sensor de efeito Hall. Os resultados confirmam que maiores quantidades de fase  $\sigma$ , implicam em reduções da permeabilidade magnética e da densidade de fluxo magnético resultante da interação. A técnica mostrou ser capaz de acompanhar a formação da fase  $\sigma$  bem como a fragilização do material.

Palavras-Chaves: fase  $\sigma$ ; ensaio eletromagnético; permeabilidade magnética; densidade de fluxo magnético; aço inoxidável duplex.

## ABSTRACT

Duplex stainless steels are widely used in industry due to their mechanical and corrosion strength properties. However, when subjected to heat treatment above 600°C, these present embrittlement phases, which can put in risk their structures by changing their properties. Among these ones the most important is the  $\sigma$  phase by compromising the ability to absorb impact energy. These changes in their properties are due to the  $\sigma$  phase which is rich in chromium and have hardness about 1000 HV and a quantity of 4% are sufficient to embrittle the material. The presence of  $\sigma$  phase may be detected by numerous techniques, such as eddy current testing, magnetic Barkhausen noise and ultrasound. This work aimed to develop a non-destructive testing based on the interaction between magnetic flux density and microstructure able to follow the formation of  $\sigma$  phase. Samples with different amounts of  $\sigma$  phase were obtained by aging at temperatures of 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C, 950°C and 1000°C. The aged samples were characterized by optical microscopy, hardness tests, X-ray diffraction and impact tests. The volumetric percentage of  $\sigma$  phase was determined by the grid method using the images obtained by optic microscopy, demonstrating that this volume increases with aging time. The magnetic flux densities were measured by voltage values obtained by a Hall sensor. The results confirm that higher quantity of  $\sigma$  phase reduces, the magnetic permeability and magnetic flux density. The technique showed to be able to follow the formation of  $\sigma$  phase and the embrittlement of the material.

Keywords:  $\sigma$  phase; electromagnetic test; magnetic permeability; magnetic flux density; stainless steel duplex.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|  |    |
|--|----|
| Figura 1: Representação do momento magnético que está associado com (a) elétron em órbita (b) elétron girando ao redor do seu eixo. ....   | 18 |
| Figura 2: Representação dos domínios em um material ferromagnético. ....   | 19 |
| Figura 3: Estrutura de uma parede de domínio de 180°. ....   | 19 |
| Figura 4: Comportamento dos domínios magnéticos nos vários estágios de magnetização. ....  | 21 |
| Figura 5: Variação da densidade de fluxo magnético na amostra de 8 mm para diversos campos magnéticos aplicados. ....  | 23 |
| Figura 6: Curvas típicas da permeabilidade em um material ferromagnético, onde (a) é a permeabilidade inicial e máxima, e (b) a variação de $\mu$ com $H$ . ....   | 24 |
| Figura 7: Perfis do fluxo magnético simulados para o aço SAE 1020 para diferentes espessuras. (a) espessura de 2 mm, (b) espessura de 4 mm e (c) espessura de 6 mm. ....                                 | 25 |
| Figura 8: Perfis do fluxo magnético simulados para o aço SAE 1020 para diferentes espessuras. (a) espessura de 8 mm, (b) espessura de 11 mm e (c) espessura de 14 mm. ....                               | 26 |
| Figura 9: Técnica de ensaio proposta. ....   | 27 |
| Figura 10: Campo magnético induzido no centro e na proximidade da borda das amostras do alumínio ASTM 6261 (posição 1: 6 mm à esq. do centro; posição 2: centro; posição 3: 6 mm à dir. do centro). .... | 28 |
| Figura 11: Microestrutura típica na condição comercial duplex. ....  | 29 |
| Figura 12: Possíveis fases precipitadas no AID SAF 2205. ....  | 30 |
| Figura 13: Variação de Tenacidade e dureza com % $\sigma$ . ....   | 31 |
| Figura 14: Microestrutura da amostra de AID 2507 envelhecida a 800°C por 1 hora. ....  | 32 |
| Figura 15: Microestrutura da amostra de AID 2507 envelhecida a 800°C por 12 horas. ....  | 32 |
| Figura 16: Fases fragilizantes precipitadas, obtidas através de MEV. Amostras tratadas a 900°C durante 60 minutos: (a) SD-A. (b) SD-B. ....  | 33 |
| Figura 17: Princípio básico do ensaio por ultrassom. ....  | 34 |
| Figura 18: Velocidade ultrassônica para envelhecimento de AID UNS S31803 envelhecido a 800 e 900°C. ....   | 35 |
| Figura 19: Curvas de Medições VSM. ....  | 36 |
| Figura 20: Resultado do ruído Barckhausen do (a) aço A e (b) aços B, C e D. ....   | 37 |

|            |  |    |
|------------|--|----|
| Figura 21: | PCA ( <i>principal component analysis</i> – Análise de Componente Principal) de ruído Barkhausen para diferentes amostras de AID UNS S31803).....  | 38 |
| Figura 22: | Representação do ensaio por correntes parasitas. ....  | 39 |
| Figura 23: | Impedância versus as condições de tratamento térmico.....  | 40 |
| Figura 24: | Configuração para o experimento por correntes parasitas do AISD, utilizando o método SLOFEC. ....  | 41 |
| Figura 25: | Ângulo de fase (Graus) versus porcentagem de fase ferrita ( $\delta$ ), para a técnica ECT.....  | 41 |
| Figura 26: | Ângulo de fase de sinal (Graus) SLOFEC versus porcentagem de fase ferrita ( $\delta$ ).....  | 42 |
| Figura 27: | Comportamento da impedância normalizada da bobina contra diferentes percentuais de martensita na frequência ideal de 250 Hz.....   | 43 |
| Figura 28: | (a) Ferritoscópio desenvolvido pela Helmut Fischer®, (b) Princípio de funcionamento do ferritoscópio.....  | 44 |
| Figura 29: | Variação das permeabilidades medidas em um aço inoxidável super duplex para várias temperaturas e tempos de envelhecimento.....  | 45 |
| Figura 30: | Curvas de magnetização de saturação ( $m_s$ ) e leitura do ferritoscópio (F) em função do percentual da fase $\sigma$ , para amostras deformadas e não deformadas, envelhecidas a 800°C por diferentes tempos..... | 46 |
| Figura 31: | Representação esquemática da bancada de testes. ....   | 47 |
| Figura 32: | Variação da permeabilidade magnética e dureza para as amostras de material envelhecido a 475° C, em função do tempo. ....  | 48 |
| Figura 33: | Bancada de ensaios não destrutíveis. ....  | 50 |
| Figura 34: | Amostra sobreposta com a grade de 100 pontos utilizada no Adobe Photoshop CS6. ....  | 52 |
| Figura 35: | Micrografia do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO (Ataque: KOH). ....  | 54 |
| Figura 36: | Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 700°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH). ....  | 56 |
| Figura 37: | Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 750°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH). ....  | 58 |
| Figura 38: | Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH). ....  | 60 |

|            |   |    |
|------------|---|----|
| Figura 39: | Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 850°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH). .....                | 62 |
| Figura 40: | Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH). .....                | 64 |
| Figura 41: | Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 950°C (a) por 15 minutos; (b) 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH). .....                    | 66 |
| Figura 42: | Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 1000°C (a) por 15 minutos; (b) 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH). .....                   | 68 |
| Figura 43: | Difratograma de raios X para o AID SAF 2205 como recebido, 800°C envelhecido por 60 minutos, 900°C envelhecidos por 15 e 60 minutos.....                    | 69 |
| Figura 44: | Fração volumétrica da fase $\sigma$ em todas as condições de tratamento térmico para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos. . | 71 |
| Figura 45: | Valores de Dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido nos tempos de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.....                        | 72 |
| Figura 46: | Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 700°C (a) e 750°C (b) para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos. ....   | 75 |
| Figura 47: | Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 800°C (a) e 850°C (b) para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos. ....   | 76 |
| Figura 48: | Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 900°C (a) e 950°C (b) para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos. ....   | 77 |
| Figura 49: | Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 1000°C para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos. ....                  | 78 |
| Figura 50: | Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase $\sigma$ para o AID SAF 2205 envelhecido a 700°C (a) e 750°C (b). ....                     | 79 |
| Figura 51: | Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase $\sigma$ para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C (a) e 850°C (b). ....                     | 80 |
| Figura 52: | Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase $\sigma$ para o AID SAF 2205 envelhecido a 900°C (a) e 950°C (b). ....                     | 81 |
| Figura 53: | Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase $\sigma$ para o AID SAF 2205 envelhecido a 1000°C. ....                                    | 82 |
| Figura 54: | Curva da amplitude em função do Campo. ....   | 83 |

|            |   |    |
|------------|---|----|
| Figura 55: | Comportamento da densidade de fluxo magnético com tempo de envelhecimento para o $H = 265,7$ A/m. ....  | 84 |
| Figura 56: | Comparativo do percentual de fase sigma x campo induzido B para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C (a) e 900°C (b). ....  | 85 |
| Figura 57: | Comparativo do percentual de energia de impacto x Fase sigma x Permeabilidade magnética (a) e Comparativo do percentual de energia de impacto x Fase sigma x Densidade de fluxo magnético (b) para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C e 900°C. .... | 87 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 1: Composição do AID UNS-S31803, como recebido, em percentual de peso..... | 49 |
| Tabela 2: Quantidades de fase $\sigma$ obtidas por MO .....                       | 70 |

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

|                  |   |
|------------------|---|
| ABNT             | Associação Brasileira de Normas Técnicas  |
| AID              | Aços Inoxidáveis Duplex   |
| AISD             | Aço Inoxidável Super Duplex   |
| Al               | Alumínio  |
| ASTM             | <i>American Society for Testing and Materials</i> (Sociedade Americana de Testes e Materiais) |
| B                | Densidade de fluxo magnético  |
| C                | Carbono   |
| CCC              | Cúbica de Corpo Centrada  |
| CFC              | Cúbica de Face Centrada   |
| Cr               | Cromo   |
| Cu               | Cobre   |
| DRX              | Difração de Raios X   |
| ECT              | <i>Eddy Current Testing</i> (Ensaio de correntes parasitas)                                   |
| END              | Ensaio Não Destrutivo   |
| Fe               | Ferro   |
| G                | Gauss   |
| GSCMat           | Grupo de Simulação de Comportamento de Materiais  |
| H                | Campo magnético   |
| H <sub>2</sub> O | Água  |
| HCl              | Ácido Clorídrico  |
| HRC              | Dureza Rockwell C   |
| HV               | Dureza Vickers  |
| i                | Corrente elétrica   |
| IFPB             | Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba                                |
| KOH              | Hidróxido de Potássio   |
| M                | Magnetização  |
| MET              | Microscopia Eletrônica de Transmissão   |
| MEV              | Microscopia Eletrônica de Varredura   |
| Mn               | Manganês  |
| MO               | Microscopia Óptica  |

|                  |  |
|------------------|--|
| Mo               | Molibdênio   |
| N                | Nitrogênio   |
| Nb               | Nióbio   |
| NBR              | Norma Brasileira   |
| Ni               | Níquel   |
| Ni <sub>eq</sub> | Níquel equivalente   |
| P                | Fósforo  |
| PCA              | <i>Principal Component Analysis</i> (Análise de Componente Principal)                          |
| Rh               | Constante Hall do material   |
| RMB              | Ruído Magnético de Barkhausen  |
| S                | Enxofre  |
| SAE              | <i>Society of Automotive Engineers</i> (Sociedade de engenheiros automotivos)                  |
| SAF              | <i>Sandvik Austenite Ferrite</i>   |
| SLOFEC           | <i>Saturated Low Frequency Eddy Current</i> (Correntes parasitas de baixa frequência saturada) |
| Si               | Silício  |
| Sn               | Estanho  |
| ST               | Solução Tratada  |
| TTT              | Tempo Temperatura Transformação  |
| UNS              | <i>Unified Numbering System</i> (Sistema de numeração unificada)                               |
| V <sub>h</sub>   | Tensão Hall  |
| V <sub>s</sub>   | Tensão de alimentação do sensor  |
| α                | Fase alfa (ferrita rica em ferro)  |
| α'               | Fase alfa linha (ferrita rica em cromo)  |
| γ                | Fase gama (austenita)  |
| γ <sub>2</sub>   | Fase gama dois (austenita secundária)  |
| δ                | Fase delta (ferrita)   |
| ε                | Fase epsilon   |
| μ                | Permeabilidade magnética   |
| μ <sub>0</sub>   | Permeabilidade magnética do vácuo  |
| π                | Fase pi  |
| σ                | Fase sigma   |
| χ                | Fase chi   |
| φ                | Ângulo φ (rotação dos domínios)  |

## SUMÁRIO

|   |    |
|---|----|
| 1. INTRODUÇÃO .....   | 15 |
| 1.1. OBJETIVOS.....   | 17 |
| 1.1.1. Objetivo Geral .....   | 17 |
| 1.1.2. Objetivos Específicos .....  | 17 |
| 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....  | 18 |
| 2.1. DOMÍNIOS MAGNÉTICOS .....  | 18 |
| 2.2. CURVA DE MAGNETIZAÇÃO E SUAS REGIÕES .....   | 20 |
| 2.3. REGIÃO DE REVERSIBILIDADE DOS DOMÍNIOS MAGNÉTICOS.....   | 21 |
| 2.4. PERMEABILIDADE MAGNÉTICA .....   | 23 |
| 2.5. INTERAÇÃO ENTRE CAMPO MAGNÉTICO E MATERIAL.....  | 24 |
| 2.6. AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX .....  | 28 |
| 2.6.1. Fases presentes nos aços inoxidáveis duplex .....  | 29 |
| 2.6.2. Estudo da formação da fase $\sigma$ .....  | 30 |
| 2.7. TÉCNICAS DE ENSAIOS NÃO DESTRUTÍVEIS PARA ACOMPANHAMENTO<br>DA FASE SIGMA.....                   | 33 |
| 2.7.1. Técnica de Ultrassom .....   | 33 |
| 2.7.2. Ensaio magnético para acompanhamento da fase $\sigma$ .....                                    | 35 |
| 2.7.3. Ruído Barkhausen .....   | 36 |
| 2.7.4. Correntes parasitas.....   | 38 |
| 2.7.5. Técnica de caracterização através de medidas de permeabilidade magnética.....                  | 43 |
| 2.7.6. Caracterização por campo magnético induzido na região de reversibilidade dos<br>domínios ..... | 46 |
| 3. METODOLOGIA .....  | 49 |
| 3.1. MATERIAL .....   | 49 |
| 3.2. OBTENÇÃO DE AMOSTRAS COM DIFERENTES QUANTIDADES DE FASE $\Sigma$ ..                              | 49 |
| 3.2.1. Tratamento térmico de envelhecimento para obtenção da quantidade de fase $\sigma$ ...          | 49 |
| 3.3. CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA.....  | 50 |
| 3.3.1. Bancada de teste para determinação de intensidade de campo magnético<br>induzido (B).....      | 50 |
| 3.3.2. Tratamento dos Sinais .....  | 51 |
| 3.4. DETERMINAÇÃO DA QUANTIDADE DE FASE $\Sigma$ .....  | 51 |
| 3.4.1. Caracterização por microscopia óptica.....   | 51 |
| 3.4.2. Caracterização por difração de raios X.....  | 52 |
| 3.4.3. Ensaio de dureza .....   | 53 |
| 3.4.4. Ensaio de impacto.....   | 53 |

|  |    |
|--|----|
| 3.5. CORRELAÇÃO DOS RESULTADOS .....   | 53 |
| 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....   | 54 |
| 4.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX                           |    |
| SAF 2205.....  | 54 |
| 4.1.1. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex como recebido .....     | 54 |
| 4.1.2. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 700°C.... | 55 |
| 4.1.3. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 750°C.... | 57 |
| 4.1.4. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 800°C.... | 59 |
| 4.1.5. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 850°C.... | 61 |
| 4.1.6. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 900°C.... | 63 |
| 4.1.7. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 950°C.... | 65 |
| 4.1.8. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 1000°C..  | 67 |
| 4.1.9. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex por Difração de Raios   |    |
| X.....   | 69 |
| 4.2. COMPARAÇÃO DOS VALORES DE FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DAS FASES                            |    |
| PRESENTES NO AID SAF 2205 PARA TODOS OS TEMPOS DE                                      |    |
| ENVELHECIMENTO OBTIDOS POR MO .....  | 70 |
| 4.3. ESTUDO DO ENDURECIMENTO DO AID SAF 2205 .....                                     | 72 |
| 4.4. ESTUDO DO COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DO AID SAF 2205 COM O                           |    |
| ENVELHECIMENTO .....   | 73 |
| 4.4.1. Acompanhamento do envelhecimento por medidas de permeabilidade magnética        |    |
| .....  | 73 |
| 4.4.2. Determinação do valor de H ótimo para acompanhamento da formação da fase        |    |
| $\sigma$ .....   | 82 |
| 4.4.3. Comportamento da densidade de fluxo magnético em função do H ideal. ....        | 83 |
| 4.4.4. Estudo da correlação entre energia absorvida por impacto, densidade de fluxo    |    |
| magnético e percentual de fase $\sigma$ .....  | 84 |
| 4.5. COMPARAÇÃO DO MÉTODO DA PERMEABILIDADE COM O DA                                   |    |
| APLICAÇÃO DO H IDEAL.....  | 86 |
| 5. CONCLUSÃO .....   | 89 |
| SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....  | 90 |
| REFERÊNCIAS.....   | 91 |

# 1. INTRODUÇÃO

Alterações microestruturais em materiais são normalmente caracterizados utilizando métodos convencionais como difração de raios X, microscopia óptica e eletrônica de varredura entre outras técnicas. Estes ensaios são destrutivos, consomem tempo e as amostras examinadas não podem ser usadas depois para a aplicação que foi projetada. Assim sendo, ensaios não destrutivos (END) vem sendo empregado para caracterização de estruturas em serviço. Entre as várias técnicas de END, como: emissão acústica, radiografia, ensaio visual, líquido penetrante, ultrassom, correntes parasitas, ruído magnético de Barkhausen e etc, (ABENDI, 2012 apud LEITE, 2014) as técnicas que analisam o comportamento magnético vêm ganhando espaço e cada vez mais confiabilidade. Estas técnicas utilizam as propriedades magnéticas para avaliação não destrutiva de algumas propriedades, como resistência mecânica, resistência a corrosão e tenacidade (GHANEI et al., 2013).

Os Aços Inoxidáveis Duplex são aços que aliam resistência a corrosão e altos valores de resistência mecânica além de possuírem elevada capacidade de absorver impacto. Características essas atribuídas a sua microestrutura bifásica, constituída por proporções semelhantes de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ), permitindo a esses materiais, aplicações em ambientes extremamente agressivos. Contudo, tais ambientes, assim como determinados processos em temperaturas superiores a 600°C, provocam nesses materiais a formação de fases prejudiciais, com destaque para a formação da fase  $\sigma$  (PARDAL, 2009; TAVARES et al., 2010).

Estudos relacionados à formação da fase  $\sigma$  são de extrema importância, visto que pequenas quantidades, em torno de 4%, já são suficientes para fragilizar os aços inoxidáveis duplex. Em decorrência disto, é comum que em alguns casos outras fases precipitadas nestes aços sejam desconsideradas, elegendo-se a fase  $\sigma$  como a principal responsável pela fragilização do material (TAVARES et al., 2010).

Segundo Camerini et al. (2015), em decorrência da fase  $\sigma$  ser paramagnética, um aumento na sua fração volumétrica provoca uma diminuição do comportamento ferromagnético do material. Além disso, como a fase  $\sigma$  é formada a partir da ferrita, que é ferromagnética, a redução de ferrita reduz o ferromagnetismo do material. Essas alterações no comportamento magnético asseguram a utilização de algumas técnicas, como correntes parasitas e ruído Barkhausen.

Durante o teste por correntes parasitas, uma corrente alternada flui através de uma bobina e gera um campo magnético. Quando esta bobina é colocada em contato com um material condutor, uma corrente parasita é induzida. Estas correntes induzidas produzem um campo magnético secundário, que se opõem ao campo primário. Este método é sensível a alterações na resistividade elétrica e permeabilidade magnética de materiais como também à formação de fase  $\sigma$  em aços inoxidáveis duplex (NORMANDO et al., 2010).

O efeito Barkhausen refere-se ao ruído gerado pela interação entre o movimento das paredes dos domínios com a microestrutura do material na região de irreversibilidade de magnetização do material. Se uma bobina é aproximada de uma amostra enquanto se move uma parede de domínio, um impulso elétrico é produzido na bobina devido à alteração resultante na magnetização. O sinal detectado é um ruído chamado ruído Barkhausen. O movimento das paredes de dominios é dificultado por vários fatores, como a microestrutura, limites de grãos, inclusões, etc (NOMANDO et al., 2010).

Outros estudos conseguiram estabelecer uma relação entre a interação da microestrutura do material e a densidade de fluxo magnético gerado na região de reversibilidade do movimento das paredes dos domínios magnéticos. O campo magnético induzido no material sofre alterações devido as variações microestruturais. Esse campo é detectado por um sensor de efeito Hall. Além disso, o baixo custo e fácil manuseio deste sensor permite que sua aplicação proporcione o desenvolvimento de uma promissora técnica de END, baseada na interação entre material e campo magnético (LEITE, 2014).

Silva et al. (2016) obtiveram resultados satisfatórios de análise da permeabilidade magnética, calculados com base nas tensões de saída do sensor de efeito Hall, que foram afetados pelas variações microestruturais do material em estudo. A tensão de saída do sensor é proporcional à densidade das linhas de fluxo magnético que o atinge.

Uma técnica não destrutiva, baseada no monitoramento de condições magnéticas dos AID, de certa forma, vai privilegiar a máxima disponibilidade destes sistemas, sem interrupções no funcionamento dos processos e detectar problemas que possam provocar danos ao meio ambiente, além de perdas humanas. Considerando que os AID possuem em torno de 50% de ferrita contendo propriedades ferromagnéticas, monitorar o comportamento da intensidade do campo magnético a partir da variação microestrutural do material, passa a ser uma alternativa importantíssima na análise dos sistemas que envolvem os AID. Neste contexto, o presente trabalho busca acompanhar a formação da fase fragilizante  $\sigma$ , em um aço inoxidável duplex SAF 2205, proveniente da transformação da fase ferromagnética ferrita na fase paramagnética  $\sigma$ .

## 1.1. OBJETIVOS

### 1.1.1. Objetivo Geral

Desenvolver um ensaio não destrutivo baseado no estudo da interação entre a intensidade de campo magnético aplicado e a microestrutura, que seja capaz de acompanhar a formação da fase fragilizante  $\sigma$  em aços inoxidáveis duplex (AID).

### 1.1.2. Objetivos Específicos

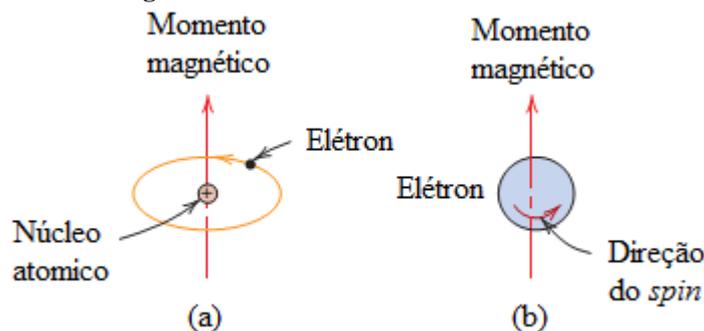
- ✓ Desenvolver um ensaio não destrutivo baseado na interação entre intensidade de campo magnético externo e microestrutura, com valores de campo, na região de reversibilidade do movimento dos domínios magnéticos;
- ✓ Aplicar o ensaio para acompanhamento da formação da fase indesejável sigma, em um aço inoxidável duplex;
- ✓ Determinar o campo magnético ideal para acompanhamento da formação da fase  $\sigma$ ;
- ✓ Documentar em publicações.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. DOMÍNIOS MAGNÉTICOS

A magnetização dos materiais é uma consequência dos momentos magnéticos que estão associados aos elétrons individuais de cada material (CALLISTER, 2007). A origem do momento magnético em um elétron está relacionada ao seu movimento orbital ao redor do núcleo, como apresentado na Figura 1 (a) podendo ser considerado um pequeno circuito elétrico por ser uma carga em movimento. Cada elétron descreve um movimento ao redor de seu próprio eixo, (Figura 1 (b)) dando origem ao segundo momento magnético. Assim sendo, cada elétron pode ser considerado um ímã possuindo momentos magnéticos, orbitais e de *spin* (SILVA, 2010).

**Figura 1: Representação do momento magnético que está associado com (a) elétron em órbita (b) elétron girando ao redor do seu eixo.**

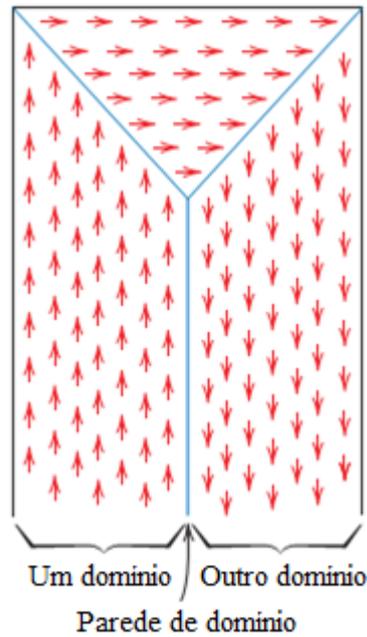


Fonte: CALLISTER, 2007.

Segundo Bertotti (1998) e Cullity (2009), materiais ferromagnéticos possuem um enorme grau de alinhamento na mesma direção e sentido dos seus domínios magnéticos. Onde alguns materiais metálicos possuem momentos magnéticos mesmo na ausência de um campo magnético externo.

Os domínios magnéticos, são regiões de pequeno volume em materiais que estejam abaixo da temperatura de Curie, onde existe um alinhamento mútuo de todos os momentos dipolo magnéticos na mesma direção (CALLISTER, 2007; GRIJALBA, 2010; SILVA 2010; MORGAN, 2013) como mostra a Figura 2.

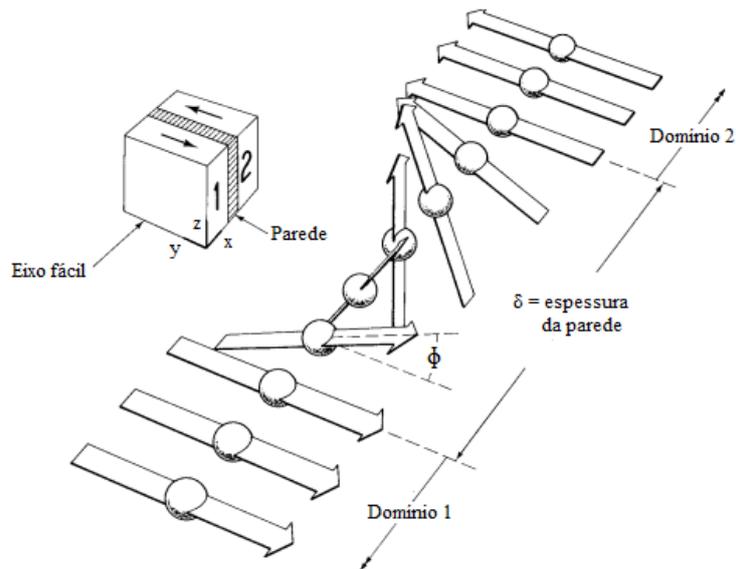
**Figura 2: Representação dos domínios em um material ferromagnético.**



Fonte: CALLISTER, 2007.

A Figura 3 representa a ampliação de uma estrutura da parede de domínio, classificadas como paredes de  $180^\circ$ , onde fica possível verificar que na região entre os domínios 1 e 2, a direção de orientação dos *spins* muda gradualmente de um domínio para o domínio adjacente, com uma variação de  $\phi$ . (CULLITY, 2009).

**Figura 3: Estrutura de uma parede de domínio de  $180^\circ$ .**



Fonte: CULLITY, 2009.

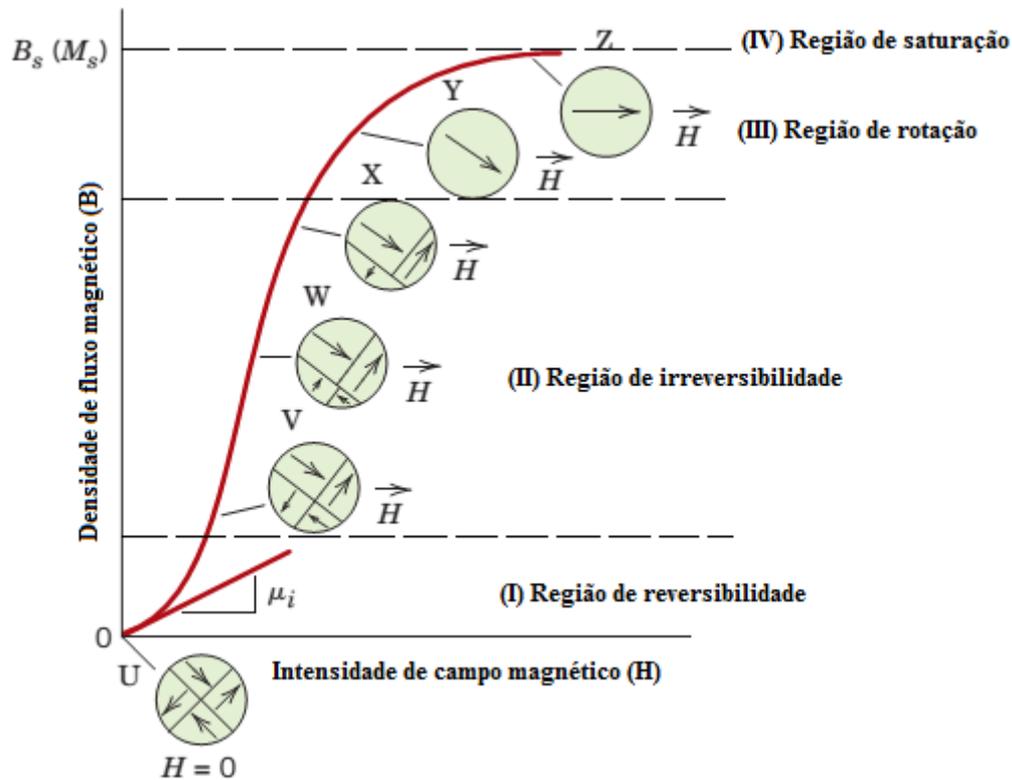
Segundo Silva (2010), a movimentação da parede costuma sofrer determinada resistência, provocada por defeitos na microestrutura do material tais como: inclusões, poros, contorno de grão, discordâncias, lacunas, etc. Esse movimento não é livre e depende do campo magnético externo aplicado. À medida que a intensidade do campo magnético externo é ampliada, a parede de domínio normalmente consegue ultrapassar o defeito, movendo-se até o próximo defeito que impedirá o seu avanço, desta maneira essa movimentação ocorre aos saltos, denominados saltos de Barkhausen (CULLITY, 2009).

## 2.2. CURVA DE MAGNETIZAÇÃO E SUAS REGIÕES

À medida que se aumenta o campo magnético em um material ferromagnético, haverá um conseqüente aumento em sua polarização magnética. (SILVA, 2010). A Figura 4 representa a curva de magnetização e suas quatro regiões distintas. Nesta é possível observar que quando um campo magnético é aplicado, os domínios magnéticos tendem a movimentar-se em suas fronteiras, mudando sua direção e tamanho. Estruturas de domínios são mostrados ao longo de U até Z na curva B contra H. Na região I, na ausência de um campo magnético é possível observar que os momentos dos domínios são orientados de forma aleatória. A aplicação de uma intensidade de campo magnético nesta região, não causa a movimentação permanente do domínio magnético, pois a magnetização nessa região é reversível (CALLISTER, 2007).

À medida que um campo magnético externo é aplicado, na região II, provoca o crescimento de domínios que estão orientados na mesma direção ou próximos à direção do campo aplicado, que crescem sobrepondo-se a aqueles com direções desfavoráveis ao campo aplicado. Esse deslocamento dos domínios é irreversível provocando uma magnetização no material. Na região III, este processo continua com o aumento da intensidade do campo até que a amostra microscópica se torne um único domínio, que tende a se orientar na direção do eixo de fácil magnetização, mais próxima da direção do campo aplicado, onde ocorre a rotação deste domínio que se alinha com o campo aplicado. Na região (IV), ocorre a saturação, e mesmo com o aumento do campo aplicado o valor de M não mais aumentará, pois, todos os domínios magnéticos já estarão alinhados na direção e sentido do campo aplicado (CALLISTER, 2007).

Figura 4: Comportamento dos domínios magnéticos nos vários estágios de magnetização.



Fonte: Adaptado de CALLISTER, 2007.

A intensidade do campo magnético externo aplicado determinará se o processo de magnetização será reversível ou irreversível, podendo ocorrer por movimentação das paredes de domínio e/ou rotação dos domínios (LIMA JÚNIOR, 2014). O tópico a seguir destaca a região reversível neste processo de magnetização.

### 2.3. REGIÃO DE REVERSIBILIDADE DOS DOMÍNIOS MAGNÉTICOS

Segundo Chikazumi (2005), processos de magnetização são respostas da estrutura de materiais ferromagnéticos à aplicação de um campo magnético externo, podendo ocorrer por movimentação das paredes de domínio e/ou por rotação da direção de magnetização dos domínios e, conforme a intensidade e direção do campo, esses processos podem ser reversíveis ou irreversíveis. Para Birkáková et al. (2015), o estudo de processos de magnetização reversíveis e irreversíveis, podem fornecer importantes informações sobre o comportamento de materiais eletromagnéticos, em diferentes densidades de fluxo magnéticos ou frequências de magnetização. Esses parâmetros que influenciam no processo de magnetização permitem inclusive, avanços na produção de materiais.

Wlodarski (2006) apud Leite (2014) refere-se a região de linearidade da curva de magnetização (ver Figura 4) como sendo aquela onde há reversibilidade no processo de orientação dos domínios magnéticos. Cullity (2009) descreve essa região, como sendo aquela onde o ciclo de histerese inicial torna-se apenas uma linha, onde os valores de campo magnético aplicados são pequenos. Para essa região os valores de  $\mu$  são constantes e comumente se encontram tabelados. Porém, vários fatores podem alterar esses valores, tais como: composição química, tamanho e orientação do grão (LANDGRAF, 2001).

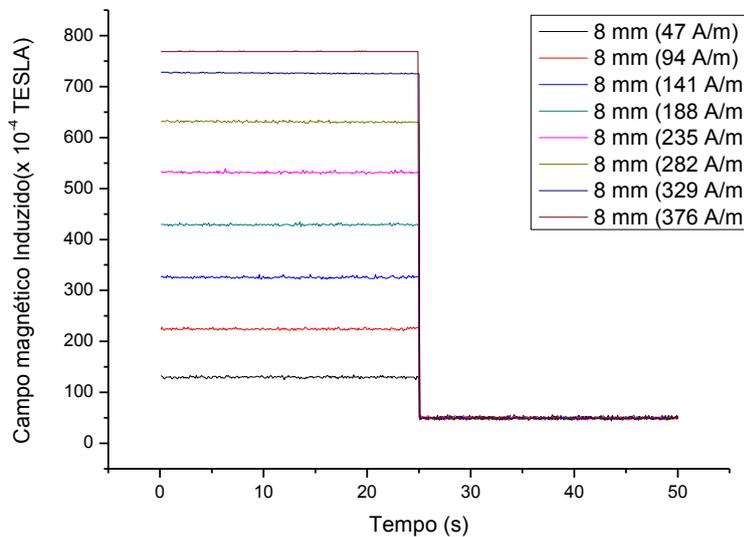
Para um campo magnético aplicado em estruturas monodomínio os seus momentos magnéticos tendem a girar na direção do campo, desviando da direção de fácil magnetização por um ângulo  $\phi$ . Em regiões com anisotropia elevada, quando a intensidade do campo não consegue desviar a direção de magnetização para um ângulo superior a  $90^\circ$ , o processo torna-se reversível. Retornando neste caso a magnetização ao seu sentido original (GUIMARÃES, 2009).

Nos cristais multidomínios, a energia de uma parede de domínios depende de sua posição, devido a interação com impurezas e defeitos, regiões essas que dificultam sua passagem. Caso a parede não tenha energia suficiente para supera-las, ficará aprisionada (GUIMARÃES, 2009). Dependendo da intensidade do campo magnético, as paredes podem apresentar comportamentos reversíveis ou irreversíveis. Quando apenas a borda da parede fica aprisionada e sua superfície pode se mover livremente, possibilitando assim, que a parede se movimente similar a uma membrana, amentando sua área e energia magnética, tem-se um processo reversível, porque a parede pode retornar a sua posição original com a diminuição do campo magnético aplicado. Se a energia aumentar fazendo com que toda a parede salte o obstáculo tem-se um processo irreversível (GUIMARÃES, 2009).

Como mencionado anteriormente a região de reversibilidade só é possível para pequenos campos aplicados. Nessa faixa de campo magnético muitos materiais ferromagnéticos operam na região de reversibilidade da movimentação das paredes de domínio magnético (CULLITY, 2009). O comportamento da densidade de fluxo de cada material nesta região de trabalho, passa a não sofrer uma dependência da geometria da peça e de defeitos no material, permitindo desta maneira, um monitoramento com pequenos valores de campo aplicado.

Andrade (2016) relacionou os valores de densidade de fluxo magnético para diferentes campos externos aplicados em função do tempo, para uma amostra de 8 mm de espessura e diâmetro 24 mm do aço SAE 1045, utilizando medidas de tensão de um sensor de efeito Hall, como mostrado na Figura 5.

**Figura 5: Variação da densidade de fluxo magnético na amostra de 8 mm para diversos campos magnéticos aplicados.**



**Fonte: ANDRADE, 2016.**

Os valores de densidade de fluxo magnético aumentam com o valor do campo magnético externo aplicado. É possível observar que todos os valores de densidade de fluxo magnético retornaram ao valor inicial (40 Gauss) após a remoção do campo aplicado, decorridos aproximadamente 25 segundos. Assim, a ausência de campo remanescente da magnetização confirmou que os experimentos de Andrade (2016), foram realizados na região de reversibilidade dos domínios magnéticos.

## 2.4. PERMEABILIDADE MAGNÉTICA

A permeabilidade magnética ( $\mu$ ) é a medida da facilidade com que o fluxo magnético atravessa um material (TOLEDO, 2007), ou mesmo a medida da quantidade de magnetização que pode sofrer um material ou a facilidade na qual um campo é induzido neste mesmo material (CULLITY, 2009). Landgraf (2001) afirma que a  $\mu$  é a capacidade de um material amplificar um campo magnético externo. A resposta magnética de um meio pode ser medida através de sua permeabilidade magnética  $\mu$ , podendo ser considerada uma função linear de H na região de reversibilidade dos domínios magnéticos. Nesta região os valores  $\mu$  são constantes e comumente se encontram tabelados (GUIMARÃES, 2009, LEITE, 2014), sendo o seu valor

obtido pela razão entre B e H, em que a densidade de fluxo, surge a partir da aplicação de um campo magnético (CULLITY, 2009). Assim,

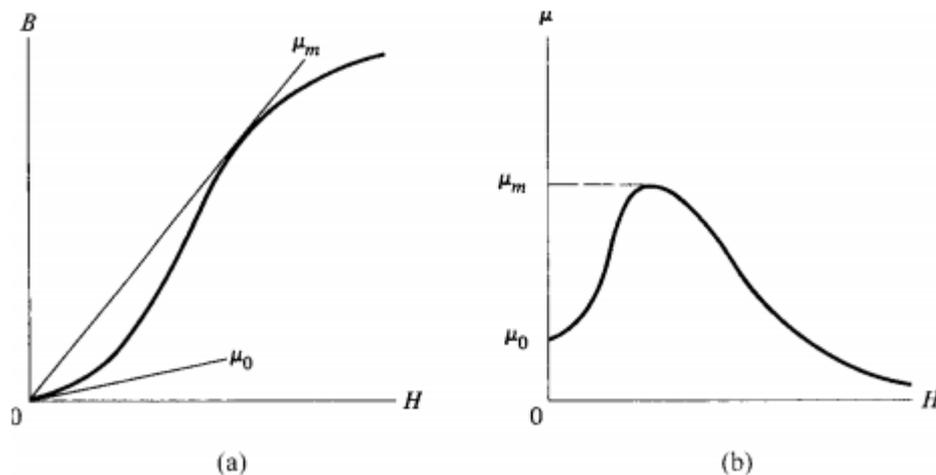
$$\mu = \frac{B}{H} \quad (1)$$

Onde,  $\mu$  é inerente ao meio específico. A razão entre a permeabilidade do material e a permeabilidade do vácuo é denominada permeabilidade relativa  $\mu_r$ . Desta maneira,

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \quad (2)$$

A Figura 6 (a) representa a curva de magnetização, que não é linear, conseqüentemente os valores de permeabilidade magnética não são constantes. A Figura 6 (b) representa o comportamento da permeabilidade com a aplicação de um campo magnético externo. É possível notar que na ausência de H existe uma permeabilidade inicial  $\mu_0$  que aumenta com a aplicação de H até um valor máximo  $\mu_m$ , e em seguida decresce com o aumento do campo magnético.

**Figura 6: Curvas típicas da permeabilidade em um material ferromagnético, onde (a) é a permeabilidade inicial e máxima, e (b) a variação de  $\mu$  com H.**



Fonte: CULLITY, 2009.

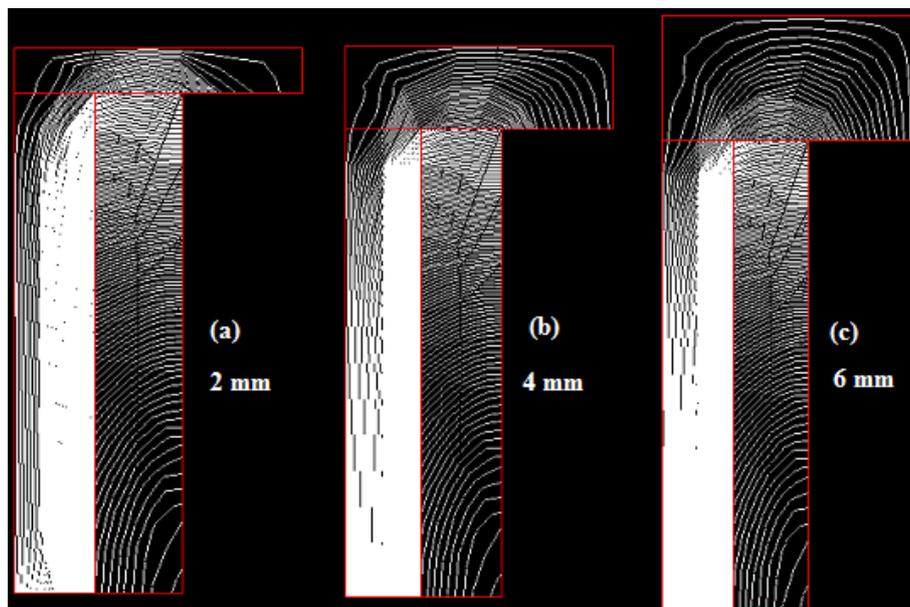
## 2.5. INTERAÇÃO ENTRE CAMPO MAGNÉTICO E MATERIAL

Segundo Cavalcante (2013), o comportamento do fluxo magnético e suas alterações estão ganhando importância em aplicações não destrutivas, permitindo determinar discontinuidades superficiais e também internas em materiais ferromagnéticos.

Quando um material ferromagnético sofre a ação de um campo externo, este material é magnetizado, devido à interação deste campo com os dipolos magnéticos e domínios magnéticos do material (CALLISTER, 2007).

Cavalcante (2013) estudou a relação entre campo magnético e material, através da análise da influência da espessura da peça sobre a forma das linhas de fluxo magnético. Nota-se que espessuras menores sofrem maior influência no que se refere a penetração das linhas de campo no material, devido à influência do meio externo, que no experimento foi o ar. Este estudo foi realizado por meio de simulações utilizando o método dos elementos finitos. A Figura 7 ilustra esse comportamento, onde verificamos um achatamento das linhas de campo para menores espessuras, influenciando no ângulo de entrada das linhas de campo. A inclinação das linhas de campo que penetram no material crescem com o aumento da espessura. As linhas de campo passam a percorrer livremente o material a partir de uma determinada espessura. Este estudo foi feito com a aplicação de uma intensidade de campo magnético fixa.

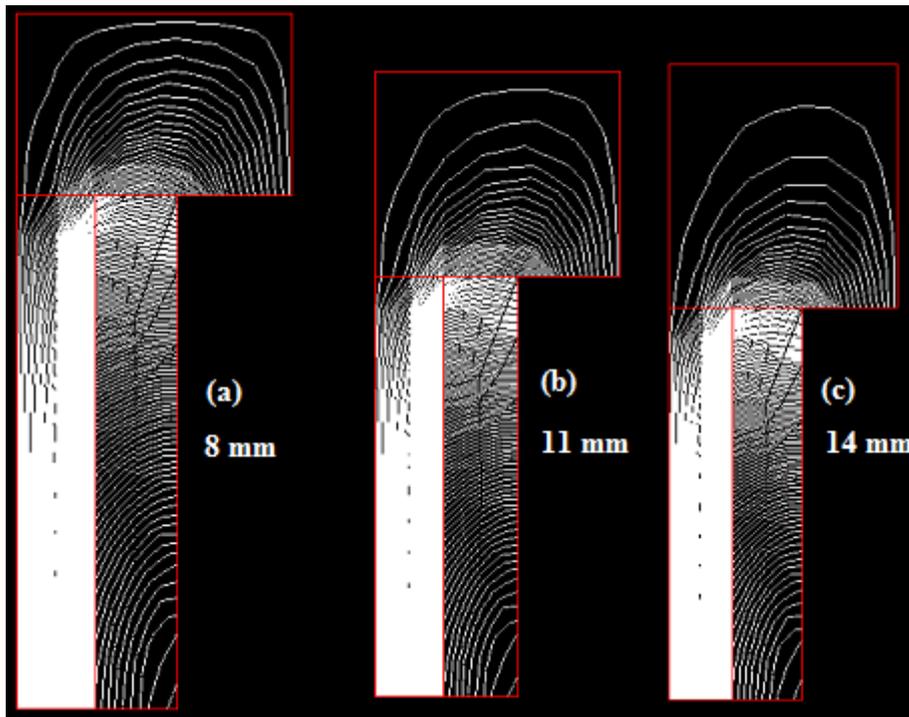
**Figura 7: Perfis do fluxo magnético simulados para o aço SAE 1020 para diferentes espessuras. (a) espessura de 2 mm, (b) espessura de 4 mm e (c) espessura de 6 mm.**



**Fonte: Adaptado de CAVALCANTE, 2013.**

Cavalcante (2013) considerou a espessura de 11 mm, Figura 8 (b), como sendo a espessura na qual as linhas de campo percorrem toda a espessura sem a interferência do meio externo.

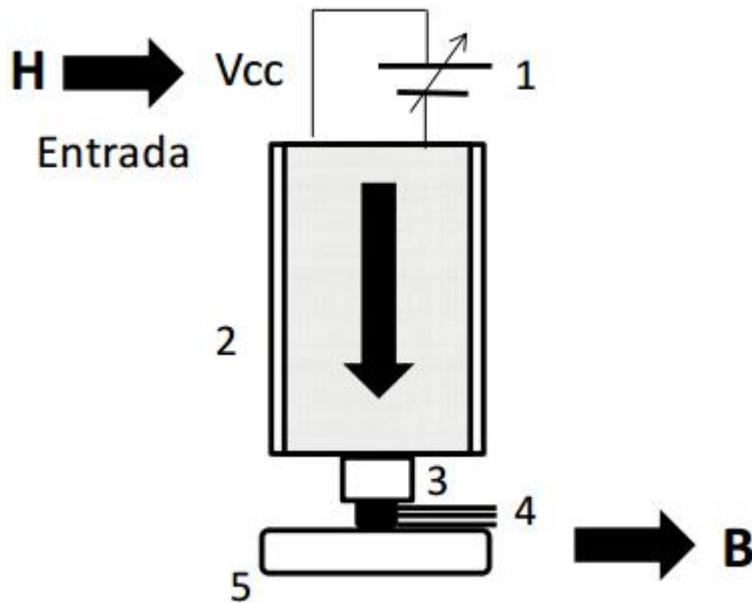
**Figura 8: Perfis do fluxo magnético simulados para o aço SAE 1020 para diferentes espessuras. (a) espessura de 8 mm, (b) espessura de 11 mm e (c) espessura de 14 mm.**



**Fonte: Adaptado de CAVALCANTE, 2013.**

Leite (2014) estudou a interação entre densidade de fluxo magnético e material, através de medidas de tensão Hall. Dois materiais com permeabilidades distintas foram utilizados nesse experimento: um aço SAE 1045 que é ferromagnético e uma liga de alumínio ASTM 6261, que é paramagnética. Para tal experimento Leite (2014) utilizou a técnica de ensaio representada na Figura 9, que tem como princípio de funcionamento, um solenoide (2) que produziu uma intensidade de campo magnético  $H$ , quando alimentado por uma tensão produzida por uma fonte regulável (1). Um sensor de efeito Hall (4) foi posicionado entre a extremidade do núcleo do solenoide (3) e a amostra (5).

Figura 9: Técnica de ensaio proposta.

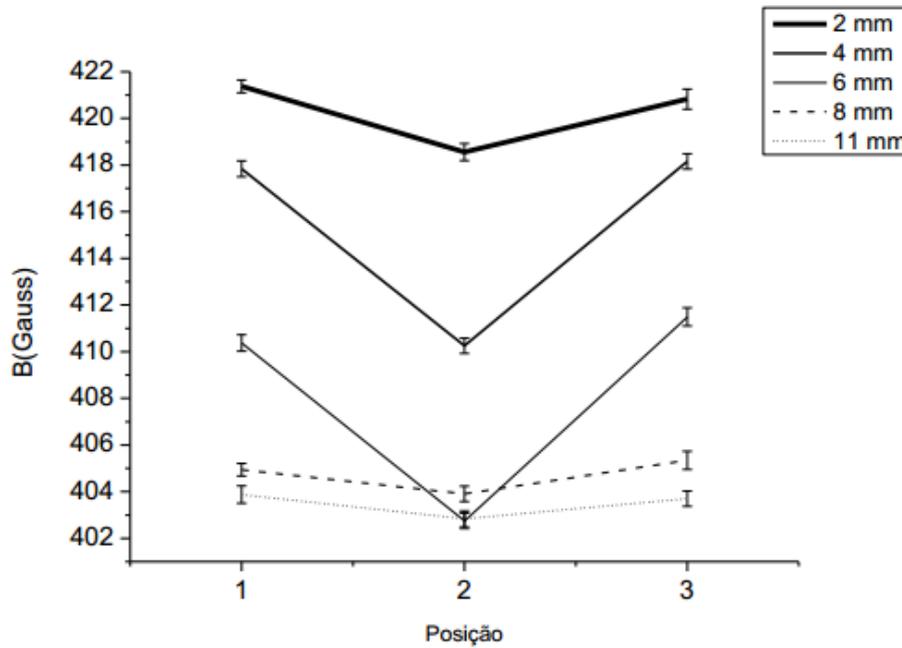


Fonte: LEITE, 2014.

Os resultados obtidos por Leite (2014) com as amostras do aço SAE 1045 foram semelhantes ao de Cavalcante (2013). Pode-se observar um aumento no valor de  $B$  com o aumento da espessura, e que este valor tende a se estabilizar a partir da espessura de 8 mm. O aumento da espessura leva a uma maior penetração das linhas de campo magnético no material.

Leite (2014) efetuou o mesmo procedimento experimental, para estudar amostras de alumínio ASTM 6261 como mostra a Figura 10. Para essas amostras ocorreu uma redução nos valores de  $B$  com o aumento da espessura, estes valores também tenderam a se estabilizar, desta vez a partir da amostra de 6 mm. Essa redução nos valores de  $B$  em função do aumento da espessura, mais uma vez ocorre devido a interferência do meio. Esse fato ocorre por ser, o alumínio um material paramagnético e ter permeabilidade magnética muito baixa, próxima a do ar.

**Figura 10: Campo magnético induzido no centro e na proximidade da borda das amostras do alumínio ASTM 6261 (posição 1: 6 mm à esq. do centro; posição 2: centro; posição 3: 6 mm à dir. do centro).**



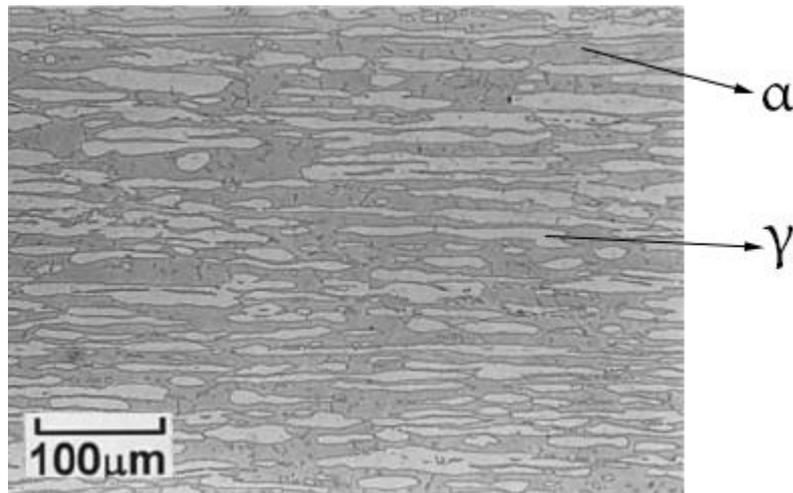
Fonte: LEITE, 2014.

## 2.6. AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

O AID possui uma microestrutura composta por duas fases de onde advém o nome duplex. Este contém aproximadamente 50% de austenita ( $\gamma$ ) em forma de ilhas de estrutura cúbica de face centrada (CFC), em uma matriz ferrítica ( $\alpha$ ) de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), responsável também por outra fração em torno de 50%. (GUNN, 1992; MUTHUPANDI et al., 2003; LIPPOLD, 2005 e VARELA, 2007 apud PARDAL, 2009).

A Figura 11 mostra uma microestrutura duplex de um aço inoxidável comercial formada pelas duas fases, mostrando a fase ferrita (cinza escuro) e fase austenita (cinza claro).

**Figura 11: Microestrutura típica na condição comercial duplex.**



**Fonte: Adaptado de CHEN e YANG, 2001.**

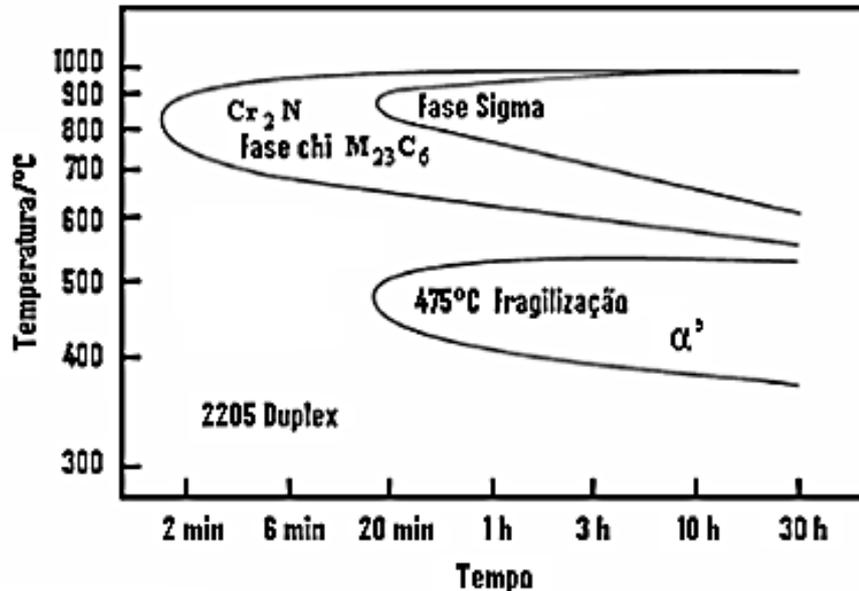
### **2.6.1. Fases presentes nos aços inoxidáveis duplex**

Inúmeras mudanças podem acontecer nos AID durante tratamentos isotérmicos. A maioria dessas transformações está relacionada à ferrita ( $\alpha$ ), pois a taxa de difusão nesta fase é cerca de 100 vezes mais rápida que na fase austenita ( $\gamma$ ), tendo relação direta com o menor parâmetro de rede da estrutura cristalina CCC. Outro fator determinante é o fato da ferrita ser rica em Cr e Mo, conhecidos por promover a precipitação de fases intermetálicas. A solubilidade destes elementos diminui na ferrita, conforme o decréscimo da temperatura, aumentando a probabilidade de precipitação destes compostos durante os processos de tratamentos térmicos (GUNN, 1992; LIPPOLD e KOTECKI, 2005 apud PARDAL, 2009).

Um dos métodos para identificação das fases presentes nos AID são as análises das curvas temperatura-tempo-transformação (Curvas TTT), sendo frequentemente empregados para mostrar as fases que são formadas em função da temperatura e tempo. O diagrama TTT da Figura 12 possui duas regiões distintas, sendo uma no intervalo de 300°C a 600°C, onde temos a formação das fases  $\pi$  ( $\pi$ ),  $\epsilon$  ( $\epsilon$ ),  $\alpha'$  e G, sendo a fase  $\alpha'$  responsável pela fragilização dos AID e outra no intervalo 600°C a 1050°C, que apresenta a formação das fases R,  $\text{Mo}_{23}\text{C}_6$ ,  $\gamma_2$ ,  $\chi$ ,  $\text{Cr}_2\text{N}$ ,  $\sigma$  e  $\text{N}_7\text{C}_3$ . Nessa faixa de temperatura, a fase  $\sigma$  é um precipitado fortemente fragilizante, podendo formar-se em altas temperaturas decorrentes dos processos de conformação a quente, soldagem na construção e montagem de componentes de equipamentos de processo como vasos de pressão (PARDAL, 2009). Esta fase é frequentemente associada a uma forte redução da tenacidade ao impacto e a perda de resistência à corrosão (TAVARES et

al., 2000; GUNN, 2003 e SMUK, 2004 apud PARDAL, 2009). O presente trabalho concentra-se na região acima de 600°C.

Figura 12: Possíveis fases precipitadas no AID SAF 2205.



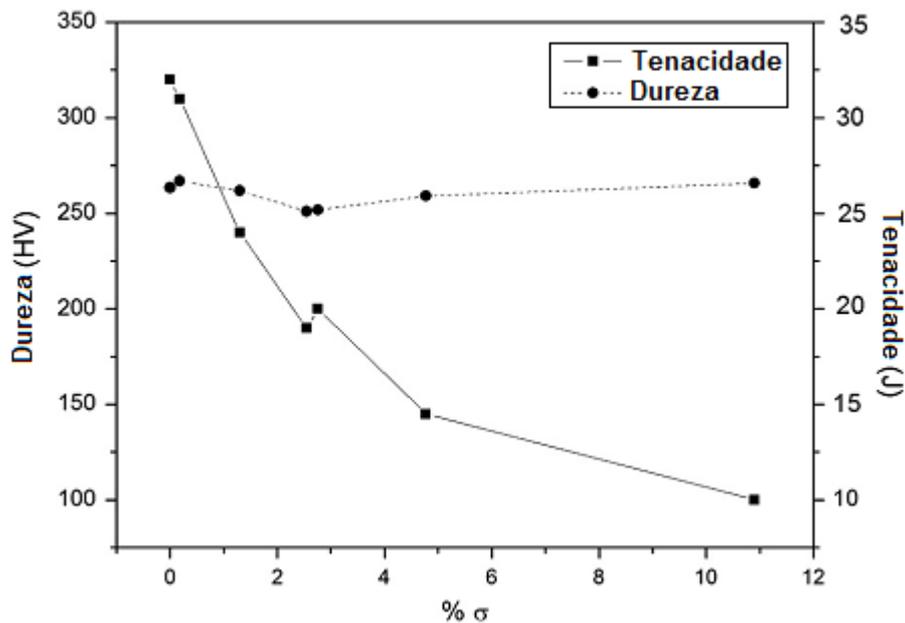
Fonte: SEDRIKS, 1996 apud FIALHO, 2015.

### 2.6.2. Estudo da formação da fase $\sigma$

A formação da fase sigma inicia-se com nucleação nos pontos de alta energia, como: contornos de grãos, pontos triplos de grãos ou discordâncias (GIRALDO, 2001 apud ROMANA, 2009). Esta fase precipita-se a partir da fase ferrítica nas interfaces ferrita/austenita, como também, em contornos de grãos ferrita/ferrita, podendo ocorrer como produto da decomposição eutetoide da ferrita original gerando, inclusive, austenita secundária ( $\gamma_2$ ) (MAGNABOSCO, 2001).

Pequenas quantidades de fase  $\sigma$ , como mostra a Figura 13, promovem uma diminuição considerável de resistência sem influência notável sobre a dureza, onde aproximadamente a precipitação de 4% em volume desta fase pode resultar em um decréscimo de aproximadamente 90% da tenacidade (TAVARES et al., 2000; PARDAL, 2009). Segundo Tavares et al. (2010) a precipitação de 1,3% de fase  $\sigma$  diminuiu a resistência ao impacto de 32J (amostra ST – Solubilizada – sem envelhecimento) para 24J (amostra de ST-800-10 – Envelhecimento a 800°C por uma hora).

Figura 13: Variação de Tenacidade e dureza com %  $\sigma$ .



Fonte: TAVARES et al, 2010.

Brandi e Padilha, (1990) apud Magnabosco (2001) listam quatro tipos de reações de decomposição da ferrita para a formação de fase  $\sigma$  em AID:

1. Precipitação contínua ( $\delta \rightarrow \sigma + \alpha$  empobrecida em cromo e molibdênio);
2. Precipitação descontínua ( $\delta \rightarrow \sigma + \alpha$  empobrecida em cromo e molibdênio);
3. Eutetóide lamelar ( $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ );
4. Eutetóide divorciado ( $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ ).

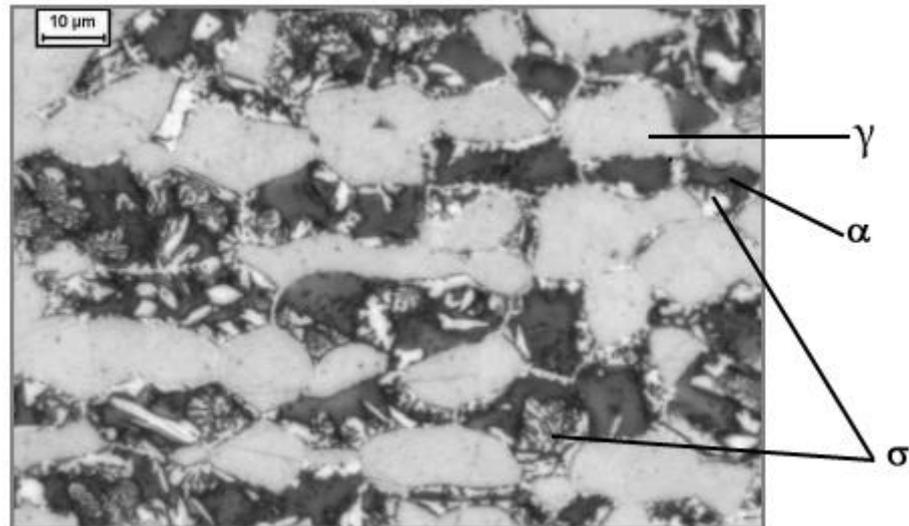
As reações 2 e 3 geram como produto microestruturas lamelares, enquanto as reações 1 e 4 provocam o surgimento de fase  $\sigma$  com morfologia de partículas isoladas (MAGNABOSCO, 2001). Barbosa et al. (1976), apud Magnabosco (2001) comprovaram que esta morfologia se dá quando o envelhecimento de aços dúplex solubilizados ocorre próximo a 900°C, enquanto que a 700°C e 800°C há formação de eutetóide lamelar composto de  $\sigma$  e austenita secundária.

Padilha (1990) apud Magnabosco (2001) confirmou que a principal reação que leva a formação de fase  $\sigma$  nos aços inoxidáveis duplex é a decomposição eutetóide da ferrita, gerando ainda austenita secundária, uma vez que a fração volumétrica de ferrita diminui com o avanço do envelhecimento, mostrando o seu consumo.

Romana (2009) realizou estudos visando compreender a cinética de formação da fase  $\sigma$ , utilizando uma amostra de AID 2507 envelhecida a 800°C por 1 hora, o aço apresentou fase  $\sigma$  com morfologia em coral, como mostra a Figura 14, indicando ou precipitação descontínua

de fase  $\sigma$  e formação de ferrita empobrecida, a partir da ferrita original do material ( $\delta \Rightarrow \sigma + \alpha'$ ), ou decomposição eutetóide da ferrita ( $\delta \Rightarrow \sigma + \gamma_2$ ), que geraria fase  $\sigma$  e austenita secundária intercaladas.

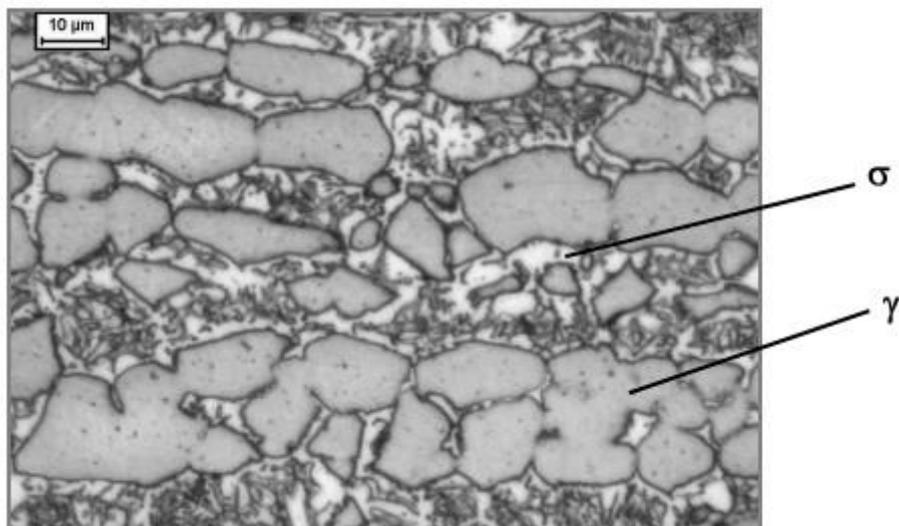
**Figura 14:** Microestrutura da amostra de AID 2507 envelhecida a 800°C por 1 hora.



**Fonte:** Adaptado de ROMANA, 2009.

Para 12 horas de tratamento térmico a 800°C, a amostra já não apresenta mais a fase ferrita em sua microestrutura como mostra Figura 15. É possível observar que a fase  $\sigma$  nesta amostra está mais consolidada, com provável crescimento desta fase, a partir das lamelas encontradas nas amostras de tempo inferior (Figura 14) (ROMANA, 2009).

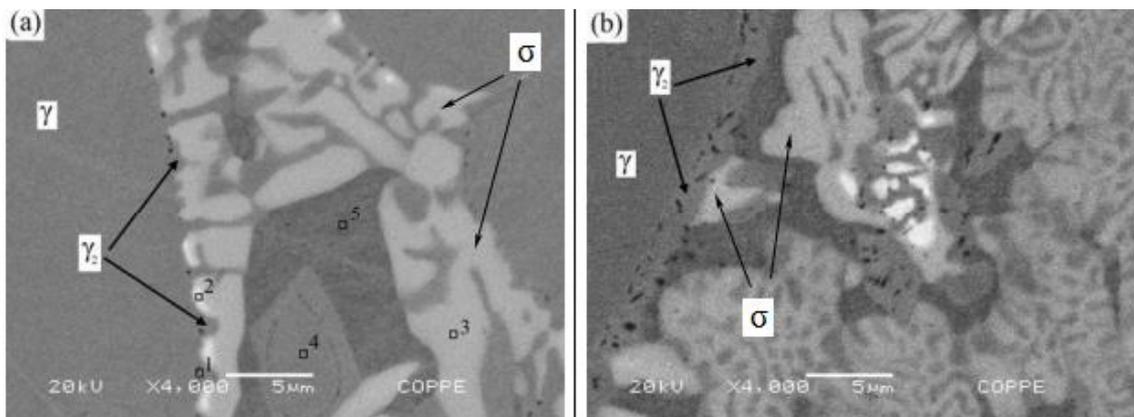
**Figura 15:** Microestrutura da amostra de AID 2507 envelhecida a 800°C por 12 horas.



**Fonte:** ROMANA, 2009.

Lee et al. (1999) apud Pardal (2009) efetuaram tratamentos no mesmo material à temperatura de 900°C durante 1 hora. A Figura 16 (a) apresenta as lamelas de carbonetos e  $\gamma_2$  crescendo em direção a ferrita ( $\delta$ ). A Figura 16 (b) mostra a precipitação típica da fase  $\sigma$  entre os contornos de grãos austeníticos e ferríticos ( $\gamma/\delta$ ). Em processos a altas temperaturas, a precipitação intergranular da fase  $\sigma$  pode ser, preferencialmente, tanto nos contornos de grãos ferríticos ( $\delta/\delta$ ), como também nos contornos ( $\delta/\gamma$ ).

**Figura 16: Fases fragilizantes precipitadas, obtidas através de MEV. Amostras tratadas a 900°C durante 60 minutos: (a) SD-A. (b) SD-B.**



Fonte: Adaptado de PARDAL, 2009.

## 2.7. TÉCNICAS DE ENSAIOS NÃO DESTRUTÍVEIS PARA ACOMPANHAMENTO DA FASE SIGMA

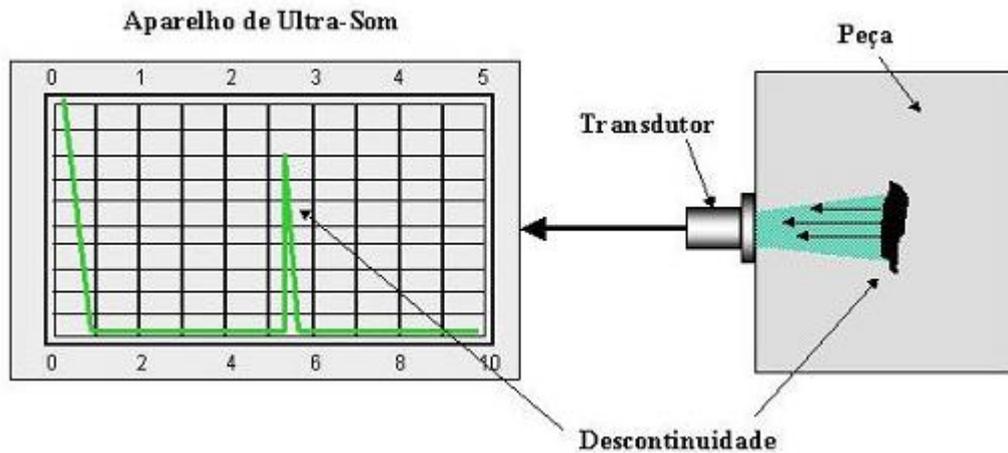
### 2.7.1. Técnica de Ultrassom

O ensaio de ultrassom tem sido utilizado há várias décadas para determinar as propriedades mecânicas dos sólidos de uma forma exata, rápida e não destrutiva. Consiste basicamente na aplicação e captação de ondas acústicas ultrassônicas no material. As ondas apresentarão alterações quando refletidas, provocadas por mudanças nas propriedades estruturais, como trincas, porosidades ou outras discontinuidades. Esta técnica é largamente utilizada em inspeções de solda e medição de espessura (SILVA et al., 2009; NORMANDO et al., 2010 e ALBUQUERQUE et al., 2012).

O princípio de funcionamento consiste na aplicação de um pulso ultrassônico gerado por um cristal piezoelétrico, acoplado no material a ser analisado. Ao incidirem em uma discontinuidade, falha interna ou a superfície oposta do material, esses pulsos são refletidos e

em seguida captados pelo transdutor, convertidos em sinais eletrônicos e mostrados na tela do aparelho de ultrassom, este processo é representado na Figura 17 (ANDREUCCI, 2003).

**Figura 17: Princípio básico do ensaio por ultrassom.**

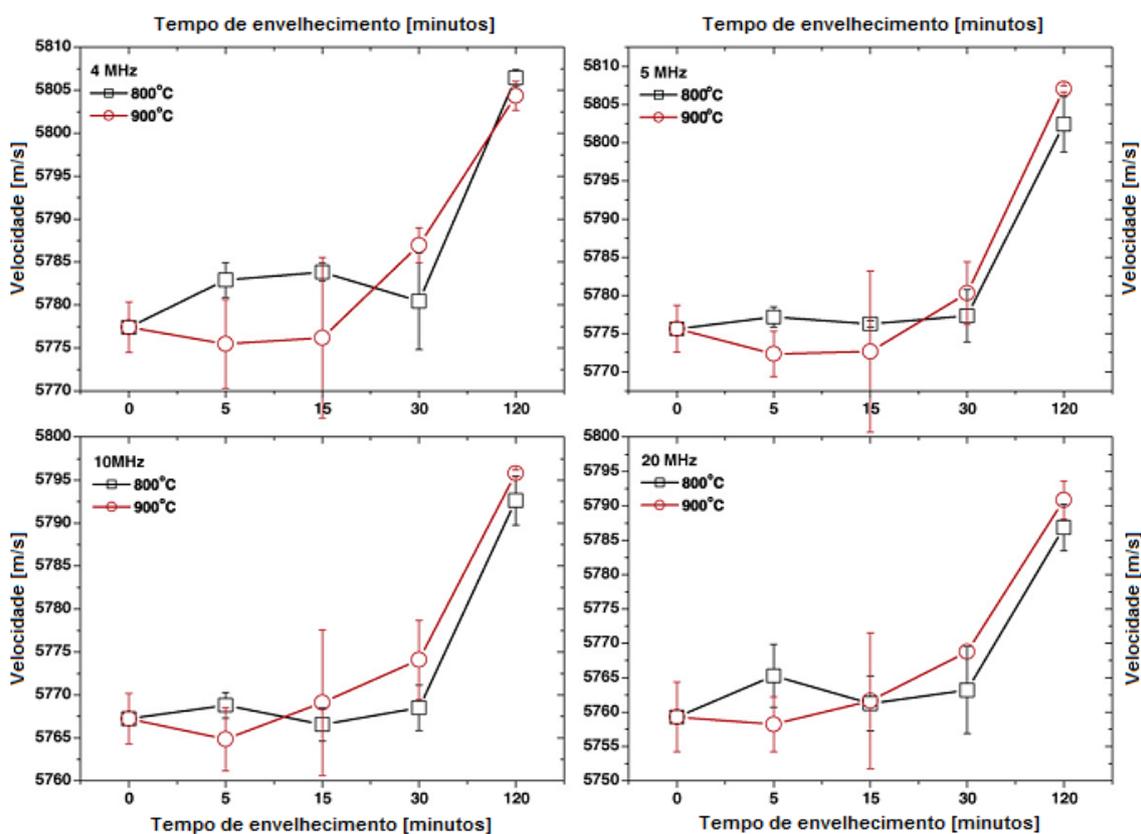


Fonte: ANDREUCCI, 2003.

Testes não destrutivos, tais como métodos ultrassônicos, têm sido usados para acompanhamento de fases em AID a fim de fornecer estudos mais eficientes e precisos, considerando-se que esta técnica contribui para a caracterização de materiais e avaliação das suas propriedades mecânicas, sem qualquer dano ou implicações em uso posterior do material em estudo (ALBUQUERQUE et al., 2012; SILVA et al., 2016).

Normando et al. (2010) com o objetivo de acompanhar a formação da fase  $\sigma$  no AID UNS S31803, através de ensaios ultrassônicos para frequências de 4, 5, 10 e 20 MHz (Figura 18), mostrou que a velocidade do som em cada material é influenciada pela densidade e o módulo de elasticidade do material. Portanto, as mudanças observadas para a velocidade do som indicam mudanças nas propriedades dos materiais devido à fase  $\sigma$ . Pode-se observar na Figura 18 que para o envelhecimento até 15 minutos nas temperaturas de 800°C e 900°C, onde a proporção de fase  $\sigma$  é pequena (pouco mais de 1%), não há grande variações na velocidade. Contudo, para envelhecimentos superiores a 15 minutos, houve uma variação significativa na velocidade ultrassônica confirmando que ela aumenta com o tempo de envelhecimento.

Figura 18: Velocidade ultrassônica para envelhecimento de AID UNS S31803 envelhecido a 800 e 900°C.



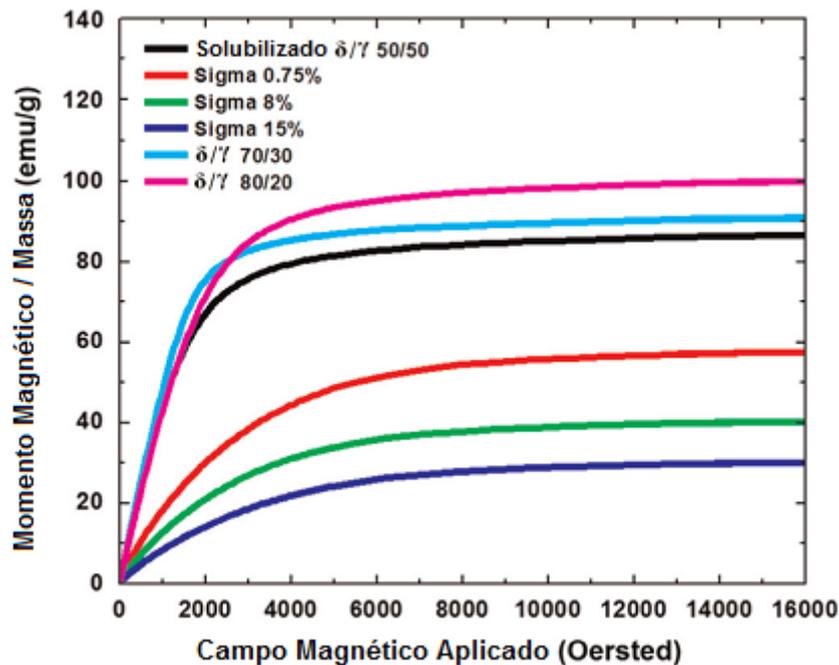
Fonte: Adaptado de NORMANDO et al., 2010.

## 2.7.2. Ensaios magnéticos para acompanhamento da fase $\sigma$

A presença de fase  $\sigma$  provoca alterações nas propriedades eletromagnéticas dos AID. A ferrita ( $\delta$ ) é ferromagnética, enquanto a austenita ( $\gamma$ ) é paramagnética e a fase sigma ( $\sigma$ ) é paramagnética. Assim, um aumento no percentual de fase  $\sigma$  com a consequente diminuição da fração volumétrica de ferrita, resulta em um comportamento ferromagnético menor. Devido a estas características, técnicas eletromagnéticas são ferramentas não destrutivas interessantes para a avaliação da degradação causada pela presença do teor de fase  $\sigma$  nos AID (CAMERINI et al., 2015).

Camerini et al. (2015) realizaram um estudo sobre o comportamento magnético de um aço inoxidável duplex para diferentes condições microestruturais. Medições foram realizadas em várias amostras e os resultados são mostrados na Figura 19. As amostras sem precipitação de fase sigma estão representadas pela cor rosa (80%  $\delta$  e 20%  $\gamma$ ), cor anil (70%  $\delta$  e 30%  $\gamma$ ) e cor preta (50%  $\delta$  e 50%  $\gamma$ ). Já as amostras com precipitação de fase  $\sigma$  estão representadas pelas cores vermelha, verde e azul (0.75%, 8% e 15% respectivamente).

Figura 19: Curvas de Medições VSM.



Fonte: CAMERINI et al., 2015.

Na Figura 19, confirma-se que a precipitação da fase  $\sigma$  é seguida por uma diminuição correspondente na fração volumétrica de ferrita, alterações nas proporções entre  $\delta/\gamma$  e, conseqüentemente, nas propriedades magnéticas do aço. Sabendo que a fase  $\sigma$  é paramagnética, um aumento na sua fração volumétrica provoca uma diminuição do comportamento ferromagnético do material. Por isso, a diminuição do nível de saturação magnética apresentado na Figura 19, pode ser explicada por dois fatores: a precipitação da fase paramagnética e diminuição do conteúdo de ferrita, fase ferromagnética.

### 2.7.3. Ruído Barkhausen

O efeito de Barkhausen é uma homenagem ao seu descobridor Heinrich Barkhausen, que em 1919 observou que materiais ferromagnéticos submetidos a variações de campos magnéticos, emitiam ruídos sonoros e estes ruídos apresentavam variações de um material para outro, utilizando as mesmas frequência e/ou amplitude (CULLITY, 2009; PRAXEDES, 2012).

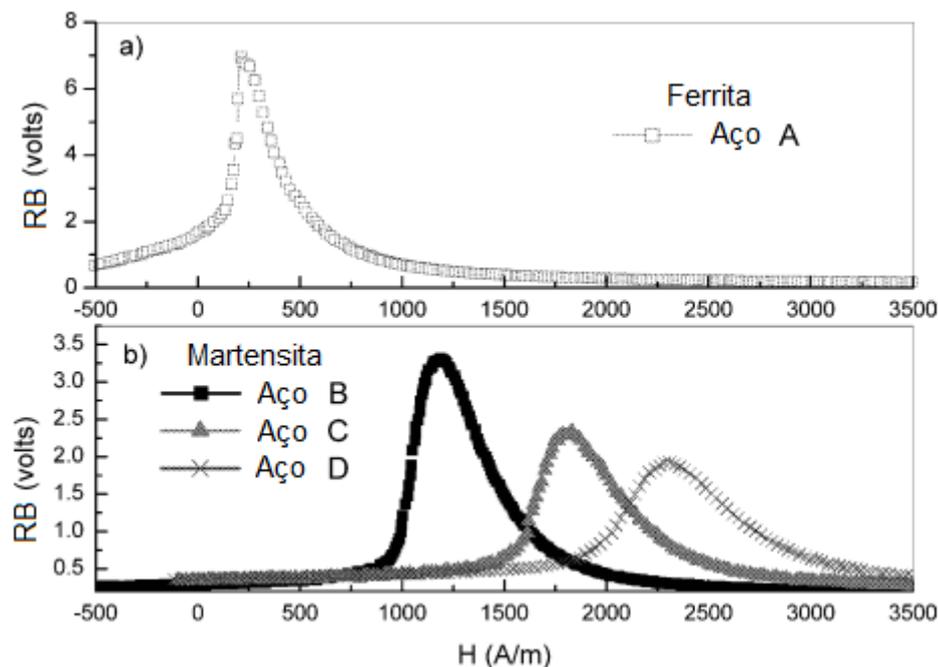
Quando um campo magnético externo aplicado a um material for suficiente para que os movimentos das paredes dos domínios magnéticos vençam o bloqueio da microestrutura do material, isto irá produzir ruídos nos valores de tensão. Este ruído é denominado de Barkhausen. A movimentação nas paredes de domínios é causada por vários fatores, como

microestrutura, limites de grãos, inclusões, estresse e níveis de tensão (NORMANDO et al., 2010).

Kleber et al. (2004) conseguiram relacionar microestruturas de aços com duas fases (com aproximadamente 20 % de martensita e 80% de ferrita) com o sinal de ruído Barkhausen como mostra a Figura 20. Durante o recozimento entre 750°C e 860°C, o teor de carbono da martensita muda enquanto que a ferrita é reduzida. Para obter diferentes composições de martensita, Kleber et al. (2004) estudaram os aços B (0,34% de carbono), C (0,48% de carbono) e D (0,63% de carbono) que foram tratados respectivamente a 860, 850 e 800°C por 5 minutos e resfriados na água. A amostra de ferrita, aço A (0,07% de carbono), foi obtida a partir do tratamento a 700°C seguida por resfriamento em água.

Os resultados de ruído de Barkhausen de Kleber et al. (2004) são mostrados nas Figuras 20 (a) e (b) para amostras de ferrita e martensita respectivamente. É possível observar que o ruído de Barkhausen do aço de estrutura ferrítica é localizado em um campo magnético baixo e apresenta uma alta amplitude. Entretanto, a leitura para a martensita resulta na redução do sinal e um deslocamento do pico para campos magnéticos elevados (KLEBER et al., 2004).

**Figura 20: Resultado do ruído Barkhausen do (a) aço A e (b) aços B, C e D.**



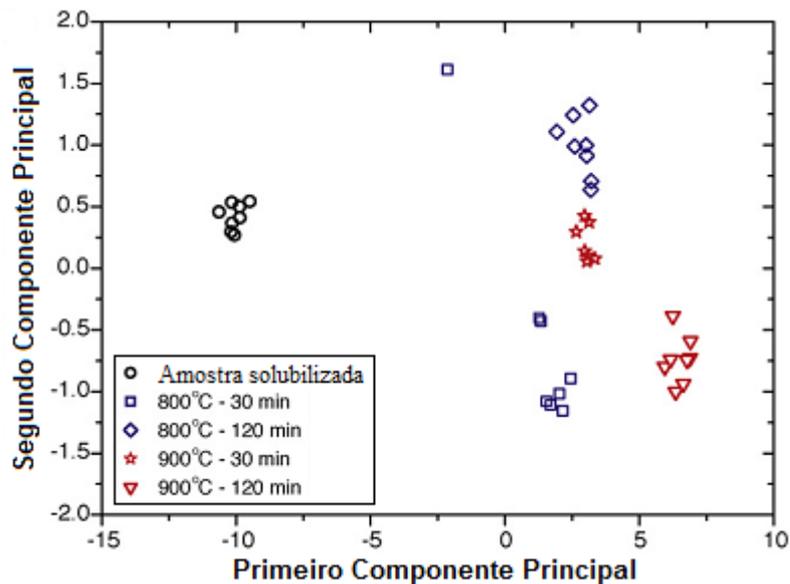
**Fonte: KLEBER et al., 2004.**

Segundo Kleber et al. (2004) e Silva (2010) dois parâmetros importantes nesse experimento são, a amplitude máxima de ruído Barkhausen (ARB), e o campo magnético

correspondente (H). Eles relacionam o primeiro com o tamanho do salto das paredes durante a reorganização dos domínios, enquanto o segundo está relacionado a força magnética necessária para mover as paredes.

Normando et al. (2010) aplicaram a técnica de ruído Barkhausen a cinco amostras do AID UNS S31803: uma sem tratamento térmico, duas envelhecidas a 800°C por 30 e 120 minutos e duas envelhecidas a 900°C por 30 e 120 minutos. Eles foram capazes de reconhecer padrões e discriminar amostras em diferentes condições de tratamentos térmicos e consequente diferenças nas proporções de fase  $\sigma$ , como mostra a Figura 21. Eles concluíram que amostras de materiais com a mesma proporção de fase  $\sigma$  tendem a se localizar em uma mesma região do gráfico.

**Figura 21: PCA (*principal component analysis* – Análise de Componente Principal) de ruído Barkhausen para diferentes amostras de AID UNS S31803).**



Fonte: NORMANDO et al., 2010.

#### 2.7.4. Correntes parasitas

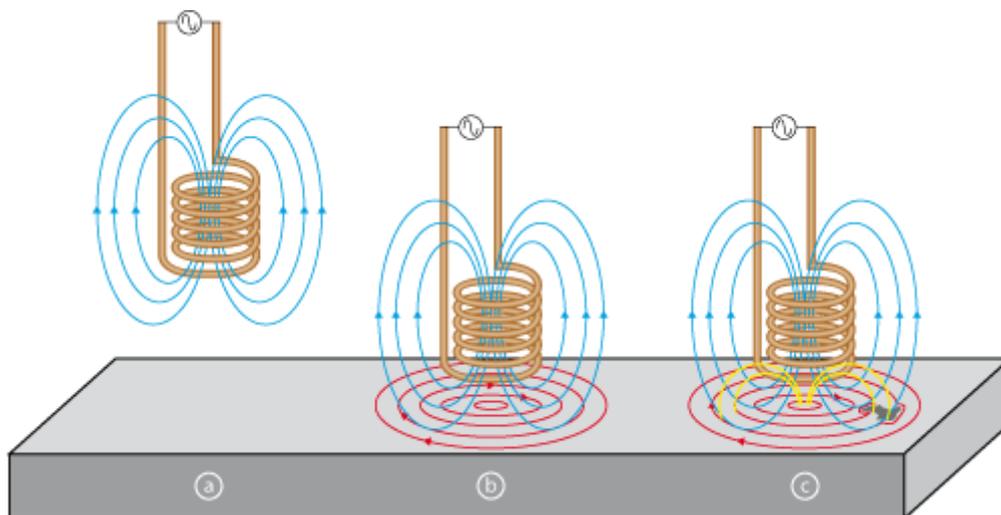
Quando um campo magnético é aproximado de massas metálicas, um fluxo de indução variado provocará nesses materiais, correntes induzidas, correntes de Foucault ou correntes parasitas. A origem do nome *eddy current* (correntes parasitas) vem do fato delas se apresentarem em caminhos fechados concêntricos, dando a ideia de um redemoinho (SOARES, 1976).

Segundo Soares (1976), as aplicações de correntes de Foucault no ensaio não destrutivo datam de 1879 quando D. E. Hughes utilizou ondas eletromagnéticas para identificar metais. Contudo as aplicações em laboratórios e indústrias iniciaram na década de 50 na Alemanha, com os trabalhos teóricos e experimentais desenvolvidos por Friedrich Foster e seus colaboradores.

Normando et al. (2010) e Formigoni (2012) afirmaram que os ensaios por correntes parasitas consistem na excitação de uma bobina, devido a aplicação de uma corrente alternada de baixa frequência, capaz de produzir um campo magnético primário que em contato com um material ferromagnético qualquer, induz no mesmo, um fluxo de corrente elétrica denominada parasita. Essas correntes induzem no material um fluxo magnético de baixa intensidade, denominado campo secundário. Qualquer tipo de descontinuidade no material, seja uma trinca, deformação ou mesmo mudança microestrutural, provocará uma perturbação nesta corrente criando por sua vez, uma interferência no fluxo magnético gerado e conseqüentemente na impedância da bobina.

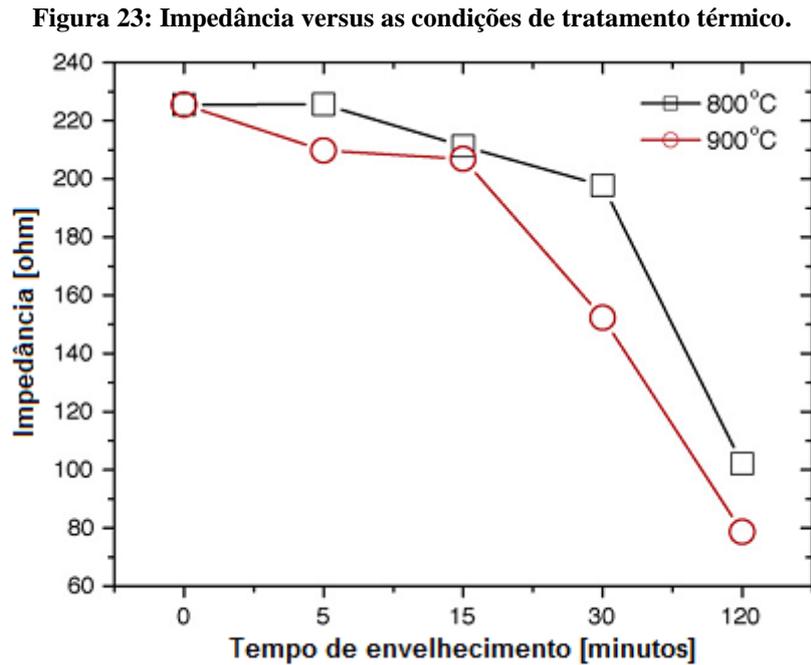
A Figura 22 apresenta o princípio básico do ensaio por correntes parasitas. Uma corrente alternada alimenta uma bobina, criando um campo magnético primário (em azul – Figura 22 a), quando esta bobina é colocada sobre um material condutor, correntes alternadas (em vermelho – Figura 22 b) são geradas nesse material ocasionando o surgimento de campo magnético secundário. Defeitos no material perturbam o caminho dessas correntes parasitas (em amarelo – Figura 22 c) e conseqüentemente os valores no campo magnético secundário provocando uma mudança no campo resultante (PEREIRA, 2007; CAVALCANTE, 2013).

**Figura 22: Representação do ensaio por correntes parasitas.**



**Fonte: Olympus, 2016.**

Normando et al. (2010) utilizaram esta técnica por considerá-la um método sensível às propriedades eletromagnéticas dos materiais. A Figura 23 mostra o comportamento da impedância versus as condições de tratamento de duas amostras de AID tratadas a 800°C e 900°C envelhecidas por 5, 15, 30 e 120 minutos. A diminuição dos valores de impedância observadas nos 15 minutos iniciais não foi associado à precipitação da fase  $\sigma$ , podendo ser associada à formação de fase austenita secundária ( $\gamma_2$ ).

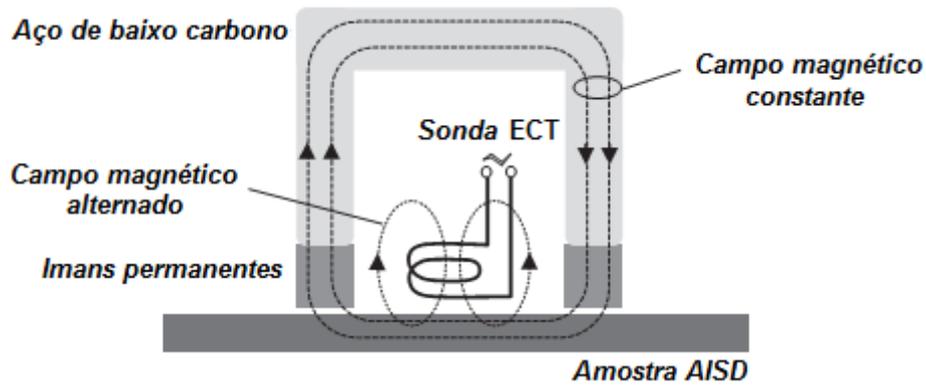


Fonte: NORMANDO et al., 2010.

Ainda analisando a Figura 23, observamos uma diminuição importante na impedância após 15 minutos de tratamento, em ambas as amostras tratadas a 800°C e 900°C, certamente devido à precipitação da fase paramagnética  $\sigma$ . (NORMANDO et al., 2010).

Camerini et al. (2015) realizaram ensaios não destrutíveis por correntes parasitas utilizando os métodos ECT (*Eddy Current Testing* – Testes de correntes parasitas) convencional e o método SLOFEC (*Saturated Low Frequency Eddy Current* – Correntes parasitas de baixa frequência saturada) no qual um circuito magnético é construído empregando-se: dois ímãs permanentes, a amostra a ser inspecionada, uma peça em forma de U em aço de baixo carbono para fechar o circuito magnético e a sonda de corrente parasita entre os ímãs, como mostrado na Figura 24. Eles obtiveram em ambos os métodos resultados satisfatórios no que se refere a identificação de pequenas proporções de fase  $\sigma$ .

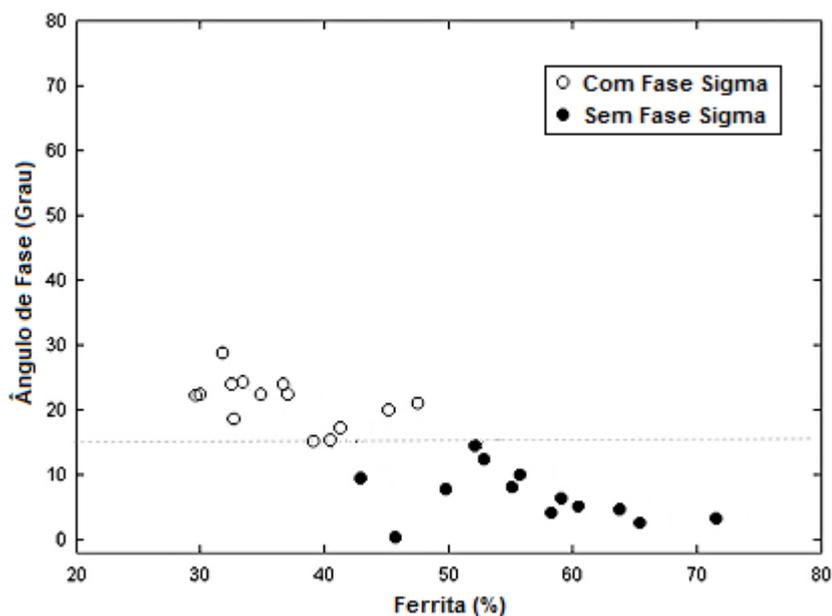
**Figura 24: Configuração para o experimento por correntes parasitas do AISD, utilizando o método SLOFEC.**



Fonte: CAMERINI et al., 2015.

A Figura 25 mostra o gráfico do ensaio convencional por correntes parasitas, com ângulo de fase do sinal versus quantidade de ferrita do material, onde podemos observar que a ECT convencional foi capaz de separar as amostras em dois grupos: amostras sem fase  $\sigma$  (●) e as amostras com fase  $\sigma$  (○). Todas as amostras com fase  $\sigma$  exibiram um desvio de ângulo maior que  $15,5^\circ$ , enquanto as amostras sem fase  $\sigma$  exibiram um desvio de ângulo abaixo de  $14,3^\circ$ . Estes ângulos, denominados ângulos de fase é dado pelo ângulo formado entre a componente indutiva e a componente resistiva do material e são alterados por mudanças microestruturais das amostras. Assim, a ECT convencional foi capaz de distinguir as amostras, mesmo com baixo percentual de fase  $\sigma$  (CAMERINI et al., 2015).

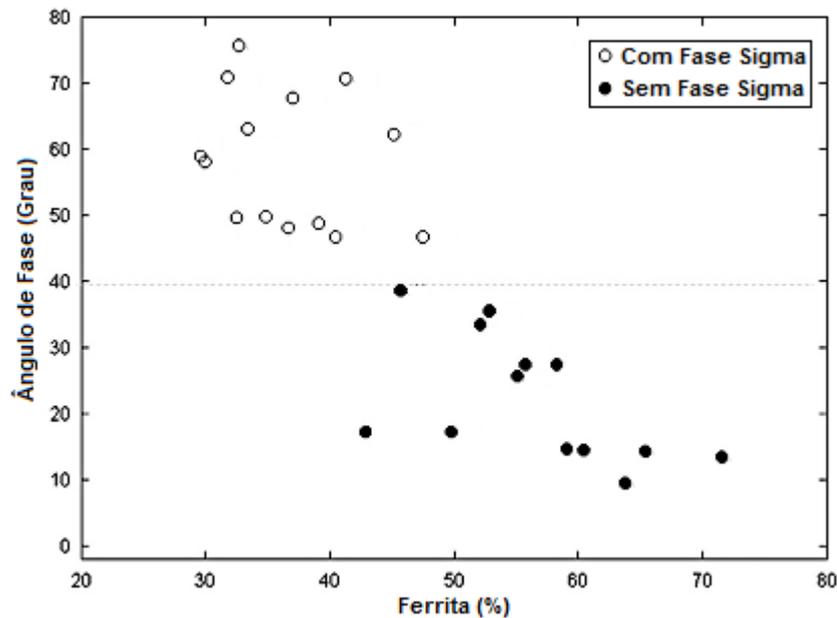
**Figura 25: Ângulo de fase (Graus) versus porcentagem de fase ferrita ( $\delta$ ), para a técnica ECT.**



Fonte: Adaptado de CAMERINI et al., 2015.

A Figura 26 mostra, por sua vez, os resultados obtidos pela técnica SLOFEC, que apresentam a mesma tendência que os resultados obtidos por ECT convencional, ou seja, quanto menor o teor de ferrita nas amostras do AID, menor é a variação do ângulo de fase no sinal ECT. Esta relação entre os resultados era esperado, visto que ambas as técnicas são influenciadas pelos mesmos parâmetros electromagnéticos das amostras. No entanto, apesar desta semelhança, algumas diferenças nos resultados podem ser facilmente notadas. A variação do ângulo de fase obtidas por SLOFEC atingiu valores cerca de 2,5 vezes maiores que por ECT convencional, confirmando que as diferenças entre as amostras electromagnéticas estão ampliadas na condição de saturação magnética. Além disso, a técnica foi capaz de distinguir claramente as amostras com baixa quantidade de fase  $\sigma$ . Vale mencionar, que quanto maior a quantidade de fase  $\sigma$  na amostra, menor sua permeabilidade magnética, por conseguinte, maior é a diferença entre os sinais de corrente de Foucault, de modo que a caracterização apresentada nas figuras 25 e 26 são eficientes para cenários com baixo teor de fase  $\sigma$  (CAMERINI et al., 2015).

Figura 26: Ângulo de fase de sinal (Graus) SLOFEC versus porcentagem de fase ferrita ( $\delta$ ).

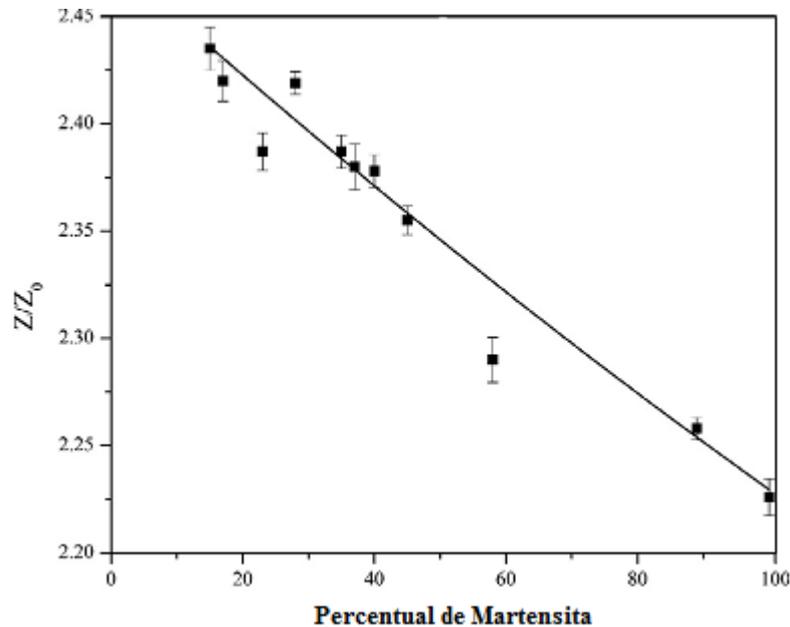


Fonte: Adaptado de CAMERINI et al., 2015.

Ghanei et al. (2013) realizaram ensaios de correntes parasitas para a análise da microestrutura de aços martensítico-ferríticos. Em seus experimentos foram observados que altos teores de martensita reduzem a permeabilidade do material, e consequentemente os valores da impedância medida no equipamento de correntes parasitas como mostra a Figura

27, confirmando mais uma vez a eficiência desta técnica. A impedância normalizada foi determinada pela divisão da impedância ( $Z$ ) pela impedância da bobina a vazio ( $Z_0$ ).

**Figura 27: Comportamento da impedância normalizada da bobina contra diferentes percentuais de martensita na frequência ideal de 250 Hz.**



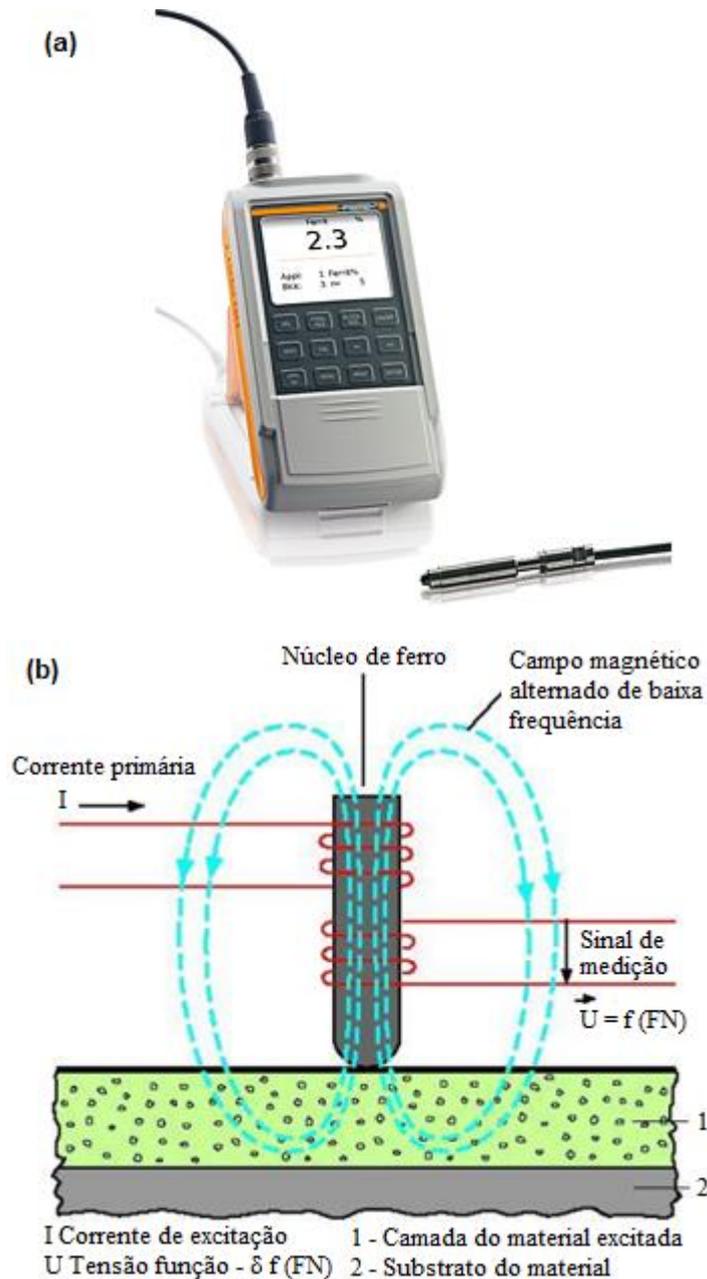
Fonte: Adaptado de Ghanei et al., 2013.

### **2.7.5. Técnica de caracterização através de medidas de permeabilidade magnética**

A cinética de transformação de fase em um AID provoca alterações nas propriedades magnéticas dos aços, consequentemente no comportamento da permeabilidade magnética desses materiais como investigado por NORMANDO et al., (2010), TAVARES et al., (2010), GHANEI et al., (2013), CAMERINI et al., (2015), SILVA et al., (2016).

Pardal, (2009) avaliou a possibilidade de detecção de fase  $\alpha'$  por meio de medições de permeabilidade magnética, utilizando um ferritoscópio. O ferritoscópio, Figura 28 (a), bem como o princípio de funcionamento deste equipamento apresentado na Figura 28 (b), onde um campo magnético gerado por uma bobina interage com as fases magnéticas da amostra. As mudanças no campo magnético ( $B$ ) induzem uma tensão proporcional ao conteúdo da fase ferromagnética em uma segunda bobina. Essa tensão de saída é então analisada, sendo a mesma, proporcional ao teor da fase ferromagnética do material.

**Figura 28: (a) Ferritoscópio desenvolvido pela Helmut Fischer®, (b) Princípio de funcionamento do ferritoscópio.**



Fonte: HELMUT FISCHER, 2016.

Segundo Pardal (2009) a fase  $\alpha'$  dificulta a movimentação das paredes dos domínios magnéticos durante a aplicação de um campo magnético externo, resultando consequentemente, em uma redução da permeabilidade. A relação entre a quantidade de ferrita e permeabilidade magnética obtida através da leitura do ferritoscópio pode ser determinada pela expressão:

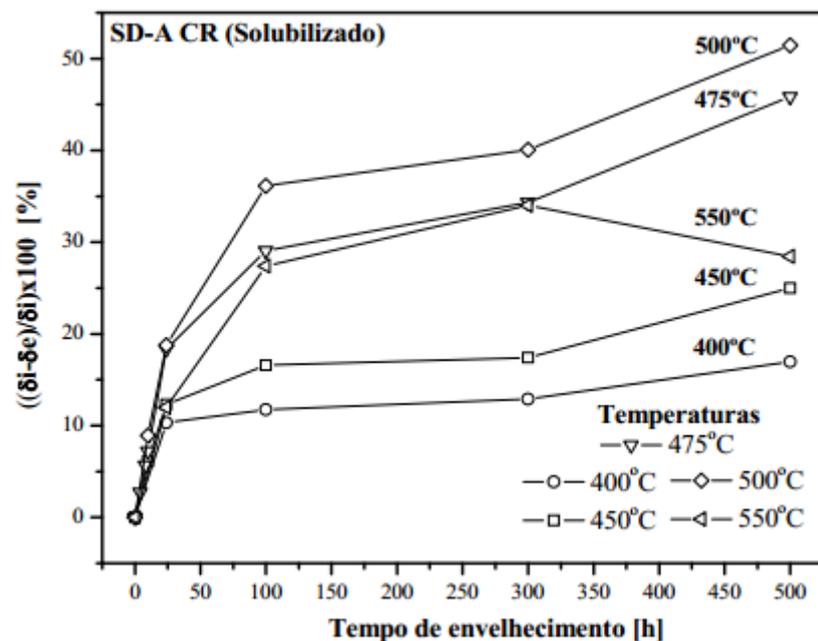
$$\Delta\mu \propto \left( \frac{\Delta\delta}{\delta_i} \right) = \frac{(\delta_i - \delta_e)}{\delta_i} \quad (3)$$

Onde:  $\Delta\delta/\delta_i$  é a variação específica da ferrita medida no ferritoscópio, que é proporcional a variação da permeabilidade registrada pelo instrumento ( $\Delta\mu$ ),  $\delta_i$  e  $\delta_e$  são os percentuais de ferrita medidos pelo ferritoscópio nas amostras, na condição solubilizada (inicial) e na condição de envelhecimento, respectivamente. O sinal de leitura deste instrumento é proporcional ao teor da fase ferromagnética das amostras testadas.

A Figura 29 mostra as curvas levantadas com os resultados obtidos por um ferrotoscópio em função do tempo de envelhecimento para temperaturas de 400, 450, 475, 500 e 550°C em um AISD UNS S32520. Com exceção da amostra tratada a 550°C todas as outras apresentaram comportamento similar. Pardal, (2009) atribuiu essa alteração ao efeito produzido por outras fases precipitadas a esta temperatura, tais como:  $\gamma_2$ , R e  $\chi$ .

Silva et al. (2016), também conseguiram relacionar a precipitação da fase  $\alpha'$ , com a dificuldade de movimentação dos domínios magnéticos devido a formação desses precipitados fisicamente dispersos dentro do material. Essa fase provocou redução nos valores de permeabilidade magnética por ser paramagnética e por dificultar o movimento das paredes dos domínios.

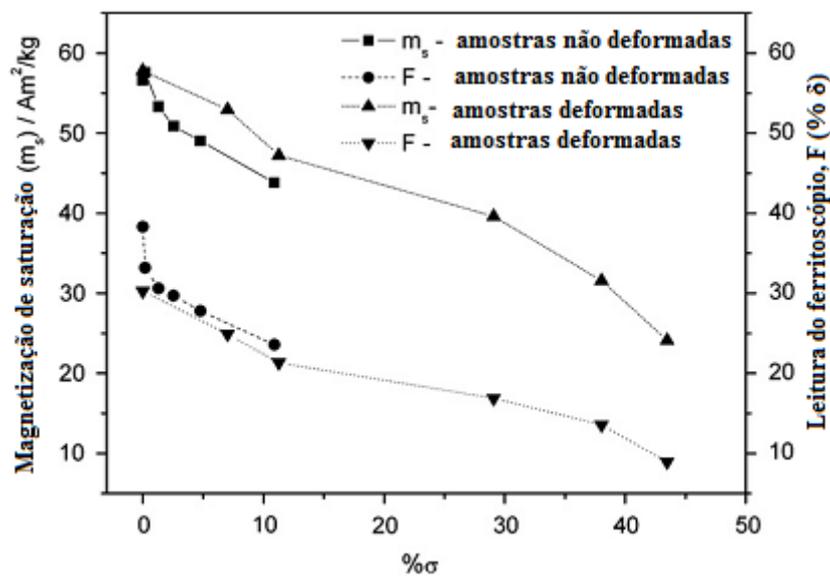
**Figura 29: Variação das permeabilidades medidas em um aço inoxidável super duplex para várias temperaturas e tempos de envelhecimento.**



Fonte: PARDAL, 2009.

Tavares et al. (2010) utilizaram valores de permeabilidade, baseadas na leitura de um ferritoscópio em seus experimentos com o objetivo de determinar a quantidade de fase  $\sigma$ , em um AID UNS-S31803. A Figura 30 representa a variação da saturação de magnetização e a leitura do ferritoscópio com a quantidade de fase  $\sigma$  para amostras deformadas e não deformadas. Observa-se que os resultados nas curvas de magnetização, obtidas em leituras do ferritoscópio para diferentes amostras, descrevem comportamentos semelhantes, demonstrando a fragilização no material por fase  $\sigma$ .

**Figura 30: Curvas de magnetização de saturação ( $m_s$ ) e leitura do ferritoscópio (F) em função do percentual da fase  $\sigma$ , para amostras deformadas e não deformadas, envelhecidas a 800°C por diferentes tempos.**



Fonte: Tavares et al., 2010.

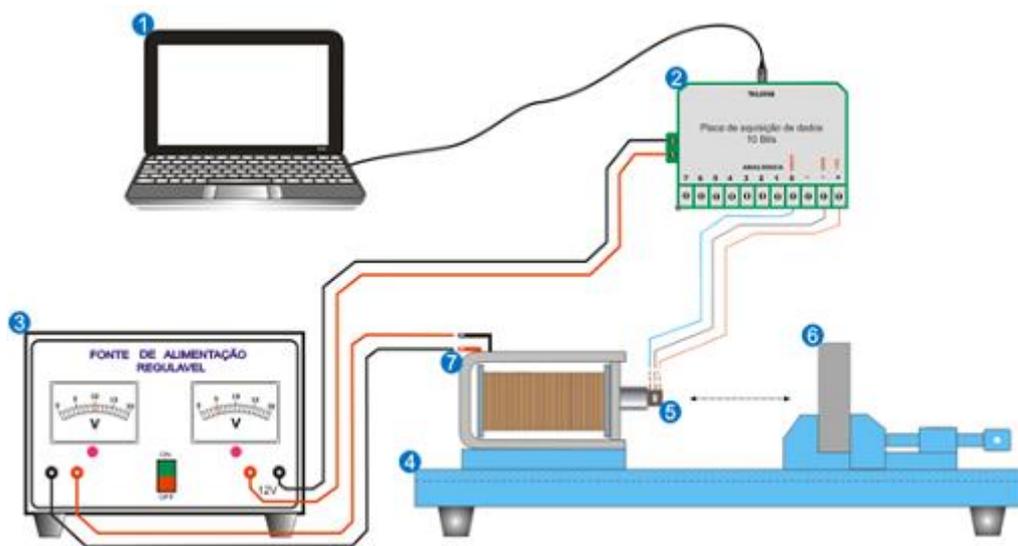
### 2.7.6. Caracterização por campo magnético induzido na região de reversibilidade dos domínios

Silva et al. (2016) relacionaram as mudanças microestruturais em um AID UNS S31803 com o comportamento magnético destes, utilizando um sensor de efeito Hall para medir a densidade de fluxo magnético resultante da interação entre a aplicação de uma intensidade de campo magnético externo e o material. A Figura 31 mostra a configuração experimental utilizada, na qual o sensor de efeito Hall (5) foi posicionado entre um solenóide (7) que é alimentada por uma fonte de tensão (3) e a amostra a ser estudada (6), que provoca alterações no campo induzido resultante. A interação da peça com o campo externo foi medido pelo sensor

Hall através de sinais de tensão analógicos e convertidos em sinais digitais através da placa de aquisição de dados (2) em seguida enviados para o computador (1).

Silva et al. (2016) conseguiram relacionar a redução da permeabilidade magnética desse aço com a presença da fase  $\alpha'$ . Os resultados de permeabilidade magnética foram calculados com base nas tensões de saída de um sensor Hall, que por sua vez foram afetadas pelas alterações microestruturais do material em estudo. A tensão de saída do sensor é proporcional a densidade das linhas de fluxo magnético que o atinge.

**Figura 31: Representação esquemática da bancada de testes.**

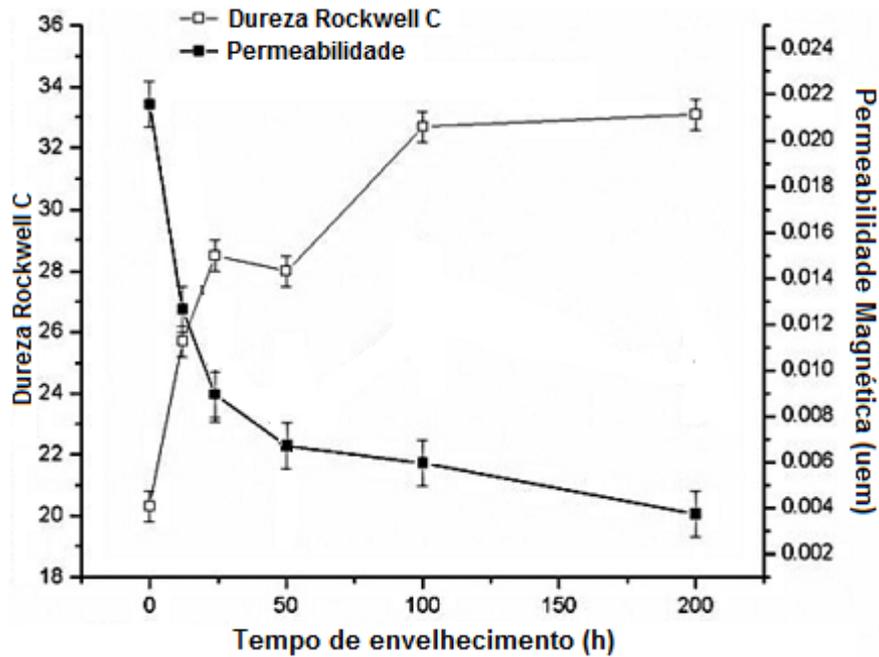


**Fonte: Adaptado de SILVA et al., 2016.**

A Figura 32 mostra a variação da dureza e permeabilidade magnética para um AID, em função do tempo de envelhecimento para a temperatura de 475°C. Na Figura 32, é possível observar um rápido endurecimento nas primeiras 24 horas de envelhecimento, causada pela formação de precipitados  $\alpha'$ , seguido de uma tendência de estabilização.

O comportamento da curva de permeabilidade magnética apresenta redução significativa para os tempos de envelhecimento inferior a 50 horas e tendem a estabilizar após este tempo devido a consolidação da formação da fase  $\alpha'$ . Resultados semelhantes também foram encontrados por Lo et al. (2007), onde transformações em um aço inoxidável duplex para mesma temperatura e tempo de envelhecimento foram estudadas com base em medidas de susceptibilidade magnética.

Figura 32: Variação da permeabilidade magnética e dureza para as amostras de material envelhecido a 475° C, em função do tempo.



Fonte: Adaptado de SILVA et al., 2016.

Neste capítulo foram apresentadas técnicas aplicadas para o acompanhamento de fragilização dos aços inoxidáveis duplex, destacando-se entre essas, as baseadas em análise de propriedades magnéticas nesses materiais. As alterações microestruturais nos materiais provocam mudanças em suas propriedades magnéticas, proporcionando a eficiência no uso de técnicas magnéticas. A análise bibliográfica permitiu ainda verificar que autores que utilizaram medidas de tensão para acompanhamento de transformações de fase obtiveram resultados satisfatórios, inclusive para pequenas alterações.

### 3. METODOLOGIA

Este capítulo descreve acerca dos procedimentos metodológicos utilizados no desenvolvimento de uma técnica de ensaio não destrutivo visando o acompanhamento da formação da fase  $\sigma$  na fragilização dos AID.

#### 3.1. MATERIAL

Neste trabalho foi utilizado um AID UNS-S31803 adquirido em formato de chapa retangular e posterior cortes para obtenção das dimensões 5 x 10 x 10 mm, e cuja composição química é apresentada na tabela 1.

**Tabela 1: Composição do AID UNS-S31803, como recebido, em percentual de peso.**

| <i>C</i>    | <i>Mn</i> | <i>P</i> | <i>Cu</i> | <i>Cr</i> | <i>Mo</i> | <i>Ni</i> | <i>S</i> | <i>Fe</i>      |
|-------------|-----------|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|----------------|
| <b>0,03</b> | 1,09      | 0,02     | 0,25      | 22,29     | 4,12      | 5,7       | -        | <i>Balance</i> |

Fonte: FIALHO, 2015.

#### 3.2. OBTENÇÃO DE AMOSTRAS COM DIFERENTES QUANTIDADES DE FASE $\sigma$

##### 3.2.1. Tratamento térmico de envelhecimento para obtenção da quantidade de fase $\sigma$

Inicialmente, as amostras de AID UNS-S31803 com dimensões de 5 x 10 x 10 milímetros foram submetidas a um tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas de 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1000°C e tempos de 15, 60 e 120 minutos, totalizando três amostras por cada temperatura. As amostras tratadas foram resfriadas em água após tratamento.

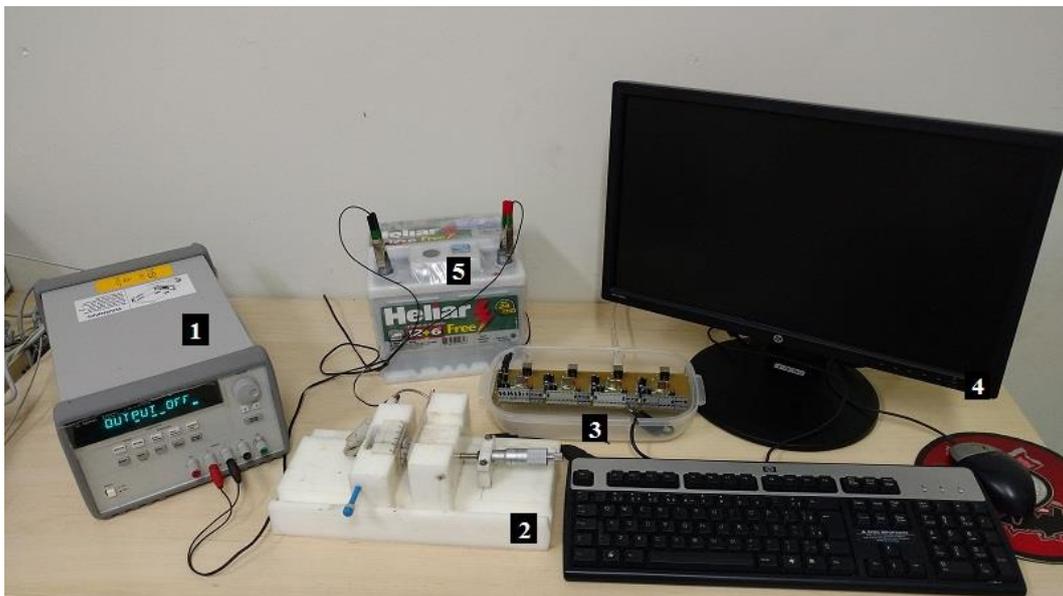
Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno do tipo mufla Jung, no laboratório do Grupo de Simulação de Comportamento de Materiais (GSCMat) do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba, Campus João Pessoa (IFPB-JP).

### 3.3. CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA

#### 3.3.1. Bancada de teste para determinação de intensidade de campo magnético induzido (B)

A Figura 33 mostra a bancada de teste utilizada para os experimentos, a qual foi desenvolvida no laboratório do GSCMat do IFPB – Campus João Pessoa.

Figura 33: Bancada de ensaios não destrutíveis.



A bancada é composta por: (1) Fonte de tensão; (2) Bancada com solenoide; sensor de efeito Hall; e suporte para a amostra; (3) placa de aquisição de dados; (4) monitor; (5) fonte de alimentação. O funcionamento do equipamento está descrito logo abaixo.

O equipamento é alimentado por uma bateria de 12V capaz de fornecer uma corrente de até 55A. Uma fonte de tensão alimenta um solenoide com tensão variando de zero até a saturação do sensor Hall. O solenoide utilizado possui valores da relação de  $N/L$  de 133,8 e resistência elétrica de  $72\Omega$ . Foi utilizado um sensor de efeito Hall linear modelo SS495A, da *Allegro Microsystems*, com sensibilidade de 3,125 mVolts/Gauss, dimensões de 3.00 mm x 4.00 mm x 1.57 mm e tensão de alimentação podendo variar de 0 a 10V, tendo sido escolhido opera-lo com uma tensão regulada de 5 V. A bancada (2) foi confeccionada em Poliacetal, material de baixo atrito e excelente estabilidade dimensional.

Uma amostra é colocada após o sensor Hall e causa uma variação na densidade de fluxo magnético original. O sensor Hall capta essas variações, onde o sinal gerado pelo sensor Hall,

analógico (sinal de tensão), é captado por uma placa de aquisição que o converte em sinal digital (bits) e envia a um computador que utiliza o software hiperterminal.

### 3.3.2. Tratamento dos Sinais

Após a escolha da quantidade de medidas (no trabalho foram escolhidas um total de 500 leituras), os valores de tensão foram analisados a cada 0,5 V e posteriormente convertidos em valores de densidade de fluxo magnético, como mostrado na equação abaixo, obtida de LEITE, (2014).

$$H = \frac{133,8 \times V}{72} \quad (4)$$

O tratamento estatístico desses valores possui um intervalo de confiança estimado para a média de parâmetros das amostras de 95%, escolhido através da distribuição *t student*. Os valores foram utilizados para o levantamento das curvas de magnetização do material (B x H) para todas as temperaturas estudadas. A partir dessas curvas, o comportamento da variação da permeabilidade magnética para cada uma das amostras foi determinado através dos valores de inclinação de cada uma das curvas de magnetização B x H.

Com os valores obtidos no ensaio foi determinado o campo magnético ideal, através da amplitude de diferenças da amostra sem fase  $\sigma$ , e aquelas com maior percentual de fase  $\sigma$ , envelhecidas por 120 minutos. Em seguida, foram obtidos os valores de densidade de fluxo magnético. Os resultados obtidos por esse método foram comparados com o método da permeabilidade magnética.

## 3.4. DETERMINAÇÃO DA QUANTIDADE DE FASE $\sigma$

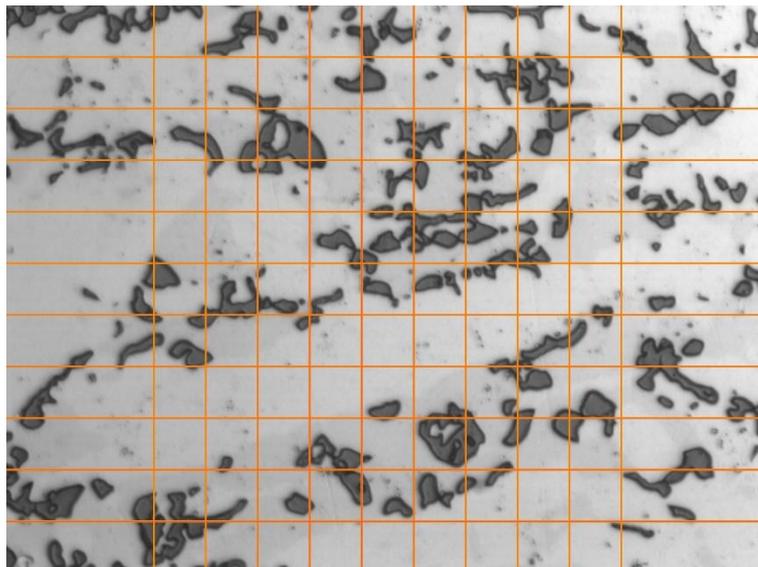
### 3.4.1 Caracterização por microscopia óptica

As amostras foram submetidas ao processo de metalografia, passando por etapas de lixamento e polimento para posterior ataque químico e revelação da microestrutura. Estas foram preparadas no laboratório de metalografia do IFPB, e em seguida submetidas a ataque químico com solução eletrolítica de 10% de hidróxido de potássio (KOH) diluído em 70 ml de H<sub>2</sub>O destilada. O ataque eletrolítico foi realizado por dois eletrodos conectados a uma fonte de tensão regulada em 3 volts, o positivo na peça e o negativo na mistura, com tempo de ataque

de 30 segundos para revelar preferencialmente a fase  $\sigma$  e, conseqüentemente, facilitar a visualização da mesma.

Em seguida, foi realizada microscopia ótica utilizando um microscópio NIKON FX 35XD com câmera acoplada. Para cada amostra, foram obtidas cinco imagens, totalizando cento e dez. As imagens foram capturadas e tratadas por um *software* de aquisição de imagem desenvolvido no GSCMat do IFPB. O percentual de fase  $\sigma$  também foi determinado por metalografia quantitativa através do método da grade, onde uma grade foi sobreposta sobre as 22 imagens escolhidas das amostras. A Figura 34 apresenta a grade utilizada no nosso experimento. Utilizando o sistema de camadas do editor de imagens Adobe Photoshop CS6, onde fica possível movimentar a camada (grade) em toda a imagem. Em seguida são contados os pontos dessa grade, que se encontraram sobre a fase  $\sigma$ , e divididos pelo total de pontos da grade, determinando desta maneira as frações volumétricas e o percentual da fase  $\sigma$ .

**Figura 34:** Amostra sobreposta com a grade de 100 pontos utilizada no Adobe Photoshop CS6.



### 3.4.2. Caracterização por difração de raios X

Os ensaios de difração de raios X foram realizados no CTGÁS, utilizando radiação  $K\alpha$  de cobre, com tensão de 40 kV e corrente de 30 mA, passo de  $0,02^\circ$ , com tempo por passo igual a 9,6s adotando um ângulo de varredura ( $2\theta$ ) variando de  $41$  a  $53^\circ$ .

As amostras submetidas a este ensaio foram as com maior tempo de envelhecimento, para determinar os volumes de fase  $\sigma$  e posterior comparação com os resultados obtidos pelo método da grade.

### **3.4.3. Ensaio de dureza**

A amostra sem tratamento térmico e as envelhecidas, em todas as condições de tratamento, foram submetidas a ensaios de dureza Rockwell C de acordo com a norma NBR 6672. O equipamento utilizado 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.

Cada uma das amostras foi submetida a cinco medidas, com distância de 2 mm. Em seguida foi feita a média com respectivo erro e a determinação do intervalo de confiança.

### **3.4.4. Ensaio de impacto**

Resultados de ensaios de impacto obtidos do banco de dados, do mesmo material foram utilizados para correlação com os obtidos de ensaio eletromagnético estudado.

Foram utilizados resultados de energia de Charpy do mesmo material para a amostra como recebida e as tratadas na temperatura de 800°C e 900°C, e envelhecidas por 15, 60 e 120 minutos. Para esse procedimento foi utilizada a máquina universal para ensaios de materiais da Wolperp/Amsler, modelo PW30/15K pertencente ao laboratório de ensaios do Instituto Federal da Paraíba (IFPB) do campus de João pessoa, PB. Esses resultados estão no banco de dados do GSCMat.

## **3.5. CORRELAÇÃO DOS RESULTADOS**

Buscando estabelecer relação entre as principais consequências, da formação de fase  $\sigma$  nos AID, os valores percentuais obtidos pelo método da grade foram relacionados com a dureza, bem como medidas de permeabilidade magnética e densidade de fluxo magnético. Os dados magnéticos também foram comparados com resultados de energia de impacto obtidos por Fialho (2015), para confirmar que a fragilização por fase  $\sigma$ , pode ser determinada por medidas de permeabilidade e densidade de fluxo magnético.

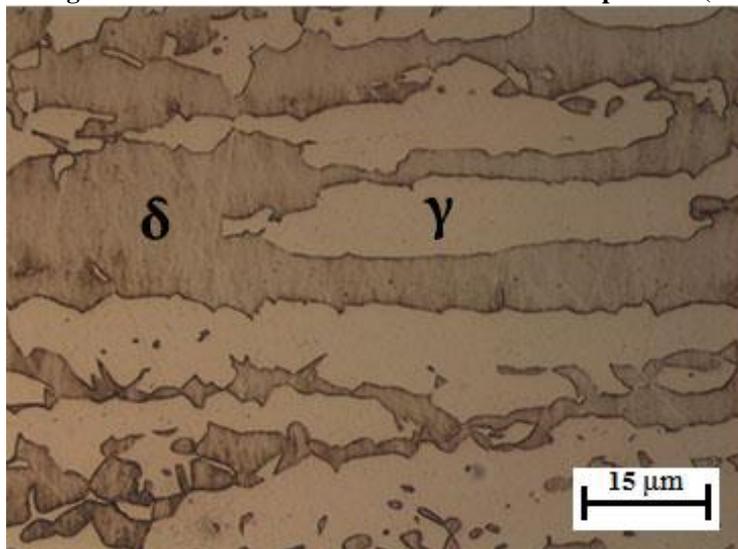
## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205

#### 4.1.1. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex como recebido

A micrografia óptica do AID SAF 2205 sem tratamento térmico e atacado com hidróxido de potássio (KOH) é apresentada na Figura 35. É possível ver a presença da fase ferrítica de tonalidade mais escura e a fase austenítica de tonalidade mais clara. A presença da fase ferrítica e austenítica, como observado, em proporções similares está de acordo com a literatura. Segundo Pardal (2009) essas duas fases são comumente encontradas nesse material em percentuais semelhantes.

Figura 35: Micrografia do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO (Ataque: KOH).

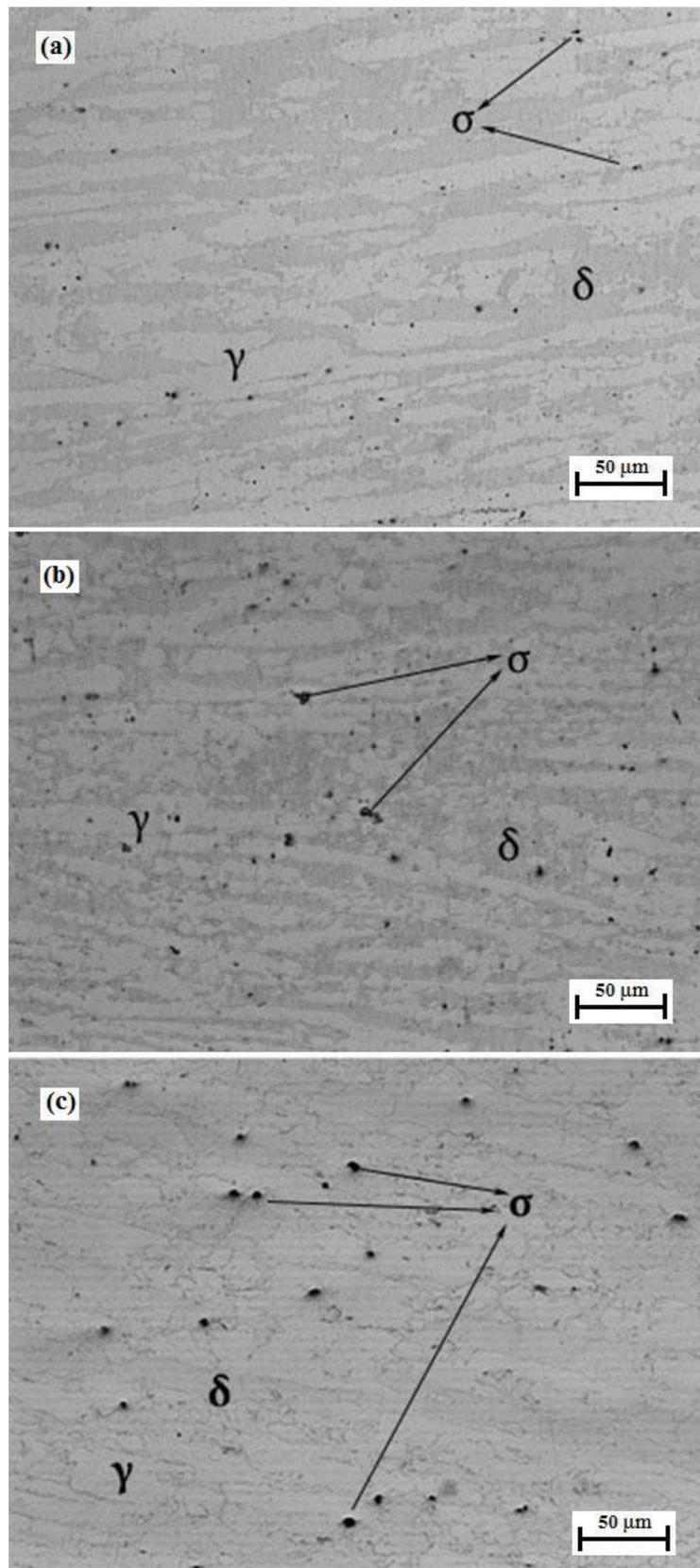


Utilizando o método da grade foram obtidas as frações volumétricas de 54% e 46% para as fases  $\delta$  e  $\gamma$  respectivamente.

#### **4.1.2. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 700°C**

A Figura 36 (a) mostra uma micrografia do AID tratado termicamente a 700°C e envelhecido por 15 minutos, após ataque eletrolítico com solução de 10% KOH para revelação da fase  $\sigma$ . Esses resultados estão de acordo com os resultados obtidos por MAGNABOSCO (2001), CHEN et al., (2002), WENG et al., (2004), ROMANA (2009), PARDAL (2009) e TAVARES et al. (2010). É possível observar a ferrita em cinza escuro e a austenita cinza claro e quase nenhuma proporção de fase  $\sigma$ , com apenas alguns pontos oxidados com tonalidade preta. A fração volumétrica de fase  $\sigma$  calculada pelo método da grade mantém-se praticamente constante para todos os tempos de envelhecimentos em proporções inferiores a 1% o que está de acordo com resultados obtidos por MARTINS e FORTI (2008) e MOHAPATRA et al., (2013).

Figura 36: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 700°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH).



A Figura 36 (b) apresenta a amostra envelhecida por 60 minutos onde mais uma vez se consegue visualizar as fases ferrita e austenita, apesar do ataque favorecer a visualização da fase  $\sigma$ , com os pontos oxidados mantendo-se praticamente constantes. A quantidade de fase  $\sigma$  manteve-se em torno de 0,6% para os envelhecimentos por 15 minutos (Figura 36 a), 60 minutos (Figura 36 b) e 120 minutos (Figura 36 c).

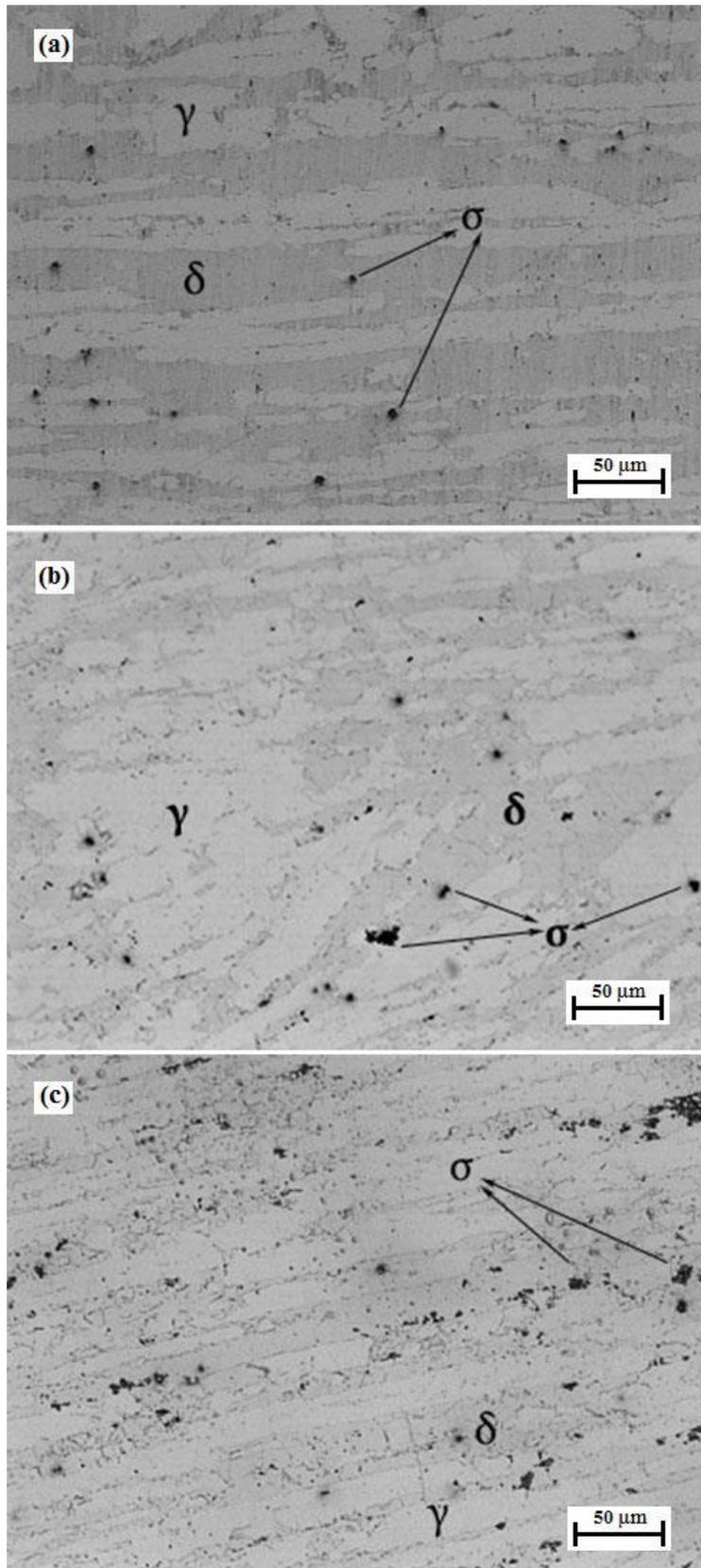
Segundo Aguiar (2012), a saturação magnética está diretamente ligada a fração volumétrica de fase magnética em um material. Mohapatra et al. (2013) aplicaram essa técnica em uma liga Fe-Cr na temperatura de 700°C com diversas horas de envelhecimento, constatando que nas 10 primeiras horas de envelhecimento, o volume de fase sigma não ultrapassou 0,2%, o que pode explicar uma fração volumétrica de fase  $\sigma$  tão baixa nos nossos experimentos para amostras de mesmo tratamento térmico, onde o percentual não ultrapassou 0,6%.

Martins e Forti (2008), calcularam a concentração volumétrica de ferrita, austenita e fase  $\sigma$ , em um AISD ASTM A890 Gr1C para 2 horas de envelhecimento, pelo método da grade, e observou que a fase sigma começou a precipitar-se a partir das temperaturas de envelhecimento em torno de 760°C, com proporções pouco perceptíveis para o tratamento a 700°C, o que está de acordo com nossos resultados.

#### **4.1.3. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 750°C**

Chen et al. (2002), realizando experimentos em um AID 2205 confirma que a evolução microestrutural no que se refere a formação de fases secundárias, durante o envelhecimento para temperatura de 750°C, é muito menor na fase inicial de envelhecimento quando comparadas com as amostras de 900°C. Nossos resultados obtidos para as amostras de 750°C e 900°C para a primeira hora de envelhecimento estão em consonância com essas conclusões. As Figuras 37 (a) e (b) representam amostras tratadas a 750°C por 15 e 60 minutos. Estas apresentaram 0,9% e 1,5% de fase  $\sigma$  respectivamente.

Figura 37: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 750°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH).



Chan e Tjong (2014), utilizaram a técnica de difração de elétrons espalhados para quantificar o volume de fases em um AID 2205, submetido a tratamento térmico a 750°C e envelhecido por 120 minutos, obtendo valores percentuais de 3 a 5,5% de fase  $\sigma$  neste material. A Figura 37 (c) apresenta a amostra dos experimentos submetida as mesmas condições de tratamento, o volume de fase  $\sigma$  calculado pelo método da grade apresentou percentual de 4,8% no volume da fase  $\sigma$ .

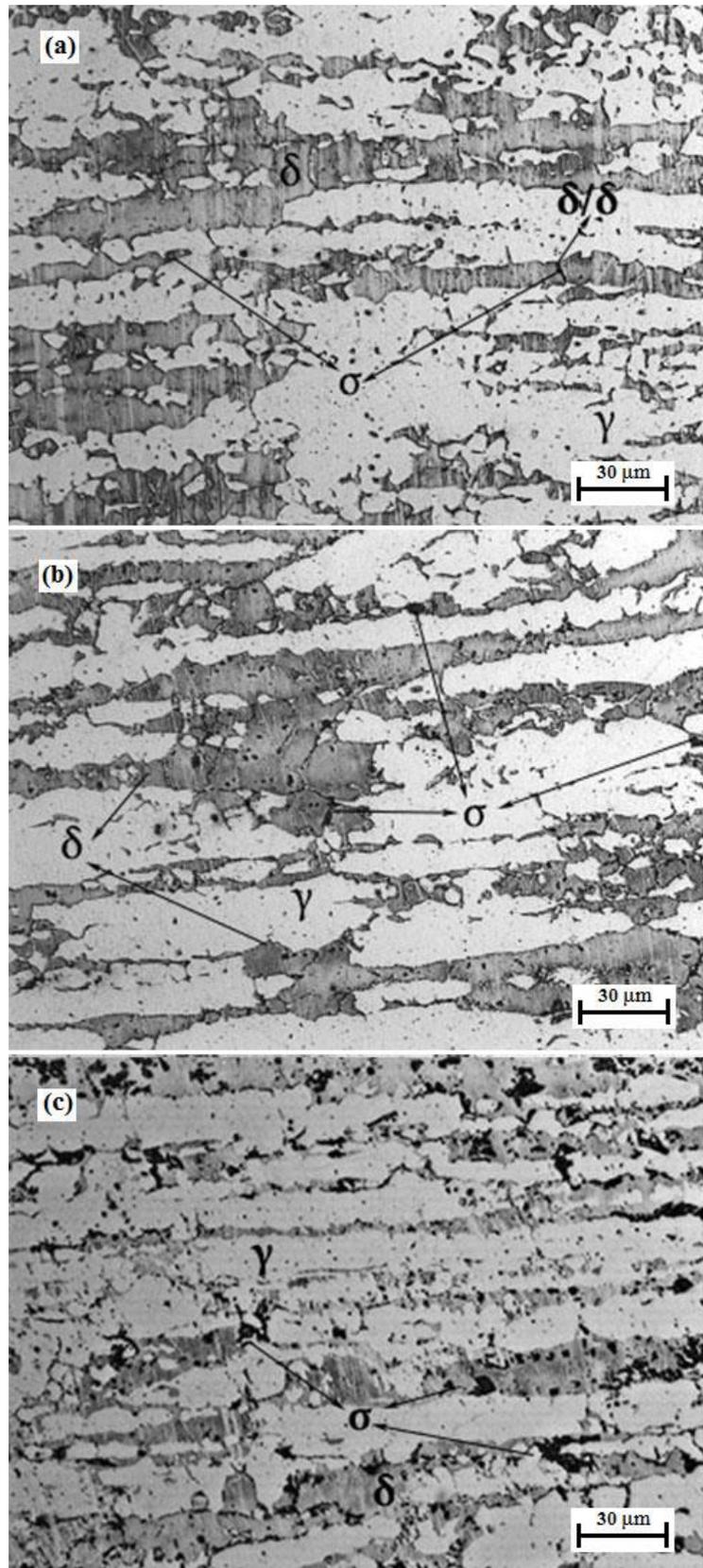
#### **4.1.4. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 800°C**

As Figuras 38 (b) e (c) apresentam as micrografias das amostras tratadas a 800°C envelhecidas por 60 e 120 minutos respectivamente, onde é possível observar a fase  $\sigma$  tanto nos contornos de grãos entre  $\delta$  e  $\gamma$  como também na própria matriz de ferrita. Resultados semelhantes foram obtidos por MOREIRA (2010) e FIALHO (2015). Os percentuais de fase  $\sigma$  calculados para essas duas amostras foram 2,6% para o envelhecimento de 60 minutos e 8,9% para o envelhecimento a 120 minutos, mais uma vez esses resultados são similares aos obtidos por FIALHO (2015).

Tavares et al., (2010), utilizando a mesma técnica de ataque eletrolítico para visualização da fase  $\sigma$  e posterior tratamento de imagem, chegou a um percentual desta fase em torno de 2,6%; esses valores são semelhantes aos obtidos em nossos experimentos através do método da grade com percentual 2,2% de fase  $\sigma$ , para o mesmo tratamento de 800°C e um envelhecimento de 15 minutos, que é apresentado na Figura 38 (a).

Segundo Magnabosco (2001), Chen et al. (2002) e Tavares et al. (2010), esta fase precipita-se nos contornos de grãos entre as fases  $\delta$  e  $\gamma$ , contudo os dois últimos autores descrevem sobre a possibilidade da formação na interface dos grãos de  $\delta/\delta$ , como observado na Figura 38 (a).

Figura 38: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH).



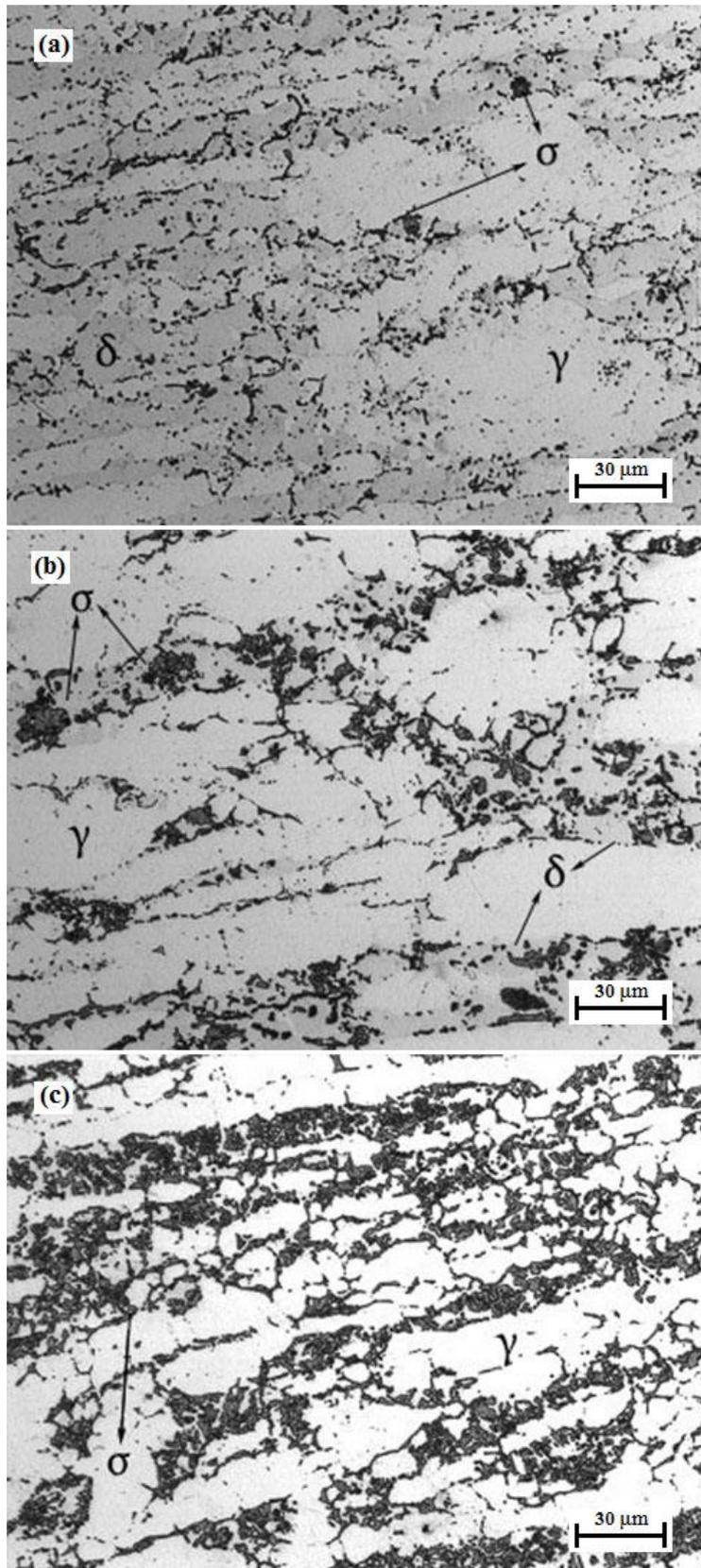
#### **4.1.5. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 850°C**

A Figura 39 (a) apresenta a amostra tratada a 850°C e envelhecida por 15 minutos. Ao compararmos esta amostra com as submetidas a tratamentos térmicos inferiores, considerando os mesmos tempos de envelhecimento, é evidente a diferença entre as quantidades de fase  $\sigma$ . O percentual desta fase encontrado para esse tempo foi de 8,7%, enquanto que as outras foram inferiores a 2,2%. Chan e Tjong (2014) realizaram tratamento térmico em um AID 2205, e observaram que esta temperatura é extremamente favorável a precipitação de fase  $\sigma$ .

Comportamento semelhante foi observado por Sieurin e Sandström (2007) e Magnabosco e Santos (2012), ao realizar estudos em um AID 2205. Eles notaram que a temperatura mais crítica para precipitação de fase  $\sigma$  é a 850°C. Fargas et al., (2009) mostraram que a formação da fase  $\sigma$  tem maior cinética de formação na temperatura de 850°C.

Para o tempo de envelhecimento de 60 minutos Figura 39 (b) é possível observar o rápido aumento na proporção de fase  $\sigma$ , que praticamente teve seus valores dobrados passando de 8,7% no envelhecimento de 15 minutos para 16,1%. De acordo com Villanueva et al. (2006), o AID é extremamente susceptível à formação da fase  $\sigma$ , formando-se rapidamente na faixa de temperaturas de 650°C – 950°C, atingindo sua velocidade máxima de precipitação em torno de 850°C, onde a ferrita é praticamente totalmente consumida. Esta maior cinética de formação de fase  $\sigma$  na matriz ferrítica também foi observada por ROMANA (2009).

Figura 39: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 850°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH).



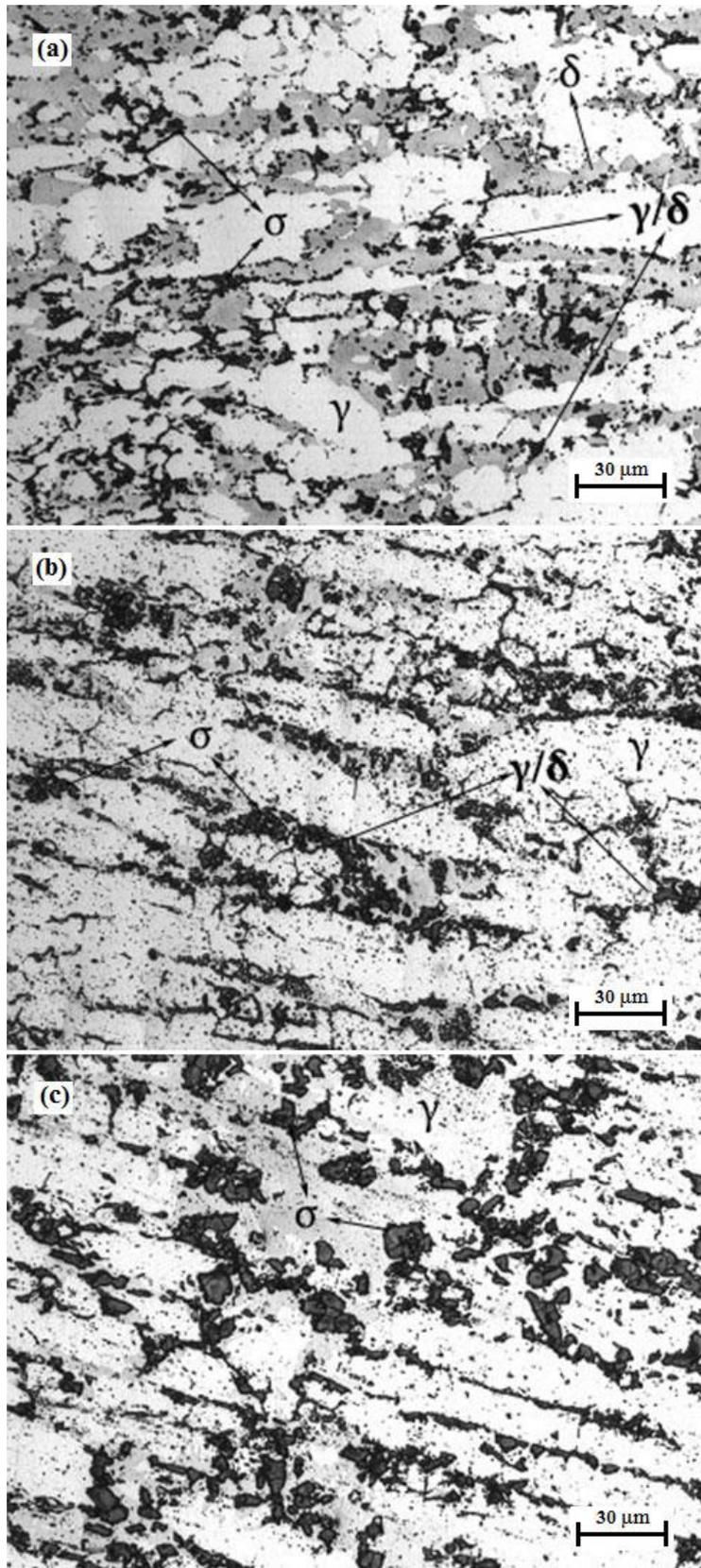
Na Figura 39 (c) nota-se uma grande quantidade de precipitados de fase  $\sigma$  no AID tratado a 850°C envelhecidos por 120 minutos, a presença de ferrita é de difícil detecção pelo presente ataque, devido à redução de sua quantidade e o ataque não ser favorável à sua visualização. Magnabosco (2001) observou que um tratamento térmico efetuado a 850°C para um envelhecimento superior a duas horas provoca o consumo total da ferrita, evidenciando no aço apenas as fases  $\sigma$  e austenita. Romana (2009) também evidenciou o consumo quase que completo da ferrita em detrimento da formação de fase  $\sigma$ , para uma amostra tratada a 850°C envelhecida por 120 minutos.

#### **4.1.6. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 900°C**

A Figura 40 (a) apresenta a micrografia da amostra tratada a 900°C e envelhecida por 15 minutos, onde já existe uma considerável quantidade de precipitados de fase  $\sigma$  e confirma a maior cinética de formação de precipitados para a faixa de temperatura entre 800°C e 900°C, como estudos apresentados por VILLANUEVA et al. (2006) e MARTINS e FORTI (2008). Após ataque eletrolítico para revelação de fase  $\sigma$ , os cálculos de percentual apresentaram 11,1% de fase  $\sigma$  para os 15 minutos iniciais de envelhecimento.

Chen et al. (2002), em seus experimentos confirmaram que o tamanho e a quantidade de fase  $\sigma$  aumentaram com o tempo de envelhecimento a 900°C, onde essa fase forma-se ao longo das interfaces de  $\gamma/\delta$  e cresce na região de ferrita, como pode ser observado na Figura 40 (a) e em seguida na Figura 40 (b).

Figura 40: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C (a) por 15 minutos; (b) por 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH).



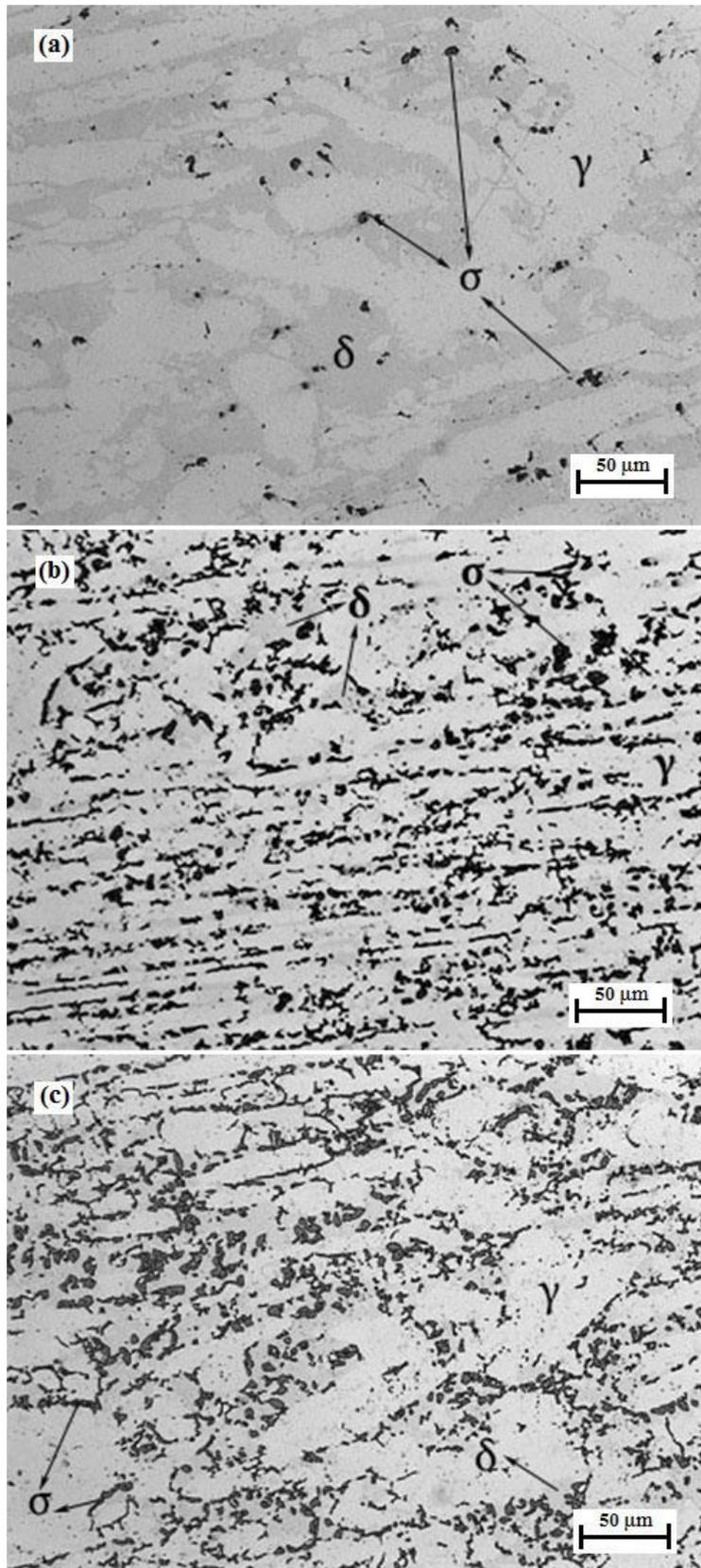
A Figura 40 (c) mostra a evolução da fase  $\sigma$ , para um envelhecimento de 120 minutos, confirmando resultados de CHEN et al. (2002), TAVARES et al. (2010) e FIALHO (2015). Cálculos pelo método da grade apresentaram valores percentuais de 19,7% de fase  $\sigma$ , resultados similares foram encontrados também por Magnabosco e Santos (2012), após seus experimentos em um AID UNS S32750, os mesmos afirmam que a fase  $\sigma$  pode alcançar volume de 20% para tratamentos de 900°C e Fialho (2015) que obteve valores de 17,7% por tratamento de imagem e 19% utilizando difração de Raios X.

#### **4.1.7. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 950°C**

As micrografias para o tratamento de 950°C nos tempos de envelhecimentos de 15, 60 e 120 minutos são apresentadas nas Figuras 41 (a), (b) e (c). Analisando individualmente cada uma das micrografias é possível observar na Figura 41 (a) que a quantidade de precipitados é inferior as amostras tratadas a 850°C e 900°C, o que nos leva a concluir que para essa temperatura inicia-se um decréscimo na quantidade de fase  $\sigma$ . Chan e Tjong (2014), consideram em seu trabalho que para tratamentos térmicos a 950°C inicia-se a redução de fase  $\sigma$  nos AID.

Analisando a Figura 41 (b) observa-se um aumento da quantidade de fase  $\sigma$  em relação ao envelhecimento anterior de 15 minutos que apresentou 6,2%. Contudo, o percentual dessa fase para 120 minutos foi igual ao de 60 minutos. Cálculos pelo método da grade apresentaram valores percentuais de 17,2% e 17,3% para os tratamentos de 60 e 120 minutos respectivamente.

Figura 41: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 950°C (a) por 15 minutos; (b) 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH).

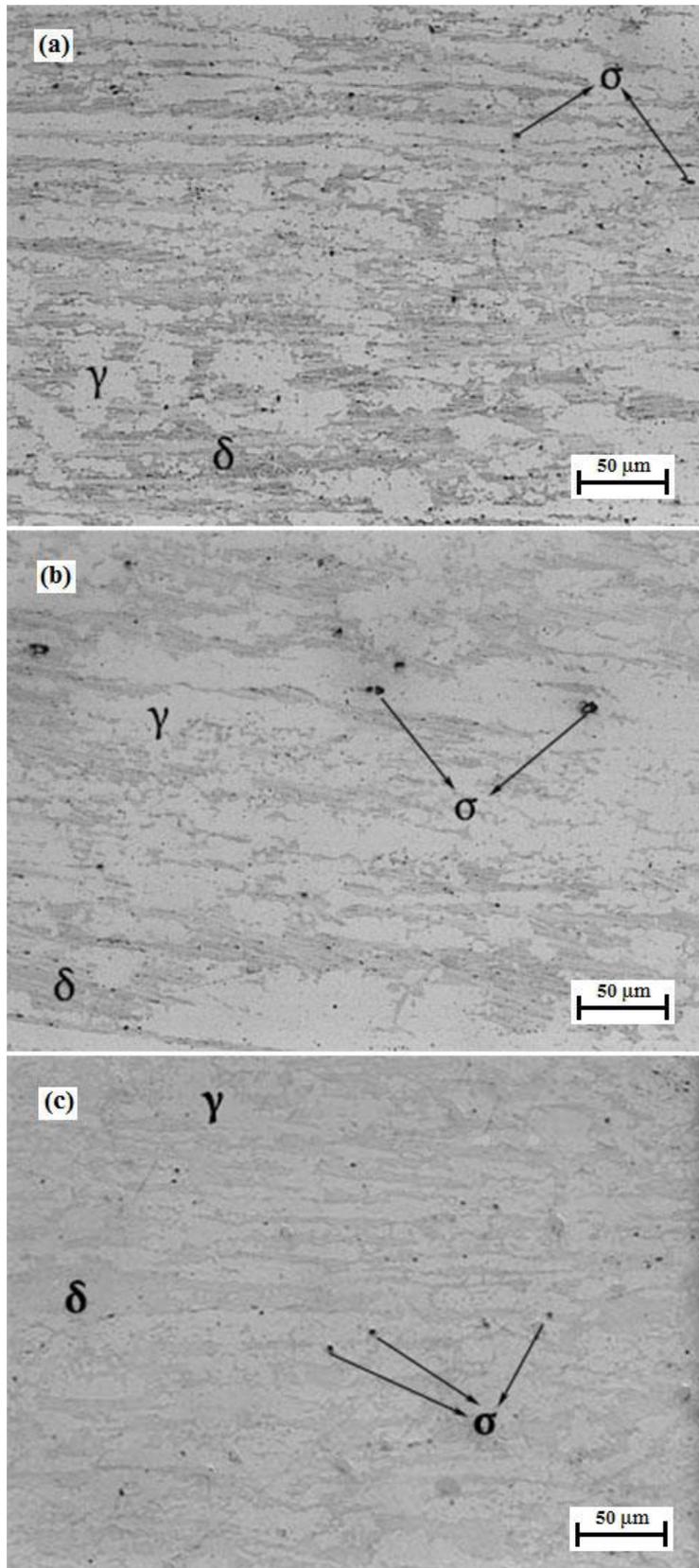


#### **4.1.8. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex envelhecido a 1000°C**

A micrografia para o tratamento térmico a 1000°C envelhecida por 15 minutos é mostrada na Figura 42 (a) evidenciando que praticamente já não existe mais a fase  $\sigma$ , apresentando percentual de 1,1% desta fase. Para esta temperatura houve uma diminuição da quantidade de fase  $\sigma$  com o tempo. Isto indica uma dissolução desta fase com o tempo.

Pardal (2009), realizou ensaios de dureza, os quais mostram uma diminuição repentina desta ao chegar a temperatura de 1000°C. Este mesmo autor, utilizando amostras de AISD SD-A (Super Duplex – Tubo com costura) e SD-B (Super Duplex – Barra redonda) e um programa para fração volumétrica de fases, confirma que para o aço SD-A a fase  $\sigma$  desaparece exatamente a uma temperatura de 1000°C, enquanto que para a amostra SD-B, este fato ocorre a uma temperatura ligeiramente inferior a 1000°C. A Figura 42 (b) evidencia mais uma vez estes estudos, o valor de percentual volumétrico calculado para fase  $\sigma$  foi de 0,7%. A Figura 42 (c) mostra a micrografia da temperatura de 1000°C para o envelhecimento de 120 minutos, o volume de fase  $\sigma$  identificado pelo método da grade apresentou valor de 0,2% desta fase.

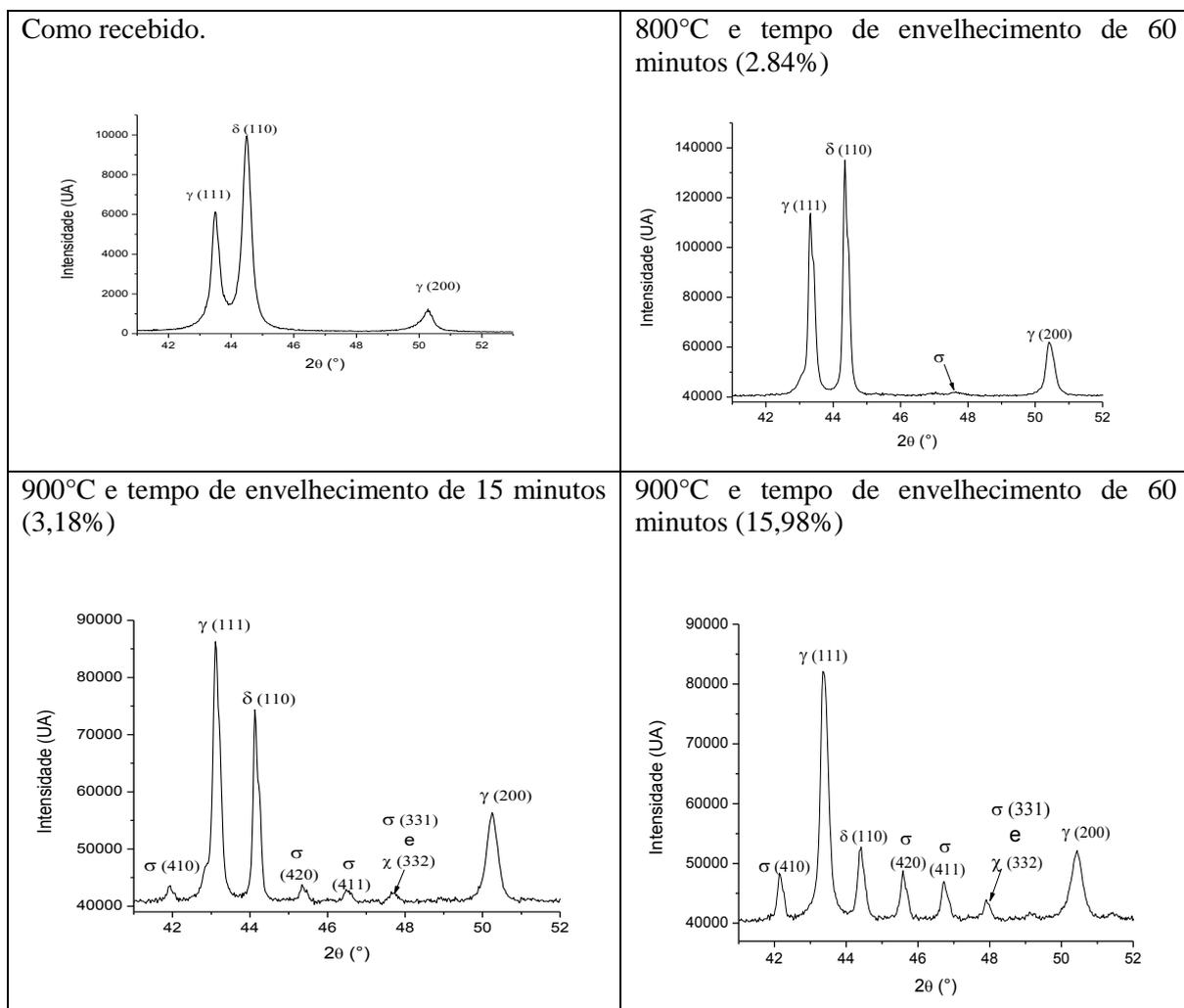
Figura 42: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 1000°C (a) por 15 minutos; (b) 60 minutos; (c) por 120 minutos, obtidas por MO (Ataque: KOH).



### 4.1.9. Caracterização microestrutural do aço inoxidável duplex por Difração de Raios X

A Figura 43 apresenta os difratogramas de raios X do AID SAF 2205, no estado como recebido, tratado a 800°C por 60 minutos e tratado a 900°C por 15 e 60 minutos. No eixo das abscissas são apresentados os ângulos de incidência  $2\theta$ . No eixo das ordenadas os valores de intensidade dos picos das fases  $\gamma$ ,  $\delta$  e  $\sigma$ .

**Figura 43: Difratograma de raios X para o AID SAF 2205 como recebido, 800°C envelhecido por 60 minutos, 900°C envelhecidos por 15 e 60 minutos.**



Analisando a Figura 43 pode-se observar a ausência de picos representativos da fase  $\sigma$  e a presença dos picos característicos das fases  $\gamma$  e  $\delta$  na amostra sem tratamento térmico. Nota-se que a análise por difração de raios X não possui precisão para detectar teores de fase  $\sigma$  abaixo de 2,8%, resultados similares foram obtidos por PARDAL, (2009) e FIALHO, (2015). Assim,

para tratamentos inferiores a 800°C a difração de raios X só é eficaz para a amostra tratada a 750°C envelhecida por 120 minutos. Para os tempos estudados temos a formação das fases austenita, ferrita e sigma. Um pico da fase  $\chi$  aparece nos difractogramas, mas essa fase não é indesejável e não é objeto deste estudo, por ser metaestável e preceder a formação da fase  $\sigma$ .

#### 4.2. COMPARAÇÃO DOS VALORES DE FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DAS FASES PRESENTES NO AID SAF 2205 PARA TODOS OS TEMPOS DE ENVELHECIMENTO OBTIDOS POR MO

Na tabela 2 são apresentados os valores das frações volumétricas da fase  $\sigma$  para todas as amostras envelhecidas em todas as temperaturas com tempos de envelhecimento de 15, 60 e 120 minutos.

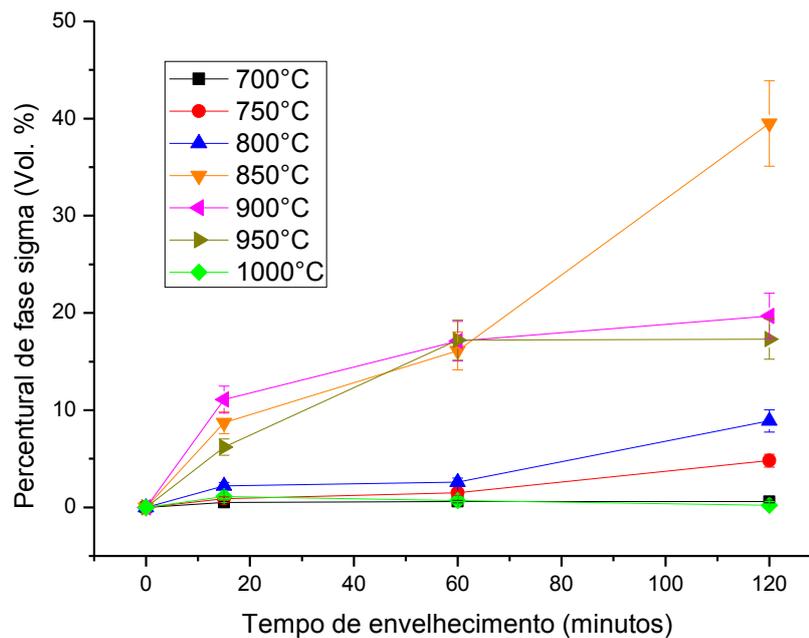
**Tabela 2: Quantidades de fase  $\sigma$  obtidas por MO.**

| <b>Amostras</b>      | <b>Envelhecimento</b> | <b>% <math>\sigma</math></b> |
|----------------------|-----------------------|------------------------------|
| <b>MO<br/>700°C</b>  | 15 minutos            | 0,5% $\pm$ 0,11              |
|                      | 60 minutos            | 0,6% $\pm$ 0,12              |
|                      | 120 minutos           | 0,6% $\pm$ 0,12              |
| <b>MO<br/>750°C</b>  | 15 minutos            | 0,9% $\pm$ 0,17              |
|                      | 60 minutos            | 1,5% $\pm$ 0,25              |
|                      | 120 minutos           | 4,8% $\pm$ 0,67              |
| <b>MO<br/>800°C</b>  | 15 minutos            | 2,2% $\pm$ 0,35              |
|                      | 60 minutos            | 2,6% $\pm$ 0,40              |
|                      | 120 minutos           | 8,9% $\pm$ 1,14              |
| <b>MO<br/>850°C</b>  | 15 minutos            | 8,7% $\pm$ 1,12              |
|                      | 60 minutos            | 16,1% $\pm$ 1,93             |
|                      | 120 minutos           | 39,5% $\pm$ 4,38             |
| <b>MO<br/>900°C</b>  | 15 minutos            | 11,1% $\pm$ 1,39             |
|                      | 60 minutos            | 17,1% $\pm$ 2,04             |
|                      | 120 minutos           | 19,7% $\pm$ 2,32             |
| <b>MO<br/>950°C</b>  | 15 minutos            | 6,2% $\pm$ 0,83              |
|                      | 60 minutos            | 17,2% $\pm$ 2,05             |
|                      | 120 minutos           | 17,3% $\pm$ 2,06             |
| <b>MO<br/>1000°C</b> | 15 minutos            | 1,1% $\pm$ 0,20              |
|                      | 60 minutos            | 0,7% $\pm$ 0,14              |
|                      | 120 minutos           | 0,2% $\pm$ 0,05              |

Observa-se da Tabela 2 que o volume de fase  $\sigma$  é diretamente proporcional ao tempo de envelhecimento, exceção feita para as amostras tratadas na temperatura de 1000°C. Esta temperatura é considerada por diversos autores Magnabosco (2001), Lo et al. (2007), Martins e Forti (2008), Romana (2009), Li et al. (2009), Tan et al. (2010) e Tavares et al. (2010), como sendo a temperatura na qual a fase  $\sigma$  dissolve com o passar do tempo. Ainda na Tabela 2 nota-

se que a maior cinética de formação da fase  $\sigma$  ocorreu para a temperatura de 850°C. As mudanças no volume de fase  $\sigma$  em função da temperatura e o tempo de envelhecimento são apresentados na Figura 44.

**Figura 44: Fração volumétrica da fase  $\sigma$  em todas as condições de tratamento térmico para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.**



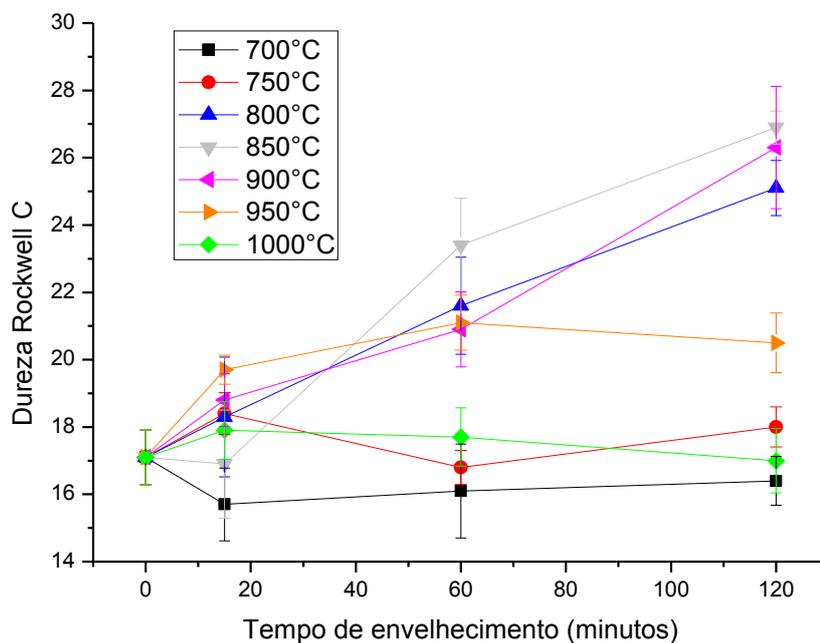
Na Figura 44 é possível observar a relação entre tempo de envelhecimento e o aumento no percentual de fase  $\sigma$ . Nas amostras tratadas a 700°C e 1000°C praticamente não existe a formação da fase  $\sigma$ , iniciando um aumento na sua formação a partir da temperatura de 750°C. As amostras tratadas a 900°C e 950°C descrevem curvas similares, tendendo a poucas variações após os primeiros 60 minutos de envelhecimento, com um leve acréscimo para a temperatura de 900°C e decréscimo para a de 950°C. Resultados similares foram obtidos por Pardal (2009). Este confirmou ainda que o aumento para as amostras tratadas a 850°C é o maior de todos, podendo de acordo com o tempo de envelhecimento, a ferrita ser consumida por completo.

Ainda analisando a amostra tratada a 850°C podemos comparar com resultados obtidos por Fargas et al. (2009), que verificando a resistência a corrosão de um AID constataram que a maior fração volumétrica de fase  $\sigma$  apareceu em uma temperatura de 875°C, com uma diminuição contínua para temperaturas mais elevadas.

### 4.3. ESTUDO DO ENDURECIMENTO DO AID SAF 2205

Na Figura 45 são apresentados os valores de dureza Rockwell C para as amostras do AID SAF 2205 como recebido e envelhecido nas temperaturas de 700°C, 750°C, 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1000°C.

**Figura 45: Valores de Dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido nos tempos de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.**



Os resultados de dureza mostrados na Figura 45 podem ser explicados através dos valores de quantidade de fase  $\sigma$ , onde a dureza para as temperaturas de 700°C, 750°C e 1000°C estão bem abaixo das demais, mantendo uma proximidade com a amostra sem tratamento térmico.

As amostras tratadas a 800°C, 850°C, 900°C e 950°C possuem maior volume de fase  $\sigma$  e conseqüentemente maior dureza. A fase  $\sigma$  possui dureza em torno de 1000 HV, e uma pequena quantidade de 4% é suficiente para comprometer a tenacidade do material. (TAVARES et al., 2010).

#### 4.4. ESTUDO DO COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DO AID SAF 2205 COM O ENVELHECIMENTO

Segundo Camerini et al. (2015), a presença de fase  $\sigma$  provoca alterações nas propriedades eletromagnéticas dos AID. A ferrita é ferromagnética, enquanto que a austenita e a fase  $\sigma$  são paramagnéticas. Assim, um aumento do percentual da fase  $\sigma$  com uma consequente diminuição da fração volumétrica de fase  $\delta$ , resulta em um comportamento ferromagnético inferior deste material.

Tavares et al. (2010), Camerini et al. (2015) e Fialho (2015) mostraram ser possível identificar as alterações sofridas pela permeabilidade magnética das amostras através das curvas de magnetização. Tavares et al., (2010) estudaram um AID UNS S31803 utilizando medidas de um ferritoscópio, observando que as leituras de permeabilidade mostradas no aparelho foram influenciadas pela formação da fase fragilizante  $\sigma$ . Camerini et al. (2015) estudaram um AISD UNS S32750 utilizando a técnica de correntes parasitas e identificaram que a formação da fase  $\sigma$  provocou uma redução na permeabilidade magnética. Fialho (2015) estudou um AID UNS S31803 utilizando medidas de tensão de um sensor de efeito Hall, conseguindo acompanhar a formação da fase  $\sigma$  por meio de valores da permeabilidade magnética.

A seguir são apresentadas as curvas  $B \times H$  para as amostras tratadas e a correlação entre permeabilidade magnética com a quantidade de fase  $\sigma$  para cada temperatura.

##### **4.4.1. Acompanhamento do envelhecimento por medidas de permeabilidade magnética**

Os ensaios magnéticos foram realizados na região de reversibilidade dos domínios magnéticos, onde mudanças microestruturais podem alterar os valores da permeabilidade magnética do AID, como estudado por LEITE (2014). Os ensaios efetuados nesta região não deixam magnetização permanente na amostra. Os valores de permeabilidade magnética são obtidos pelo cálculo da inclinação das curvas de magnetização.

As curvas  $B \times H$  para todas as condições de tratamento térmico são apresentadas nas Figuras 46, 47, 48 e 49. Analisando as Figuras 46, 47, 48 e 49 podemos verificar que, com a variação do valor do campo magnético aplicado ( $H$ ), os valores da densidade de fluxo magnético ( $B$ ), também variaram de maneira diretamente proporcional. Também é possível

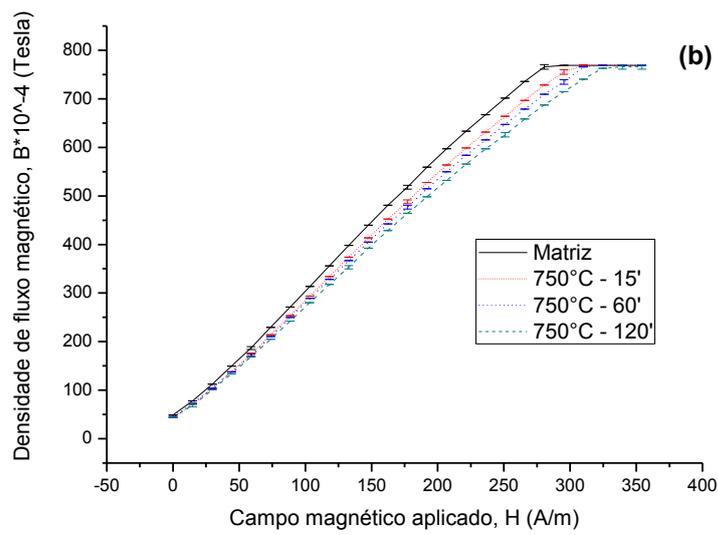
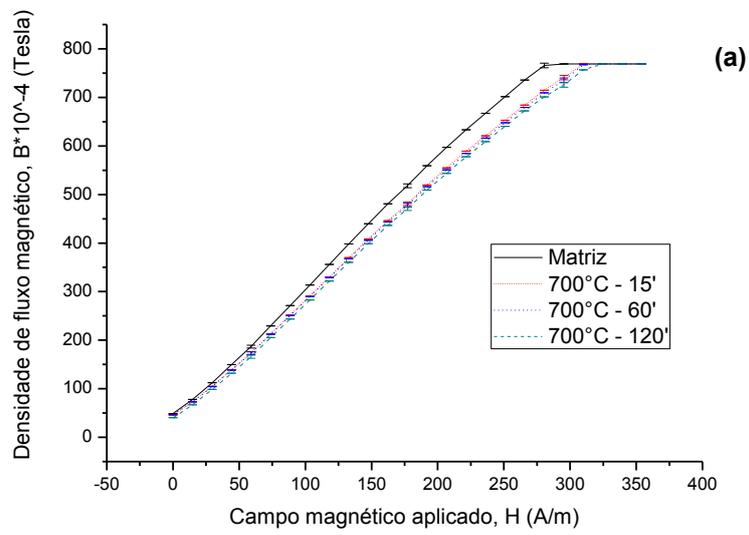
notar que os valores da densidade de fluxo magnético para um mesmo valor de campo magnético aplicado reduziram-se com o aumento do tempo de envelhecimento, resultados similares foram obtidos por FIALHO (2015).

Ainda analisando todas as curvas  $B \times H$ , pode ser observado que os valores de campo magnético aplicado que conduzem à estabilização dos valores de densidade de fluxo magnético (período no ensaio magnético que ocorre a saturação do sensor Hall) são maiores para os tempos de envelhecimento mais altos. O momento em que o valor de densidade de fluxo magnético torna-se contínuo, obedece a sequência crescente de envelhecimento para cada temperatura, ou seja, o valor de permeabilidade magnética é maior para o material como recebido, e vai diminuindo com o aumento da temperatura e tempo de envelhecimento.

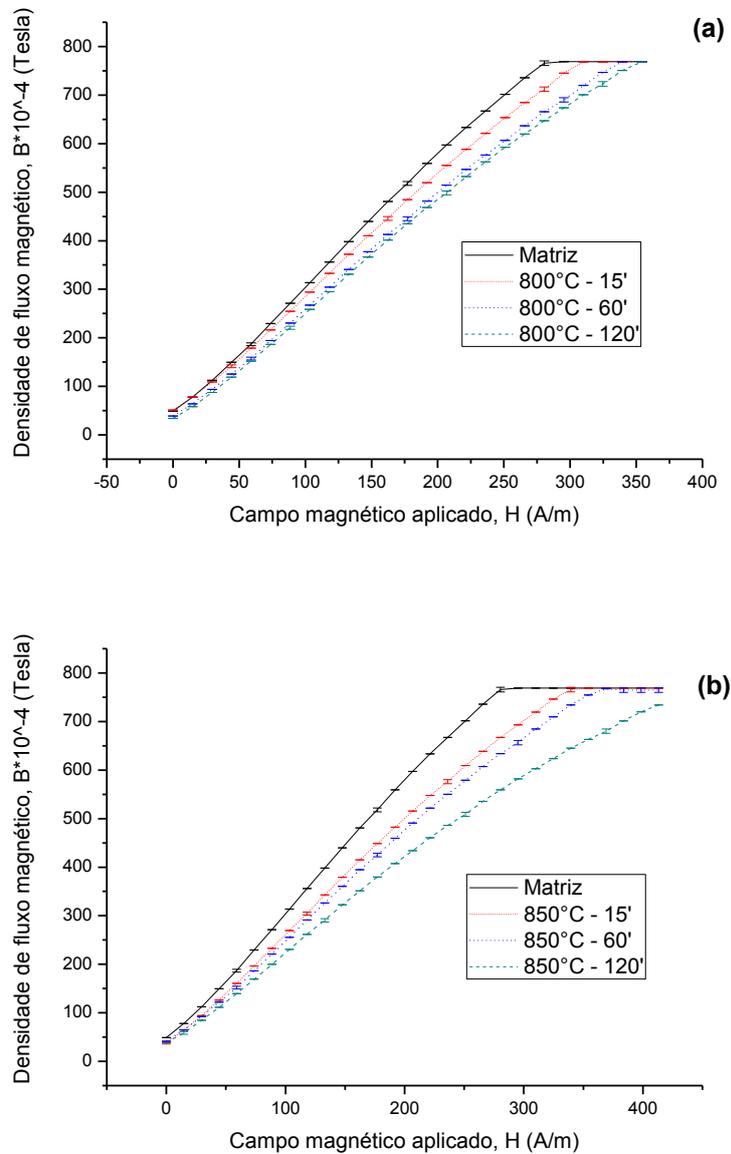
Analisando individualmente cada uma das amostras verifica-se que para as temperaturas de 700°C e 1000°C, Figuras 46 (a) e 49 respectivamente, as curvas descrevem trajetórias próximas para os envelhecimentos de 15, 60 e 120 minutos indicando que as amostras envelhecidas possuem características magnéticas similares assim como também a proximidade nos percentuais de volume de fase  $\sigma$ , comprovando a reduzida quantidade de fase  $\sigma$ , não magnética como já mencionado por TAVARES et al. (2010), NORMANDO et al. (2010) e CAMERINI et al. (2015).

A Figura 46 (b) apresenta as curvas de magnetização da amostra tratada a 750°C, onde se inicia um leve aumento nas distâncias das curvas para os tempos de envelhecimento, indicando também um leve aumento na formação de fase  $\sigma$  para essa temperatura como já observado por CHEN et al. (2002). Estes comportamentos evidenciam a precisão dos ensaios magnéticos utilizando tensão Hall, mostrando-se eficiente no acompanhamento da formação de fase  $\sigma$ , mesmo que estes apresentem pequenas proporções, como conseguido também por SILVA et al. (2016).

**Figura 46: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 700°C (a) e 750°C (b) para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.**

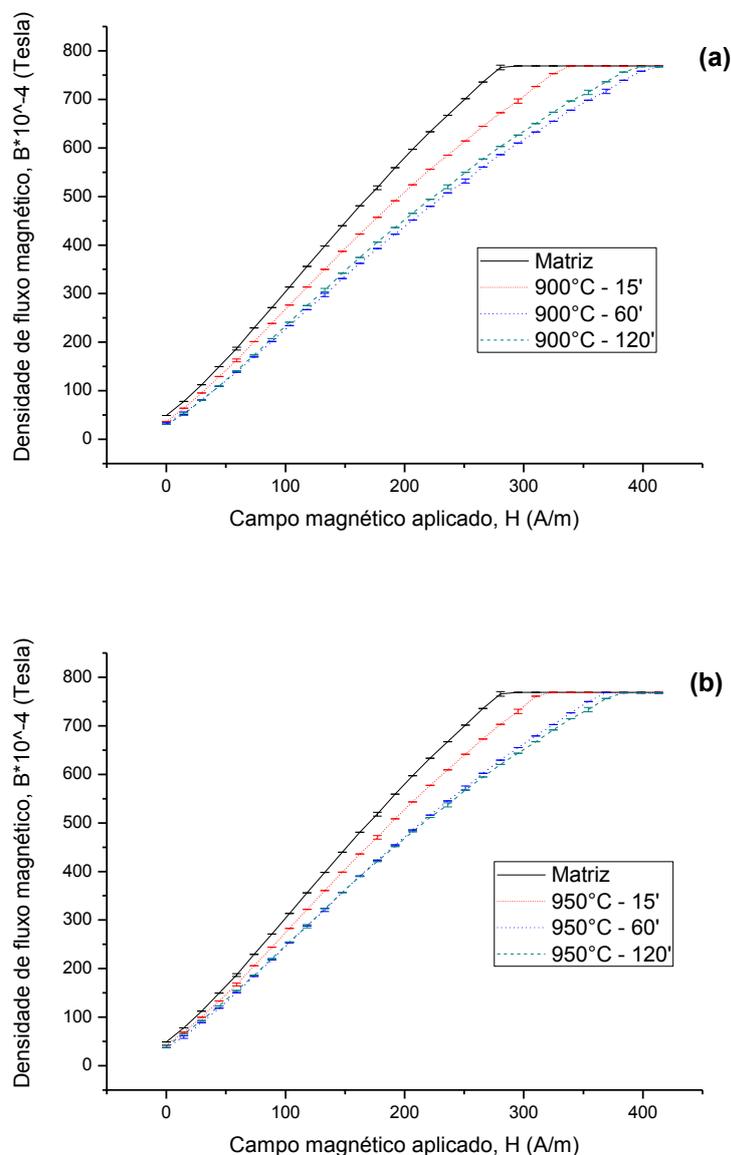


**Figura 47: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 800°C (a) e 850°C (b) para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.**



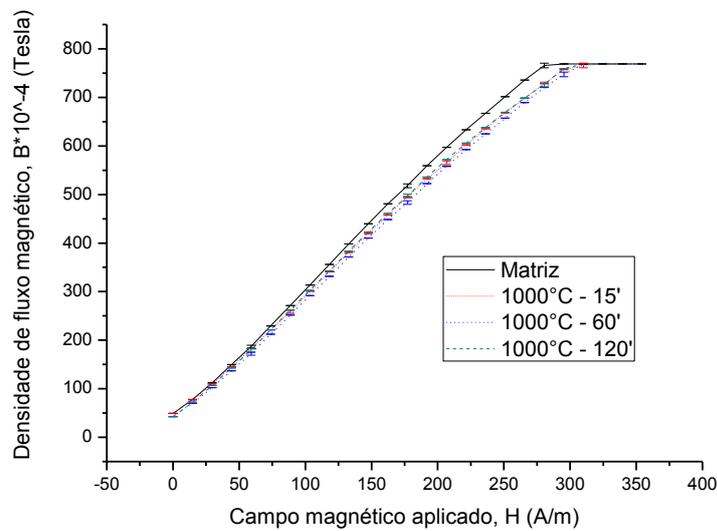
As amostras envelhecidas a 800°C e 850°C Figuras 47 (a) e (b), respectivamente, comprovam que o aumento no percentual de fase  $\sigma$  contribui para a redução da permeabilidade magnética dos AID. Analisando individualmente as curvas das amostras envelhecidas a 850°C, se confirma ser esta temperatura extremamente susceptível a formação de fase  $\sigma$  (VILLANUEVA et al., 2006; SIEURIN e SANDSTRÖM, 2007; ROMANA, 2009 e FARGAS et al., 2009). A saturação do sensor Hall para as amostras envelhecidas necessitaram de valores maiores de campo magnético aplicado (H) em relação a amostra sem tratamento.

**Figura 48: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 900°C (a) e 950°C (b) para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.**



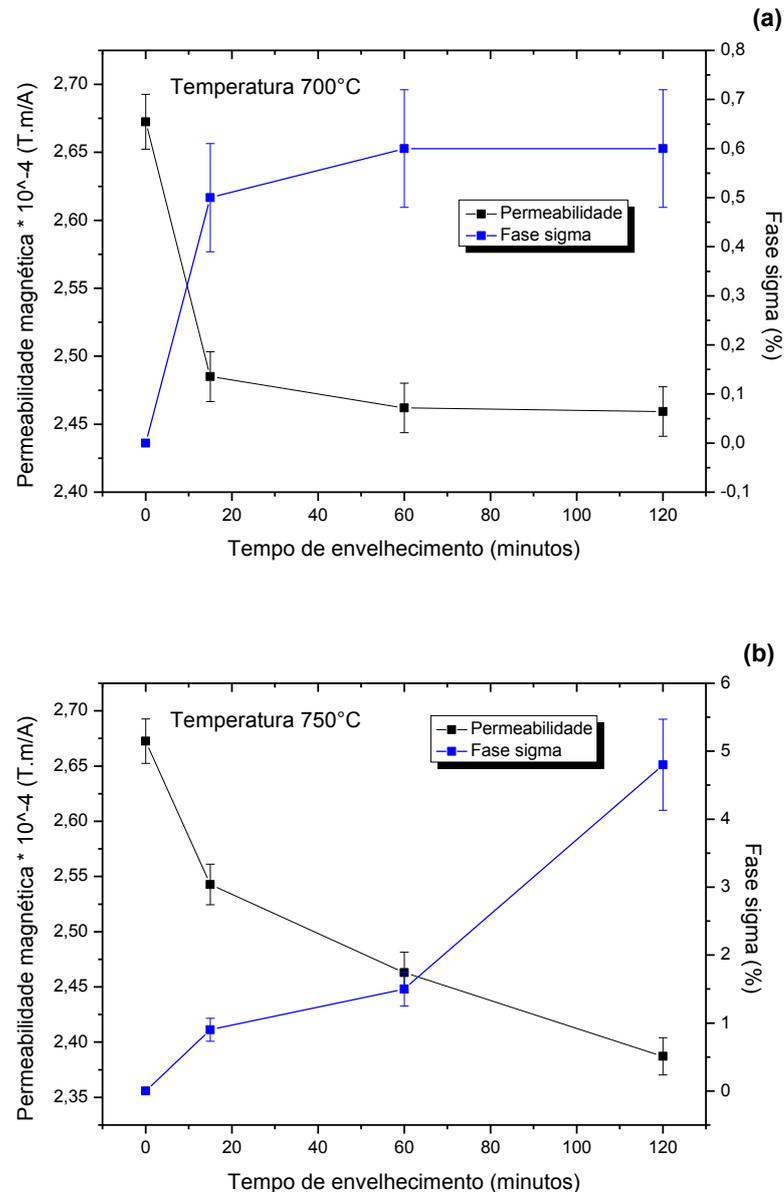
Na Figura 48 as amostras tratadas a 900°C e 950°C para os envelhecimentos de 60 e 120 minutos descrevem curvas próximas e compatíveis com os resultados obtidos nos percentuais de fase  $\sigma$  por microscopia óptica, inclusive, analisando individualmente as amostras de 950°C, a saturação do sensor para os envelhecimentos de 60 e 120 minutos ocorrem praticamente iguais, indicando que a esta temperatura o aumento do tempo de envelhecimento provoca uma estabilidade na quantidade de fase  $\sigma$ , com uma leve redução no percentual de fase não magnética.

**Figura 49: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 1000°C para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.**



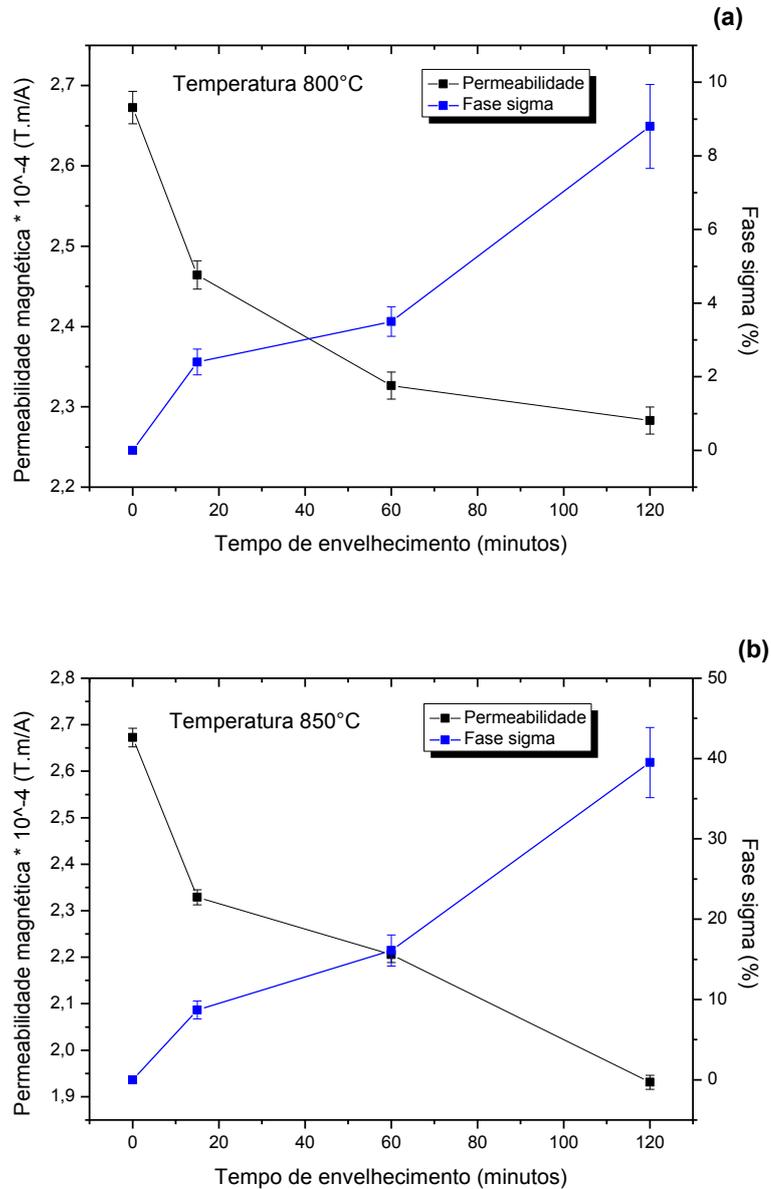
Os valores de permeabilidade magnética foram obtidos através do cálculo da inclinação das curvas de magnetização apresentadas anteriormente. As Figuras 50 (a) e (b) mostram o comportamento da permeabilidade magnética e da quantidade de fase  $\sigma$  em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 700°C e 750°C respectivamente. Analisando as Figuras 50 (a) e (b) podemos verificar que a permeabilidade caiu com o tempo de envelhecimento do material, confirmando resultados obtidos por TAVARES et al. (2000) e FIALHO (2015). Observamos ainda que o aumento da fração volumétrica de fase  $\sigma$  provoca uma redução na capacidade de magnetização do material. Nota-se ainda que pequenos percentuais de fase  $\sigma$  já são suficientes para provocar uma redução na permeabilidade magnética, podendo ser observada esta redução para os 15 minutos iniciais de envelhecimento térmico. Considerando somente a Figura 50 (a) concluímos que a análise da permeabilidade se manteve constante do tempo de envelhecimento de 60 minutos para 120 minutos na amostra de 700°C acompanhando a formação da fase fragilizante que também permaneceu praticamente constante para essas condições de tratamento térmico e envelhecimento. Isto indica a capacidade do ensaio em acompanhar a formação de fase  $\sigma$ , mesmo para quantidades em torno de 0,5%.

**Figura 50: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase  $\sigma$  para o AID SAF 2205 envelhecido a 700°C (a) e 750°C (b).**



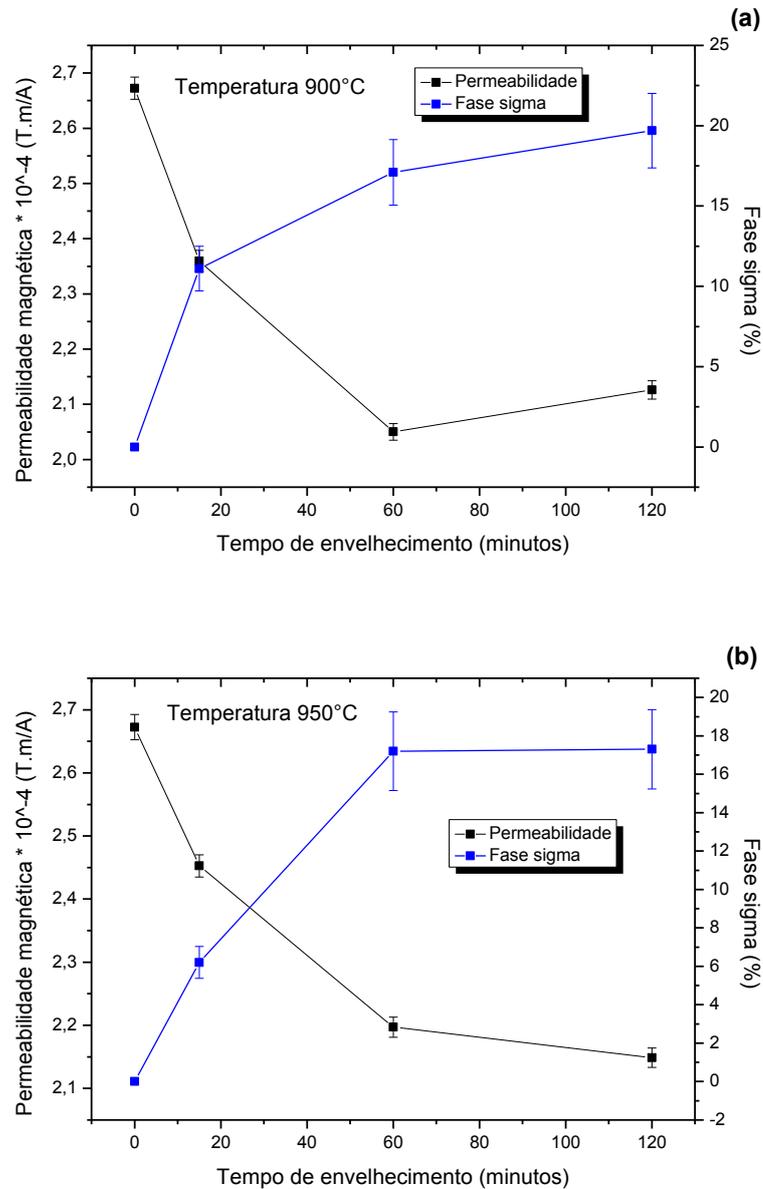
Na Figuras 51 (a) e (b) se mantem o padrão de redução da permeabilidade com o tempo. Para a temperatura de 850°C Figura 51 (b) ocorre a maior redução da permeabilidade magnética do material, uma redução em torno de 28%, por conseqüente aumento de fase  $\sigma$  e redução na fase de ferrita. Ghanei et al., (2014) e Camerini et al. (2015) comprovaram que a redução dessa fase implica também em uma redução na permeabilidade magnética do material. Os mesmos Ghanei et al. (2013), já tinham comprovado que a permeabilidade magnética de um aço de duas fases (ferrita e martensita) submetido a tratamento de 745°C a 890°C apresentou maior redução nas suas propriedades de magnetização para as temperaturas superiores a 800°C.

**Figura 51: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase  $\sigma$  para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C (a) e 850°C (b).**



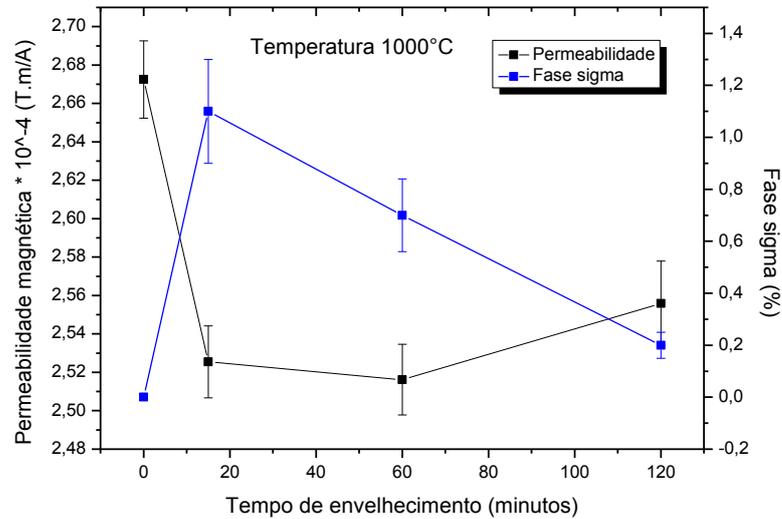
As Figuras 52 (a) e (b) mostram a variação nos valores de permeabilidade para as temperaturas de 900°C e 950°C. Observa-se uma redução seguida de estabilização dos valores. Isto se deve ao fato que acima de 60 minutos tem-se pouca variação nos valores da quantidade de fase  $\sigma$ .

**Figura 52: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase  $\sigma$  para o AID SAF 2205 envelhecido a 900°C (a) e 950°C (b).**



Na Figura 53 observamos que o material consegue aumentar sua magnetização para o maior tempo de envelhecimento, para a temperatura de 1000°C. Este comportamento pode ser explicado devido à redução de fase  $\sigma$  para esta temperatura, ou seja, mais uma vez a eficiência do ensaio foi capaz de detectar pequenas oscilações nos percentuais da fase não magnética.

**Figura 53: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase  $\sigma$  para o AID SAF 2205 envelhecido a 1000°C.**

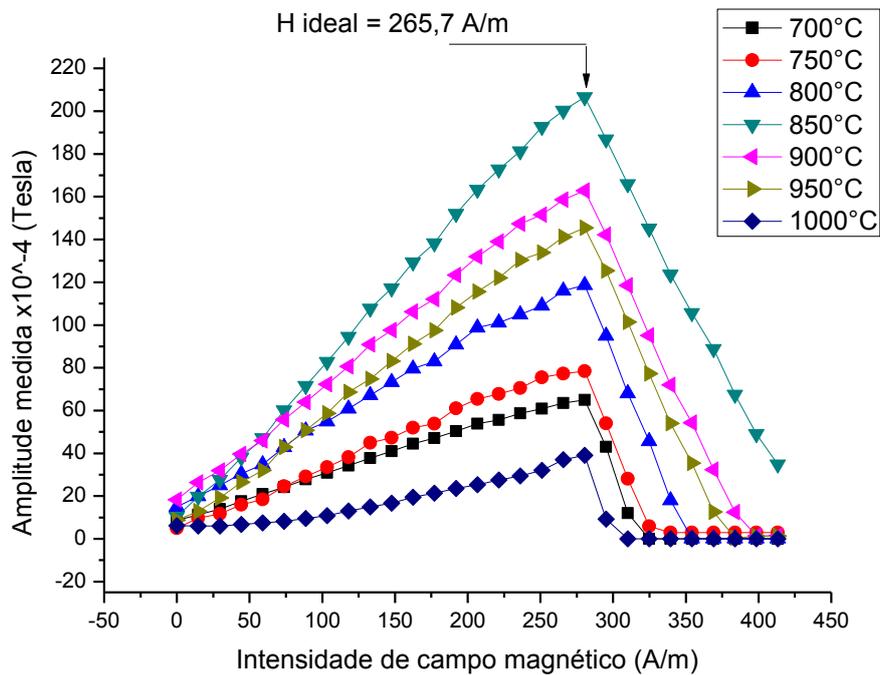


Nesta seção foram mostrados que medidas de permeabilidades magnéticas obtidas a partir do levantamento da curva B contra H, na região de reversibilidade do movimento das paredes dos domínios magnéticos, são capazes de acompanhar a formação da fase  $\sigma$ . Contudo, para realização do monitoramento de estruturas em serviço pensou-se na aplicação de uma intensidade de campo magnético ideal e análise somente da densidade de fluxo magnético no mesmo. A próxima seção tem esta análise como objetivo.

#### **4.4.2. Determinação do valor de H ótimo para acompanhamento da formação da fase $\sigma$ .**

A Figura 54 apresenta a diferença entre os valores de densidade de linhas de campo entre os envelhecimentos de 120 minutos de todas as amostras, e a amostra sem tratamento térmico. Esta diferença foi denominada de amplitude de medida, que compara uma amostra com fase  $\sigma$  e uma sem fase  $\sigma$ . A variação da amplitude de medida em função da intensidade de campo magnético aplicado, para diversas temperaturas é mostrada na Figura 54. Da análise desta Figura é possível notar que os valores de amplitude aumentam até um pico para um valor comum de campo magnético aplicado (265,7 A/m) a todas as amostras. O declínio nos valores de densidade de fluxo magnético se deve a saturação do sensor Hall. O valor de 265,7 A/m foi escolhido como o que é capaz de detectar a maior amplitude de medida, e assim foi considerado como o H ideal.

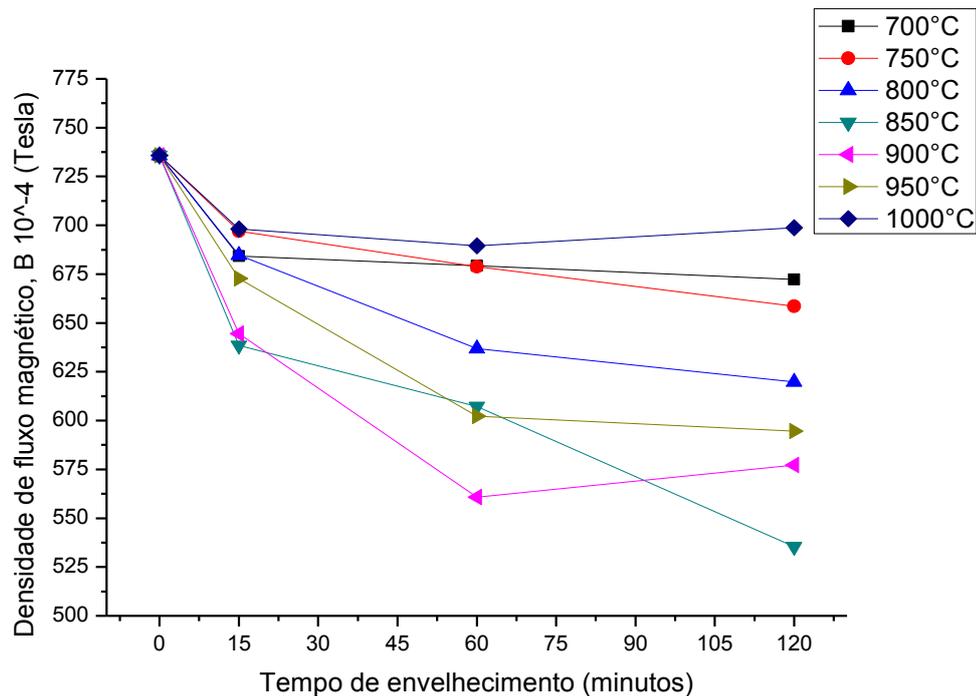
Figura 54: Curva da amplitude em função do Campo.



#### 4.4.3. Comportamento da densidade de fluxo magnético em função do H ideal.

A Figura 55 mostra o comportamento da densidade de fluxo magnético de acordo com o tempo de envelhecimento para o valor de H ideal, encontrado na secção anterior. Analisando a Figura 55, concluímos que os valores de densidade de fluxo magnético para as temperaturas de 700°C e 1000°C, para aumentos nos tempos de envelhecimento, mantêm relativa constância. A não variação nos valores de densidade de fluxo magnético indicam haver pouca quantidade de fase  $\sigma$ . A variação nos valores de densidade de fluxo magnético nas temperaturas de 800°C e 900°C indicam sim, haver um ponto crítico entre 800°C e 900°C, como já havia sido mostrado por TAVARES et al. (2010), NORMANDO et al. (2010), MOHAPATRA et al. (2013) e CAMERINI et al. (2015).

**Figura 55: Comportamento da densidade de fluxo magnético com tempo de envelhecimento para o  $H = 265,7$  A/m.**



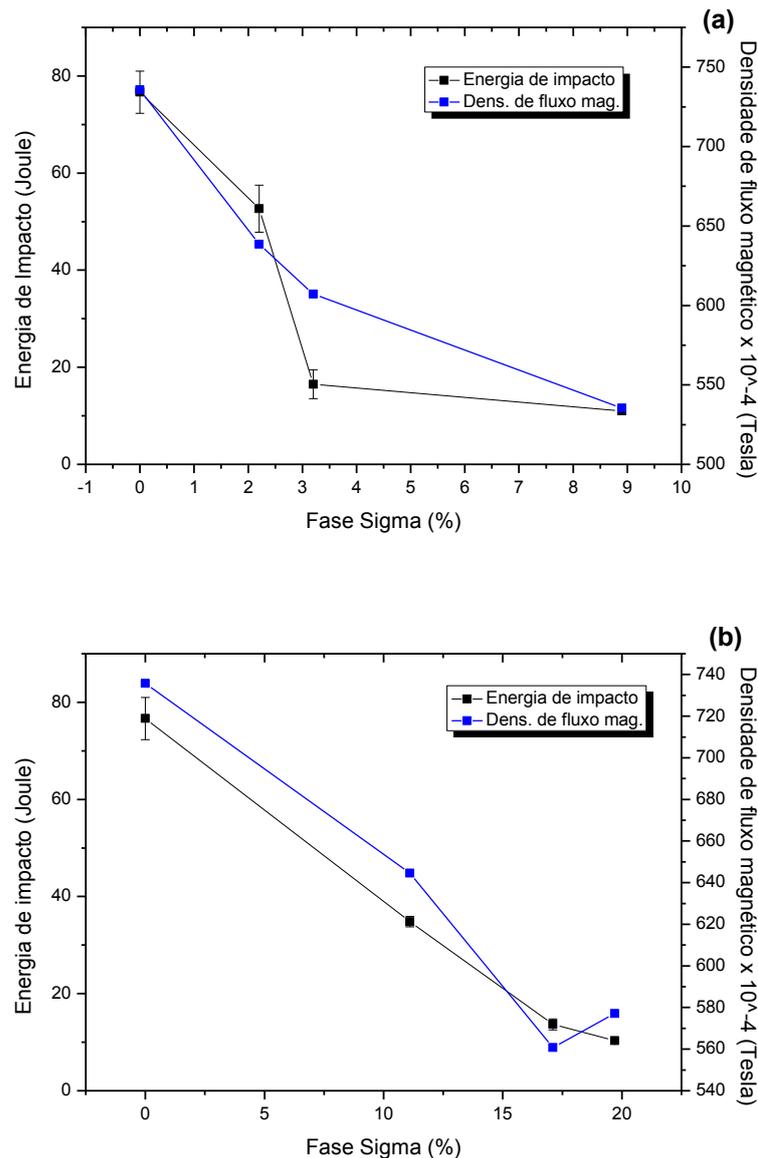
É possível perceber ainda que a curva para o tratamento de 850°C para o tempo de 60 minutos apresenta densidade de fluxo magnético superior às amostras de 900°C e 950°C para o mesmo tempo de envelhecimento, assim como a amostra tratada a 900°C apresentou comportamento magnético superior para o tempo de envelhecimento maior, esses comportamentos já foram observados por Tavares et al. (2010), onde o mesmo afirma que para a maioria dos aços, o intervalo de 800-900°C apresentam as maiores cinéticas de precipitação. Magnabosco (2001) e Fargas et al. (2009), atribuíram esse intervalo de temperatura como crítico para formação de precipitados podendo a velocidade de formação de fases secundárias provocar oscilações na quantidade de precipitados.

#### **4.4.4. Estudo da correlação entre energia absorvida por impacto, densidade de fluxo magnético e percentual de fase $\sigma$**

Nas Figuras 56 (a) e (b) são apresentados os comportamentos da densidade de fluxo magnético e da energia de impacto em função da formação de fase  $\sigma$  para o tratamento térmico a 800°C e 900°C respectivamente. Nota-se que a densidade de fluxo magnético é capaz de seguir a fragilização do AID em ambas as condições de tratamento, assim como resultados obtidos por FIALHO (2015), LINS e SILVA (2015) e SILVA et al. (2016).

Chen e Yang (2001), Sieurin e Sandström (2007) e Babakr et al. (2008), também conseguiram estabelecer uma relação entre quantidade de fase  $\sigma$  e fragilização do material, este último verificou que curvas de resistência ao impacto apresentaram redução conforme o aumento percentual de fase  $\sigma$ .

**Figura 56: Comparativo do percentual de fase sigma x campo induzido B para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C (a) e 900°C (b).**



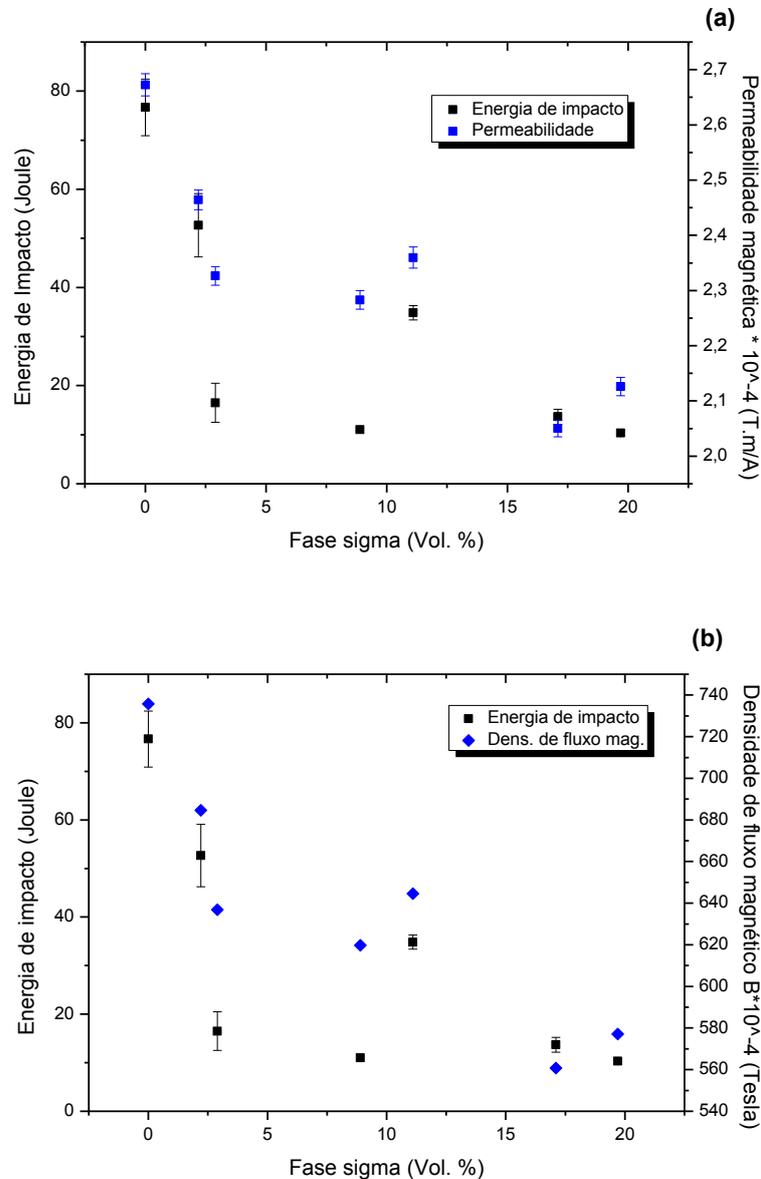
As amostras tratadas a 800°C e 900°C apresentaram uma redução de 31,3 e 54,5% em sua tenacidade para os primeiros 15 minutos de envelhecimento. A amostra envelhecida a 800°C apresentou para 60 minutos de envelhecimento um decréscimo em torno de 79% de sua tenacidade, com pouco mais 3% de fase  $\sigma$ , confirmando que pequenas quantidades desta fase

promovem uma redução considerável da resistência ao impacto. Podemos concluir ainda que o comportamento da densidade de fluxo magnético é uma ferramenta útil para monitorar alterações em estruturas constituídas por AID, sendo capaz de identificar pequenas quantidades de fase  $\sigma$ , fatos esses observados por SILVA et al. (2016).

#### 4.5. COMPARAÇÃO DO MÉTODO DA PERMEABILIDADE COM O DA APLICAÇÃO DO H IDEAL

A Figura 57 (a) representa o comparativo entre a energia de impacto, percentual de fase  $\sigma$  e permeabilidade magnética. A Figura 57 (b) compara a energia de impacto, percentual de fase  $\sigma$  e densidade de fluxo magnético a partir da aplicação do H ideal. É possível observar que os valores de energia de impacto, permeabilidade magnética e densidade de fluxo magnético apresentaram valores similares, tendo seus valores reduzidos com o aumento do percentual de fase  $\sigma$ . Ambas técnicas são capazes de acompanhar a formação de fase  $\sigma$ . As Figuras 57 (a) e (b) mostram que existe um valor crítico de redução de permeabilidade e de densidade de fluxo magnético, que irá indicar o melhor momento de intervir na estrutura em serviço para evitar rompimento, ou seja, indicando quando a mesma estará fragilizada.

**Figura 57: Comparativo do percentual de energia de impacto x Fase sigma x Permeabilidade magnética (a) e Comparativo do percentual de energia de impacto x Fase sigma x Densidade de fluxo magnético (b) para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C e 900°C.**



Outras técnicas, tais como ensaio de ultrassom (NORMANDO et al., 2010) e correntes parasitas (NORMANDO et al., 2010 e CAMERINI et al., 2015), também tem sido utilizadas para detectar fragilização em aços inoxidáveis duplex por fase  $\sigma$ . Ambas as técnicas podem identificar a presença dessa fase para envelhecimentos em torno de 30 minutos a 800°C, enquanto que a técnica baseada na densidade de fluxo magnético pode ser utilizada para tempos de envelhecimento inferiores a 30 minutos. Esta precisão na abordagem proposta torna-se relevante, considerando que um tratamento térmico a 800°C durante 30 minutos, é capaz de reduzir a tenacidade do material em até 65% (TAVARES et al., 2010). Envelhecimentos de 15

minutos para temperaturas de 800°C e 900°C, provocaram redução na tenacidade de 31,3% e 54,5%, respectivamente. Dessa maneira o monitoramento de estruturas de aços inoxidáveis duplex, necessitam de uma avaliação da microestrutura mesmo para tempos inferiores a 30 minutos.

A Figura 57 (b) mostra também que pequenas quantidades de fases  $\sigma$  resultam em uma redução na densidade de fluxo magnético, mesmo para quantidades que não comprometam a tenacidade do material. Assim sendo, essa técnica pode detectar a presença de fase  $\sigma$  mesmo em pequenas quantidades (FIALHO, 2015 e SILVA et al., 2016). Como mencionado anteriormente, outras técnicas, tais como ultrassom e correntes parasitas não são precisas para tempos inferiores a 15 minutos de envelhecimento (NORMANDO et al., 2010 e NUNES et al., 2013). Baseado em tais experimentos a técnica de densidade de fluxo magnético pode ser usada para detectar, em serviço, a fragilização de materiais por fase  $\sigma$ .

A técnica da aplicação do H ideal pode ser aplicada em serviço, da seguinte maneira: mede-se com o H ideal a densidade de fluxo magnético em uma região distante da região crítica, que pode ser uma solda, em seguida deixa o sensor fixo na região a ser monitorada. Quando um valor crítico de redução de campo induzido for observado, teremos a formação de fase  $\sigma$  suficiente para fragilizar a estrutura e esta deve ser trocada.

## 5. CONCLUSÃO

O presente trabalho consistiu na aplicação de uma técnica não destrutiva baseada na interação entre densidade de fluxo magnético e microestrutura que pudesse acompanhar a formação da fase fragilizante  $\sigma$  em aços inoxidáveis duplex (AID). Tais estudos nos permitiram concluir que:

- ✓ A técnica apresentou considerável sensibilidade na identificação da formação da fase  $\sigma$ , inclusive para os primeiros 15 minutos com proporções ainda que reduzidas de fase  $\sigma$ . Técnicas como ensaio por ultrassom, correntes parasitas, não são precisas para pequenos tempos de envelhecimento;
- ✓ A fase  $\sigma$  se caracteriza por ser paramagnética, formando-se na matriz de ferrita. Ambos os processos contribuem para a redução das propriedades ferromagnéticas do material, conseqüentemente da permeabilidade magnética. O monitoramento através da permeabilidade magnética, tem como desvantagem um maior tempo para processamento dos sinais, pois são necessários levantamentos das curvas B x H e posterior determinação da permeabilidade através da tangente da reta;
- ✓ A diferença entre os valores de densidade de fluxo magnético das amostras tratadas e a amostra sem tratamento térmico foi determinada amplitude de medida e o seu máximo valor correspondente a intensidade do campo magnético ideal com o valor de 265,7 A/m;
- ✓ A determinação do campo magnético externo ideal permitiu uma maior precisão nas medidas de densidade de fluxo magnético. Permitindo assim, um acompanhamento de estruturas em serviço somente com determinação dos valores de densidade de fluxo magnético. O monitoramento através desse método pode ser contínuo e necessita de pouco tempo para processamento de sinais.

## **SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- ✓ Desenvolver uma interface e sistema supervisorio, a fim de identificar a fragilização do material;
- ✓ Aplicar a técnica na caracterização de outras propriedades dos materiais;
- ✓ Aplicar a técnica para acompanhamento de fases indesejáveis em outros tipos de materiais.

## REFERÊNCIAS

AGUIAR, D. J. M. **Estudo da formação e reversão de martensita induzida por deformação na austenita de dois aços inoxidáveis duplex**. 2012. 147 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II, Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, SP, Brasil, 2012.

ALBUQUERQUE, V. H. C.; SILVA, C. C.; NORMANDO, P. G.; MOURA, E. P.; TAVARES, J. M. R. S., Thermal aging effects on the microstructure of Nb-bearing Nickel based Superalloy weld overlays using ultrasound techniques, **Materials and Design** v. 36, pp. 337–347, 2012.

ANDRADE, A. L. S. S. **Ensaio eletromagnético não destrutivo para detecção de anisotropia**. 2016. 76 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará (IFPB), João Pessoa, PB, Brasil, 2016.

ANDREUCCI, R.: Ensaio de Ultrassom. Editora Abendi. Julho de 2003. 98p.

BABAKR, A. M.; AL-AHMARI, A.; AL-JUMAYIAH, K.; HABIBY, F., Sigma Phase Formation and Embrittlement of Cast Iron-ChromiumNickel (Fe-Cr-Ni) Alloys, **Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering**. v. 7, pp 127-145, 2008.

BERTOTTI, G., “Hysteresis in Magnetism”, **Academic press**, 1998.

BIRCÁKOVÁ, Z.; KOLLAR, P.; WEIDENFELLER, B.; FÜZER, J.; FÁBEROVÁ, M.; BURES, R., Reversible and irreversible DC magnetization processes in the frame of magnetic, thermal and electrical properties of Fe-based composite materials, **Journal of Alloys and Compounds**. v. 645, pp 283-289, 2015.

CALLISTER JR, W. D., **Materials science and engineering an introduction** 7° ed. John Wiley & Sons, 2007.

CAMERINI, C.; SACRAMENTO, R.; AREIZA, M. C.; ROCHA, A.; SANTOS, R.; REBELLO, J. M.; PEREIRA, G., Eddy Current Techniques for Super Duplex Stainless Steel Characterization, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials** v. 388, pp 96-100, 2015.

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.

CHAN, K.W., TJONG, S.C., Effect of secondary phase precipitation on the corrosion behavior of duplex stainless steels. **Materials**. V 7 pp. 5268–5304, 2014.

CHEN, T.H., YANG, J.R., Effect of solutions treatment and continuous cooling on  $\sigma$ -phase precipitation in 2205 duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering**, A311 pp. 28–41, 2001.

CHEN, T.H., WENG, K.L., YANG, J.T., The effect of high temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering**, A338 pp. 259–270, 2002.

CHIKAZUMI, S. **Physics of Ferromagnetism**. 2. ed. New York: Oxford University Press, 2005. 668 p.

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

FARGAS, G.; ANGLADA, M.; MATEO, A. Effect of the annealing temperature on the mechanical properties, formability and corrosion resistance of hot-rolled duplex stainless steel, **Journal of Materials Processing Technology**. v. 209, pp. 1770-1782, 2009.

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.

GHANEI, S.; KASHEFI, M.; MAZINANI, M., Eddy Current nondestructive evaluation of dual phase steel, **Materials and Design** v. 50, pp. 491–496, 2013.

GHANEI, S.; KASHEFI, M.; MAZINANI, M., Comparative study of eddy current and Barkhausen noise nondestructive testing methods in microstructural examination of ferrite–martensite dual-phase steel, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials** v. 356, pp 103-110, 2014.

GRIJALBA, F. A. F. **Desenvolvimento de ensaio não destrutivo baseado no ruído magnético de Barkhausen para caracterização 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.

GUIMARÃES, A. P. **Magnetismo e ressonância magnética em sólidos.** 2009. 355 p. Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2009.

HELMUT FISCHER. *Measurement of the ferrite content in austenitic and duplex steel.* Helmut Fischer – Germany. Catalogo do Feritscope® FMP30. Disponível em: < <http://www.helmut-fischer.com.br/pt/br/ensaios-de-materiais/teor-de-ferrita/> >. Acesso em 22 de novembro 2016.

KLEBER, X.; HUG, A.; MERLIN, J.; SOLER, M., Ferrite-Martensite steels characterization using magnetic Barkhausen noise measurements, **ISIJ International**, v. 44, pp 1033-1039, 2004.

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.

LI, J.; XU, Y.; XIAO, X.; ZHAO, J.; JIANG, L.; HU, J. A new resource-saving, high manganese and nitrogen super duplex stainless steel 25Cr–2Ni–3Mo–xMn–N. **Material Science and Engineering A**, v. 527, p. 245-241, 2009.

LIMA JÚNIOR, J. V. **Avaliação microestrutural do aço ASTM A516 grau 60 através de técnicas não destrutivas: Ruído magnético Barkhausen (RMB) e Correntes Parasitas (CP)**. 2014. 122 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, CE, Brasil, 2014.

LINS, R. S. A. T.; SILVA, E. M. Metodologia de um ensaio não destrutivo, baseado em medidas de tensão Hall, para determinação de descontinuidades em aços ao carbono, **Revista Principia IFPB**, n° 26, pp. 100-105, 2015.

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.; LI, D.J. 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.

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.

MAGNABOSCO, R.; SANTOS, D. C. Intermetallic Phases Formation During Short Aging between 850°C and 950°C of a Superduplex Stainless Steel, **Journal of Materials Research and Technology**, v. 1, pp. 71-74, 2012.

MARTINS, M.; FORTI, L. R. N., Effect of aging on impact properties of ASTM A890 Grade 1C super duplex stainless steel, **Materials Characterization**, v. 59 pp. 162-166, 2008.

MOHAPATRA, J. N.; KAMADA, Y.; MURAKAMI, T.; ECHIGOYA, J.; KIKUCHI, H.; KOBAYASHI, S., Magnetic hysteresis loop technique as a tool for the evaluation of  $\sigma$  phase embrittlement in Fe-Cr alloys, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials** v. 327, pp 71-75, 2013.

MOREIRA, F. G. M. **Influência da precipitação de fase  $\sigma$  nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão de um aço inoxidável duplex UNS S32250 laminado**. 2010. 60 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de materiais) – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto (FEUP), Porto, Portugal, 2010.

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.

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 A**. v 527, pp. 2886–2891, 2010.

NUNES, T, M.; ALBUQUERQUE, V, H, C.; PAPA, J, P.; SILVA, C, C.; NORMANDO, P, G.; MOURA, E, P.; TAVARES, J, M, R, S., Automatic microstructural characterization and classification using artificial intelligence techniques on ultrasound signals, **Expert Systems with Applications** v. 40, pp 3096-3105, 2013.

OLYMPUS Tube inspection probe catalog. < <http://www.olympus-ims.com/en/ndt-tutorials/eca-tutorial/what-is-eca/basic/>>. Acesso 31 de julho de 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.

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 Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, CE, Brasil, 2012.

ROMANA, R., **Cinética de formação de fase sigma entre 700°C e 900°C no aço inoxidável superduplex UNS S32750 (SAF 2507)**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Centro Universitário da Fundação Educacional Inaciana (FEI), São Bernardo do Campo, SP, Brasil, 2009.

SIEURIN, H., SANDSTRÖM, R., Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205, **Materials Science and Engineering**. v 444, pp. 271–276, 2007.

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 a UNS S31803 duplex stainless steel based on nondestructive testing, **Materials Science and Engineering A**, v. 516, pp. 126-130, 2009.

SILVA, G.R. **Caracterização magnética de aço com a superfície endurecida**. 2010. 87 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Departamento de Engenharia de materiais, Universidade de Caxias do Sul (UCS), Caxias do Sul, RS, Brasil, 2010.

SILVA, E. M.; LEITE, J. P.; FRANÇA NETO, F. A.; LEITE, J. P.; FIALHO, W. M. L.; ALBUQUERQUE, V. H. C.; 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, pp. 1-6, 2016.

SOARES, A. **Aplicações das correntes de Foucault na detecção de descontinuidades em tubos de Zircaloy**. 1976. 203 p. Dissertação (Mestrado em Ciências e Técnicas Nucleares) – Instituto de Pesquisas Radioativas, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Belo Horizonte, MG, Brasil, 1976.

TAN, H.; JIANG, Y.; DENG, B.; XU, J.; LI, J. Effect of annealing temperature on the pitting resistance of super duplex stainless steel UNS 32750. **Materials Characterization**. v 60, pp. 1049–1054, 2009.

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., PARDAL, J. M., GUERREIRO, J. L., GOMES, A. M., DA SILVA, M. R., Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNSS 31803, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. V. 322, pp. 29–33, 2010.

TOLEDO, T. F. **Siliação de aço silício**. 2007. 148 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Rede Temática em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, MG, Brasil, 2007.

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.

VILLANUEVA, D. M. E.; JUNIOR, F. C. P.; PLAUT, R.; PADILHA, A. F., Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: Austenitic, superferritic and duplex, **Materials Science and Technology**. v. 22, pp. 1098-1104, 2006.

WENG, K. L.; CHEN, H. R.; YANG, J. R., The low-temperature aging embrittlement in a 2205 duplex stainless steel, **Materials Science and Engineering A**. v. 379, pp. 119-132, 2004.