

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

Estudo do uso do ruído Micromagnético Barkhausen na avaliação da resistência à corrosão em
um aço Superdúplex

por

Daniel Siwik

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Mecânica da Escola de Engenharia da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Engenheiro Mecânico.

Porto Alegre, Dezembro de 2011

Estudo do uso do ruído Micromagnético Barkhausen na avaliação da resistência à corrosão em
um aço Superdúplex

por

Daniel Siwik

ESTA MONOGRAFIA FOI JULGADA ADEQUADA COMO PARTE DOS
REQUISITOS PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
ENGENHEIRO MECÂNICO
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELA BANCA EXAMINADORA DO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

Prof. Dr. Arnaldo Ruben Gonzalez
Coordenador do Curso de Engenharia Mecânica

Área de Concentração: **Mecânica dos Sólidos**

Orientador: Prof. Jakson Manfredini Vassoler

Comissão de Avaliação:

Prof. Jun S. O. Fonseca

Prof. Herbert Martins Gomes

Prof. Juan Pablo Raggio Quintas

Porto Alegre, 5 de Dezembro de 2011.

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a Deus que me inspirou, fortificou, amparou e iluminou nos momentos que eu mais precisei nesta minha caminhada universitária - Deus nunca me pediu o impossível.

Agradeço aos meus pais, que de forma amorosa e carinhosa me deram força e coragem, me apoiando nos momentos de dificuldades. Tudo o que sou e tenho devo a eles, e sou grato profundamente. Cada um de seus atos foi uma oportunidade que eu tive para crescer e me tornar o que sou.

Agradeço também as minhas irmãs Ana, Cláudia e Mônica pelo incessante e incondicional apoio. Quero agradecer também a minha amada namorada Gisele, que embora eu não estando sempre presente, me incentivou e apoiou em todos os momentos desde o início.

Quero agradecer ao Thomas pela oportunidade de disponibilizar o espaço do GEND, apoiando-me na realização deste trabalho; e ao Lúcio, que me apresentou e me inseriu no laboratório.

Quero também agradecer de forma especial a Mariana e ao Allan, pela dedicação, competente ajuda, trabalho árduo, atenção e especialmente paciência. Sem estes tal trabalho não teria sido concretizado. Agradeço também toda a equipe do GAF e do LAMEF, pela competente ajuda e serviço.

Agradeço também ao apoio dos meus colegas da GM, Danuza, Cardan, Emerson, George, Fabiana, Evélio, Fábio, Marcos Quadros, Meneghini, Cássio, Vanderlei Lima, André Heck, Márcio D'Avila e aos muitos outros que não cabem aqui nesta página.

Agradeço ao professor Jakson pelo tempo e paciência a mim dedicados e pelo espírito crítico, o qual espero ter adquirido.

E finalmente, agradeço a todos aqueles personagens que tiveram parte tão especial na minha carreira na UFRGS, especialmente o Longhi, Lúcio, Pedro, Cassiano, Rafa Torres, etc.

SIWIK, D. **Estudo do uso do ruído Micromagnético Barkhausen na avaliação da resistência à corrosão em um aço Superdúplex**. 2011. 18p. Monografia (Trabalho de Conclusão do Curso em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

RESUMO

Aços superdúplex são utilizados em ambientes altamente corrosivos devido ao alto desempenho em corrosão proporcionado pelo equilíbrio das fases ferrita e austenita (proporção 1:1). A análise das propriedades microestruturais destes aços é muito importante para avaliar se este pode sofrer processos acelerados de corrosão frente a severas condições de exposição, como altas temperaturas e ambientes corrosivos. Por isto, neste trabalho foi utilizada uma técnica de Ensaio Não destrutivo (END) baseada no Ruído Magnético Barkhausen (RMB) como ferramenta para avaliar as variações microestruturais originadas a partir de diferentes tratamentos de envelhecimento, comparando-as com a condição ideal de utilização do material supracitado. Como o RMB trata-se de uma técnica indireta de END, foram realizados ensaios metalográficos, de microdureza Vickers e Difração de raios-X para validação dos resultados. O método mostrou-se eficaz para a avaliação das condições microestruturais encontradas.

PALAVRAS-CHAVE: Ruído Barkhausen, aço superdúplex, envelhecimento isotérmico.

SIWIK, D. **Study of the use of Micromagnetic Barkhausen Noise in the evaluation of the corrosion resistance in a Superduplex Steel**. 2011. 18p. Monografia (Trabalho de Conclusão do Curso em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

ABSTRACT

Superdúplex steels are used in highly corrosive environments due to the high corrosion performance provided by the balance of ferrite and austenite phases (ratio 1:1). The analysis of the microstructural properties of these steels is very important to assess whether this process may suffer accelerated corrosion in the face of severe exposure conditions such as high temperatures and corrosive environments. Therefore, in this work was used a technique of Non Destructive Testing (NDT) based on Magnetic Barkhausen Noise (MBN) as a tool to evaluate the microstructural variations arising from different aging treatments, comparing them with the ideal condition for use of the material above. Since the MBN is an indirect NDT technique, metallographic tests, Vickers microhardness tests and X-ray diffraction tests were performed in order to validate the results. The method was effective for the evaluation of microstructural conditions encountered.

KEYWORDS: Barkhausen Noise, superdúplex steel, isothermal aging.

ÍNDICE

	Pág.
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	1
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
3.1 Aços inoxidáveis Dúplex e Superdúplex.....	2
3.2 Precipitados Intermetálicos.....	3
3.3 Micromagnetismo.....	4
3.4 Domínios Magnéticos.....	4
3.5 Curva de Histerese.....	4
3.6 Ruído Barkhausen.....	6
4. METODOLOGIA	8
4.1 Materiais e Equipamentos.....	8
4.2 Métodos Experimentais.....	8
5. RESULTADOS	9
5.1 Metalografia.....	9
5.2 Ensaio de Dureza.....	10
5.3 Difração de Raios-X.....	11
5.4 Análise RMB.....	12
5.5 Análise complementar.....	13
6. CONCLUSÕES	14
7. TRABALHOS FUTUROS.....	14
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	14
ANEXO A.....	15

1. INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis dúplex (AID) são cada vez mais utilizados como uma alternativa aos aços inoxidáveis austeníticos. Com o advento da indústria de prospecção de petróleo ao longo da costa marinha, surgiu a necessidade de materiais que suportassem elevada sollicitação mecânica aliada à excelente resistência à corrosão, especialmente por cloretos. Visando melhorar o desempenho desses materiais, mais recentemente, surgiram os aços inoxidáveis superdúplex (AISD) que possuem resistência à corrosão superior aos anteriormente citados. Estes aços são caracterizados por necessitar rigoroso controle do equilíbrio microestrutural de ferrita/austenita na razão de 1:1. Este equilíbrio oferece vantagens em relação aos aços austeníticos, como propriedades mecânicas de resistência ao escoamento, resistência à tração, excelente tenacidade e boa resistência à corrosão.

Entretanto, estes materiais podem apresentar problemas quando expostos a altas temperaturas devido a precipitação de fases deletérias, modificando a proporção de seus constituintes e conseqüentemente as propriedades mecânicas. A sua aplicação na indústria do petróleo, nas aplicações marinhas, na indústria química e na indústria de celulose está sujeita a condições severas de serviço, como meio altamente agressivo, pressão, e altas temperaturas. Esta situação também pode se apresentar durante operações de soldagem, forjamento a quente, ou quando são produzidas peças espessas por fundição, além da exposição dos componentes em temperaturas elevadas em serviço. Os parâmetros de fabricação devem ser minuciosamente especificados e controlados, pois dependendo de seu ciclo térmico, o balanço microestrutural pode ser afetado. Como já é bem estabelecido, o desempenho em corrosão, fadiga, impacto, dentre outras propriedades requeridas para o bom desempenho de um componente, são diretamente dependentes de sua microestrutura (REBELLO, 2006).

O desenvolvimento de metodologias para caracterização de componentes através de técnicas magnéticas vêm assumindo um papel fundamental junto à indústria, devido aos benefícios que estas trazem na avaliação de seu desempenho em campo, sem uma intervenção dispendiosa em termos de tempo e produtividade. Neste trabalho deseja-se realizar um estudo preliminar em aço superdúplex quanto às modificações microestruturais causadas durante ciclos térmicos definidos que simulariam condições de formação de fases deletérias. A partir disso, as modificações na microestrutura serão analisadas através do Ruído Magnético Barkhausen (RMB). Este método vem sendo utilizado para analisar uma grande variedade de propriedades intrínsecas do material como variações na dureza, alterações microestruturais, controle de qualidade em tratamentos de superfícies e em processos de usinagem e conformação, avaliação de degradação térmica ou nuclear, análise de textura e anisotropia, vida residual de fadiga, assim como propriedades extrínsecas como deformações plásticas e tensões mecânicas e residuais. (DOBMAN, 2007)

A técnica RMB consiste na análise de diversos parâmetros gerados pela curva de histerese magnética característica para cada condição microestrutural. Logo os parâmetros de resposta a este tipo de ensaio servem como ferramentas de análise a estas condições. Uma metodologia de caracterização do material demanda a utilização de padrões de referência que proporcionem uma avaliação comparativa dos resultados, visto que se trata de uma técnica indireta. Para a avaliação microestrutural de um material utilizado em uma aplicação específica, também é necessário obter um padrão nas condições que se acredita encontrar em uma situação real. Com estas informações, basta comparar os sinais obtidos aos conhecidos e caso necessário, partir para uma intervenção destrutiva.

2. OBJETIVOS

Neste trabalho pretende-se realizar um estudo sobre uma metodologia de avaliação da propriedade de resistência a corrosão de um aço superdúplex utilizando uma técnica não destrutiva. O principal objetivo é avaliar qualitativamente a mudança microestrutural do aço, que acarretaria na mudança da propriedade citada anteriormente, por medidas da amplitude do ruído magnético Barkhausen.

As mudanças microestruturais (mudança da proporção ferrita:austenita) serão convenientemente causadas por tratamentos de envelhecimento isotérmico pré-definidos, com o objetivo de induzir a precipitação de fases deletérias, para por fim, detectar a resposta magnética deste frente a estas condições.

Após a realização dos tratamentos térmicos de envelhecimento são realizados os ensaios metalográficos, de microdureza e raio-x do material obtido, para servir como padrão de estudo. Os corpos de prova que sofreram os envelhecimentos são então analisados por métodos micromagnéticos através do Ruído Magnético Barkhausen. As variações do ruído resultantes do ensaio micromagnético são comparadas com os resultados das amostras simuladas obtidas a partir dos envelhecimentos, das quais foram analisadas através dos ensaios metalográficos e da análise de imagens. Estas servirão como uma técnica complementar para obtenção de informações quanto à microestrutura resultante.

Este trabalho objetiva iniciar um estudo preliminar a respeito do comportamento magnético da liga utilizada frente a diferentes tratamentos térmicos de envelhecimento, e também avaliar a viabilidade de se realizar a análise direta do material através do Método Magnético Barkhausen, desenvolvendo assim uma metodologia de inspeção não-destrutiva (END).

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços inoxidáveis Dúplex e Superdúplex

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) e superdúplex (AISD) são caracterizados pela estrutura ferrítica-austenítica. Os aços dúplex e superdúplex são ligas baseadas no sistema ferro-cromo-níquel e apresentam uma estrutura mista de ferrita (estrutura cristalina cúbica de corpo centrado) e austenita (estrutura cristalina cúbica de face centrada), geralmente na proporção de 1:1, em sua microestrutura na condição recozida. Na Figura A.1 do Anexo A pode-se ver diagrama binário de aços inoxidáveis (ASM, 2004). Pode-se ver na Figura A.2 do Anexo A podemos ver uma as diferenças microestruturais entre um aço carbono e um aço superduplex.

A exata quantidade de cada fase é função da composição química e do tratamento térmico. Os principais elementos de liga presentes são cromo e níquel, carbono em baixa quantidade (<0,03% em peso), além de incluir adições de nitrogênio, molibdênio, cobre, silício e tungstênio (LIPPOLD E KOTECKI, 2005).

As vantagens específicas oferecidas pelos aços inoxidáveis dúplex e superdúplex em relação aos aços austeníticos estão nas melhores propriedades mecânicas de resistência ao escoamento e resistência à tração. Apesar da alta resistência mecânica esses aços conseguem manter uma excelente tenacidade devido à grande quantidade de austenita. Sua boa resistência à corrosão deve-se principalmente ao teor elevado de cromo (POHL, 1995). Pode-se verificar as propriedades mecânicas e a composição química de diversos AID e AISD no Anexo A, Quadro A.1 e Quadro A.2, respectivamente (REBELLO, 2006).

Aços inoxidáveis superdúplex requerem cuidadosos procedimentos de fabricação para evitar a formação de fases secundárias indesejáveis e para manter iguais proporções de ferrita/austenita (LEITE, 2009). A proporção de ferrita/austenita é controlada pela temperatura de processamento e pela taxa de resfriamento. A austenita forma-se nos contornos de grão da ferrita primária por um processo de nucleação e crescimento, enquanto a austenita adicional pode ser formada intragranularmente dentro dos grãos da ferrita primária (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

A temperatura de processamento é um dos parâmetros mais importantes que controlam o teor de ferrita em aços dúplex. Numa temperatura próxima à linha solvus (limite de solubilidade entre fases em um diagrama de fases) da ferrita, na condição de recozimento ou sendo trabalhado a quente tende a apresentar uma microestrutura quase completamente ferrítica. Na medida em que a temperatura de processamento diminui a quantidade de austenita presente aumenta, pois aumenta a força motriz para a formação dessa fase (LIPPOLD e KOTECKI, 2005). Sob condições de equilíbrio, ocorre uma partição de elementos entre os dois constituintes

principais, ferrita e austenita. Cromo, molibdênio e tungstênio ficam concentrados, por difusão, na ferrita, enquanto níquel, carbono, nitrogênio e cobre tendem a se concentrar na austenita.

De forma a satisfazer as condições de serviço na indústria do petróleo (ver Figura 3.1) foram desenvolvidos os aços superdúplex, que apresentam como principal característica um elevado índice equivalente de resistência a corrosão localizada ou pite (Pitting Resistance Equivalent - PRE). Por este motivo são utilizados maiores teores de molibdênio, nitrogênio e tungstênio nas ligas. O índice PRE é definido pela equação (3.1) (REBELLO, 2006). Este índice para os aços inoxidáveis superdúplex tem um valor mínimo de 40 (LEITE, 2009).

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3 (\% \text{Mo} + 0,5 \% \text{W}) + 16 \% \text{N} \quad (3.1)$$

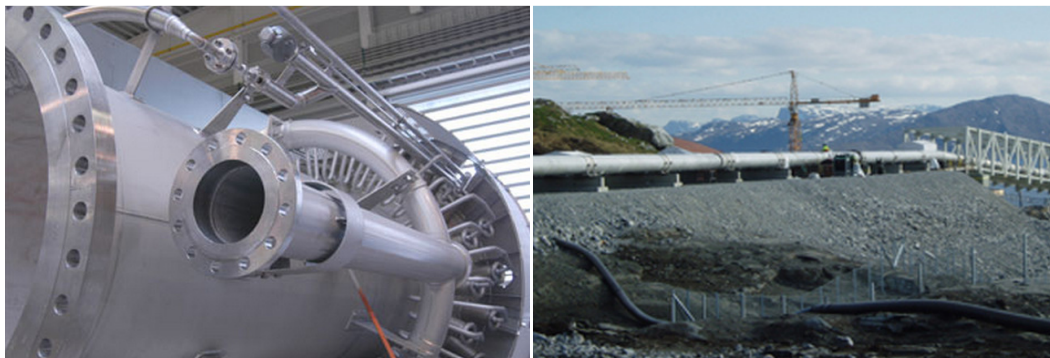


Figura 3.1 - Aplicações dos AID e AISD na indústria petrolífera. (BUTTING, 2011)

A microestrutura dúplex com alta quantidade de fase ferrítica apresenta baixa tenacidade ao entalhe, enquanto que a grande quantidade de fase austenítica levará a uma menor resistência associada à corrosão sob tensão por cloretos (LEITE, 2009). Desta forma, nota-se a importância da proporção microestrutural destas fases neste material, que assegura o bom desempenho esperado para estas ligas. Assim, um modo de avaliar o bom desempenho deste material é através da medição da proporção entre ferrita e austenita.

3.2 Precipitados Intermetálicos

Devido à complexidade das muitas adições de liga aos aços superdúplex, um grande número de precipitados intermetálicos podem se formar abaixo de 1000 °C, como fase σ , fase χ , fase α' , além de carbonetos. Dentre estes precipitados intermetálicos o mais importante é a fase σ , que é extremamente deletéria para as propriedades mecânicas, particularmente quanto a resistência ao impacto, devido ao seu caráter fragilizante, redução da tenacidade e resistência à corrosão, comprometendo o desempenho dos aços superdúplex. Precipitados, como a fase σ , são provenientes da fase ferrítica, e a formação destes faz com que se mude a razão ferrita/austenita original. (ROMANA, 2009). O diagrama de formação de fases pode ser visto na Figura A.3, no Anexo A. Na prática a temperatura de processamento é escolhida a menor possível, para permitir uma quantidade considerável de austenita, mas não tão baixa, a fim de evitar a presença de precipitados intermetálicos indesejáveis (LIPPOLD e KOTECKI, 2005).

A fase σ é uma fase intermetálica, paramagnética à temperatura ambiente, de estrutura tetragonal, dura e frágil, com dureza da ordem de 900 a 1000HV. Sua precipitação pode ocorrer em aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e ferrítico-austeníticos com estrutura do tipo dúplex e superdúplex (ROMANA, 2009). A presença de fase σ é esperada em uma faixa de temperaturas de 600 °C a 950 °C, sendo entre 700 °C e 900 °C a maior cinética de precipitação. Esta possui elevados teores de cromo e molibdênio se comparada com a matriz adjacente. O efeito deletério da fase σ na resistência à corrosão dos aços dúplex está associado ao empobrecimento do cromo na ferrita, pois precipitados intermetálicos ricos em cromo e molibdênio criam ao redor zonas empobrecidas destes elementos. Assim, a precipitação de fase sigma em aços

inoxidáveis superdúplex os torna altamente susceptíveis à corrosão localizada, sendo que o ataque ocorre na matriz da liga, imediatamente nas proximidades da fase formada, ou seja, nas zonas empobrecidas em cromo. A difusão tende a ser muito mais rápida na ferrita (devido aos elementos estabilizantes, ex.: Molibdênio) do que na austenita. (SEDRIS, 1996).

3.3 Micromagnetismo

Cada elétron em um átomo possui momentos magnéticos que tem sua origem a partir de duas fontes. O momento magnético total do átomo é a soma vetorial de todos os momentos (orbital ao redor do núcleo e normal ao plano da órbita), dando origem a diferentes classes de materiais em termos de propriedades magnéticas. Dependendo do comportamento dos átomos, podem-se classificar os tipos de magnetismo: diamagnetismo, paramagnetismo e ferromagnetismo; além destes, o antiferromagnetismo e o ferrimagnetismo (considerados subclasses do ferromagnetismo). Todos os materiais exibem pelo menos um desses tipos, e o comportamento da resposta do elétron e dos dipolos magnéticos atômicos à aplicação de um campo magnético aplicado externamente (CALLISTER, 2001).

O ferromagnetismo é uma forma de magnetismo apresentada por materiais que possuem um momento magnético permanente, mesmo na ausência de um campo magnético externo. Estes materiais apresentam altos níveis de magnetização e o efeito da magnetização permanente, que será maior ou menor dependendo das características da sua microestrutura. Os momentos magnéticos permanentes apresentados pelos materiais ferromagnéticos são devidos quase em sua totalidade aos momentos magnéticos resultantes dos spins, sendo pequena a contribuição dos momentos magnéticos orbitais (FARIAS, 2005).

3.4 Domínios Magnéticos

Os domínios magnéticos são pequenos volumes distribuídos ao longo dos materiais e são compostos por vários átomos que se encontram alinhados paralelamente. No estado desmagnetizado, sem a influência de tensões ou campos magnéticos externos, os domínios se encontram distribuídos de forma aleatória e a magnetização resultante do material é nula. Quando os domínios sofrem a influência de um campo magnético externo, os átomos de um dado volume sofrem uma rotação conjunta em volta de seu próprio eixo e se alinham na direção mais próxima à direção do campo magnético externo aplicado ocasionando mudanças apenas na direção de magnetização do volume (BOZORTH, 1951). A Figura 3.2 apresenta esquematicamente o efeito de alinhamento dos domínios segundo o aumento de um campo magnético externo.

As fronteiras dos domínios, ou paredes de Bloch, podem ser classificadas como fronteiras de 180° , nas quais os spins giram de 180° de um domínio para o domínio adjacente e fronteiras de 90° , nas quais os spins giram de 90° de um domínio para o domínio adjacente. O movimento das paredes de domínio durante uma magnetização é dificultado pela presença de vacâncias, discordâncias e impurezas, que agem como sítios ancoradores, fazendo com que estas precisem de uma maior energia para vencer a barreira que se apresenta (BOZORTH, 1951).

3.5 Curva de Histerese

A curva de magnetização característica de um material ferromagnético, indicada na Figura 3.3(a), é obtida plotando-se os valores da intensidade de magnetização M ou da indução magnética B em função da força magnetizadora H e pode ser utilizada para estudar o comportamento de um material ferromagnético sob a influência de um campo magnético externo aplicado. Na primeira região da curva ocorre a magnetização do material, a qual é reversível com a retirada do campo magnético aplicado e é chamada de permeabilidade inicial, onde o aumento crescente no valor do campo magnético aplicado ocasiona o deslocamento das fronteiras dos domínios a partir de suas posições iniciais, ou seja, muda-se a forma e o tamanho

mediante o movimento das paredes de domínio. Inicialmente, os momentos dos domínios constituintes estão orientados aleatoriamente de tal modo que não existe qualquer campo B (ou M) líquido.

À medida que o campo externo é aplicado, os domínios que estão orientados em direções favoráveis (ou que estejam praticamente alinhados) em relação ao campo aplicado crescem à custa daqueles que estão orientados de maneira desfavorável. O aumento do campo magnético a partir desta região conduz os domínios à região chamada região de rotação da magnetização e ocasiona mais uma vez a irreversibilidade dos domínios, pois, considera-se que o movimento das fronteiras já se completou e o aumento da magnetização é responsável apenas pela rotação dos domínios (BOZORTH, 1951). Esse processo continua com o aumento da força do campo, até que a amostra macroscópica se torne um único domínio resultante, alinhado com o campo aplicado. A saturação é atingida quando esse domínio, por meio de rotação, fica orientado com o campo H (ver Figura 3.2).

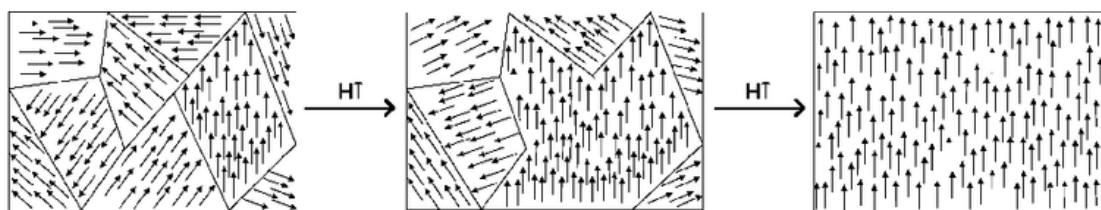


Figura 3.2 – Magnetização e rotação dos domínios magnéticos (CULLITY, 1972).

A partir do ponto de saturação, ponto S na Figura 3.3(a), à medida que o campo H é reduzido pela reversão da direção do campo, a curva não retorna seguindo seu trajeto original. Produz-se um efeito de histerese, onde o campo B se defasa em relação ao campo H que é aplicado, ou diminui a uma taxa muito baixa. No campo H igual a (ponto R sobre a curva), existe um campo B residual que é chamado remanência, ou densidade do fluxo remanescente ou residual B_r ; o material permanece magnetizado na ausência de um campo H externo. (CULLITY, 1972).

O comportamento de histerese e a magnetização permanente podem ser explicados através dos movimentos das paredes dos domínios. Com a reversão da direção do campo da saturação, o processo segundo o qual a estrutura do domínio se altera é invertida. Em primeiro lugar, existe uma rotação do único domínio com o campo invertido. Em seguida, domínios que possuem momentos magnéticos alinhados com o novo campo se formam e crescem à custa dos domínios originais. Crítico para essa explicação é a resposta ao movimento de paredes de domínio que ocorre em resposta ao aumento do campo magnético na direção oposta; isso é responsável pela defasagem de B em relação a H, ou a histerese. Quando o campo aplicado atinge zero, existe ainda uma fração volumétrica líquida de domínios que está orientada na direção original, o que explica a existência da remanência B_r (CULLITY, 1972).

Para reduzir o campo B no interior da amostra até zero (ponto C), um campo H de magnitude $-H_c$ deve ser aplicado em uma direção oposta à do campo original; H_c é chamado de coercividade, ou algumas vezes de força coerciva. Com a continuação do campo aplicado nessa direção inversa, a saturação é atingida no sentido oposto (ponto S'). Uma segunda inversão do campo até o ponto de saturação inicial (ponto S) completa o ciclo simétrico da histerese e também produz tanto uma remanência negativa ($-B_r$), como uma coercibilidade positiva ($+H_c$).

Curva de histerese e o comportamento dos domínios magnéticos em cada estágio do ciclo podem ser vistos na curva mostrada na figura 3.3(a), assim como a representação do fenômeno de coalescimento de domínios durante o processo de magnetização na Figura 3.3(b) (MARTINS, 2008). A curva de histerese se apresenta de formas diferentes dependendo da condição microestrutural do material. Portanto os parâmetros micromagnéticos de resposta a este tipo de ensaio são utilizados como ferramentas de análise a estas condições. Pode ser visto na Figura 3.4 diversas curvas obtidas de um mesmo material submetido a diferentes tratamentos térmicos.

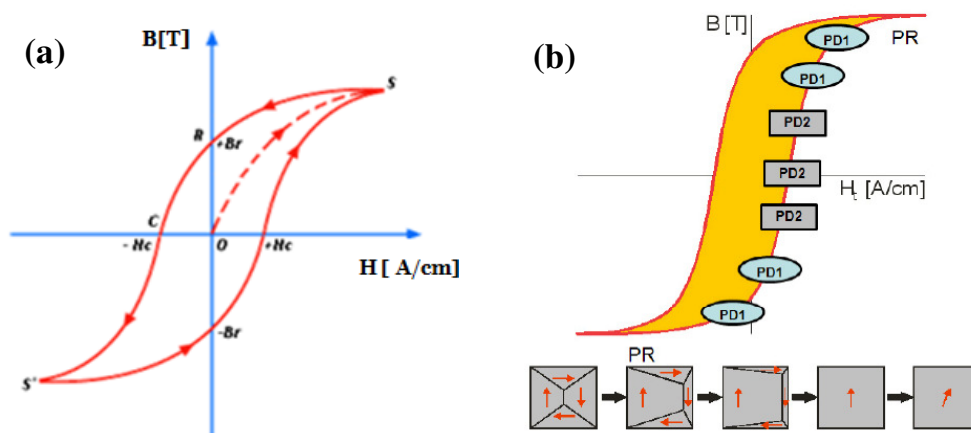


Figura 3.3 – Comportamento da Curva de Histerese (CULLITY, 1972; MARTINS, 2008).

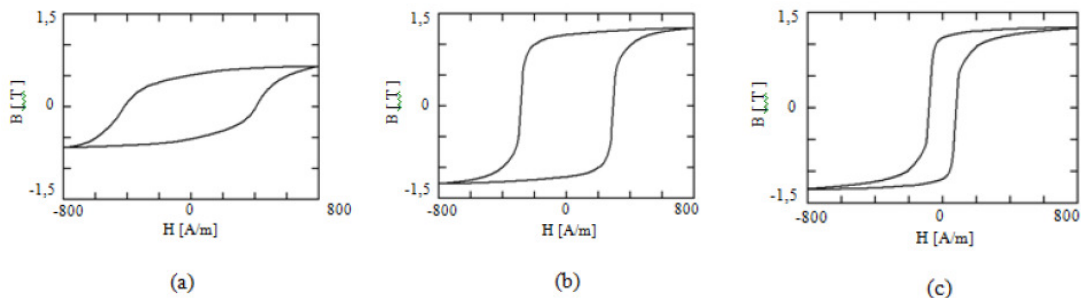


Figura 3.4 – Variação da curva de histerese em função da microestrutura, liga Fe-Si: (a) temperada, (b) recozida a 800 °C e (c) recozida a 1200 °C. (ROSENDO, 2005)

3.6 Ruído Barkhausen

O Ruído Magnético Barkhausen (RMB), descoberto por Heinrich Barkhausen em 1919, vem sendo empregado com sucesso em uma diversidade de aplicações para a avaliação de características como tamanho de grão, nucleação e crescimento de fases secundárias, textura, estado de tensões, propriedades mecânicas e variações microestruturais, tornando-se útil devido a sua sensibilidade (BOZORTH, 1951).

As propriedades dos materiais magnéticos dependem da composição química, processos de fabricação e tratamentos térmicos. Devido ao fato de os materiais policristalinos não serem homogêneos, o movimento das paredes de domínio não ocorre de maneira contínua. Vacâncias, discordâncias e impurezas agem como sítios ancoradores ao movimento das paredes de domínio, fazendo com que estas precisem de uma maior energia para vencer a barreira que se apresenta. À medida que os domínios magnéticos crescem sob a influência de um campo magnético externo, eles encontram estas barreiras que são vencidas com o aumento da intensidade do campo magnético aplicado. O movimento dos domínios por estas barreiras ocorre em saltos (ou degraus), e causam rápidas mudanças no fluxo magnético, que são detectadas por uma bobina sensora, dando origem ao RMB. Os movimentos citados geram pulsos elétricos que são captados por uma bobina leitora, a qual irá medir esta resposta magnética do material ao campo aplicado. A influência dos barreiras estruturais nos domínios magnéticos dá origem a dois tipos de sinais: acústico, origina-se das ondas elásticas emitidas pelo material quando subitamente as fronteiras de domínios se libertam de uma barreira estrutural, e magnético, origina-se do movimento irreversível das paredes em 180° quando um material ferromagnético é submetido a um campo magnético externo variável (FARIAS, 2005). A Figura 3.5 mostra esquematicamente como é um sistema genérico de medida do Ruído Magnético Barkhausen.

As alterações do RMB podem ser analisadas de várias maneiras, como através da área da envoltória do ruído, de seu valor RMS, do espectro de Fourier e da densidade de amplitudes (Figura 3.5). Um dos métodos mais utilizados é a análise da distribuição de amplitude do sinal para a determinação do seu valor médio ou RMS. O valor RMS representa a raiz quadrada do valor quadrático médio em volts dos sinais Barkhausen ao longo do tempo e é definido pela equação 3.2 (FARIAS, 2005),

$$V_{RMS} = \sqrt{\frac{\sum_i V_i^2}{n}} \quad (3.2)$$

sendo V_{RMS} é o valor RMS dos sinais Barkhausen em Volts, V_i é valor da voltagem medido em um determinado instante, e n é o número de medidas realizadas.

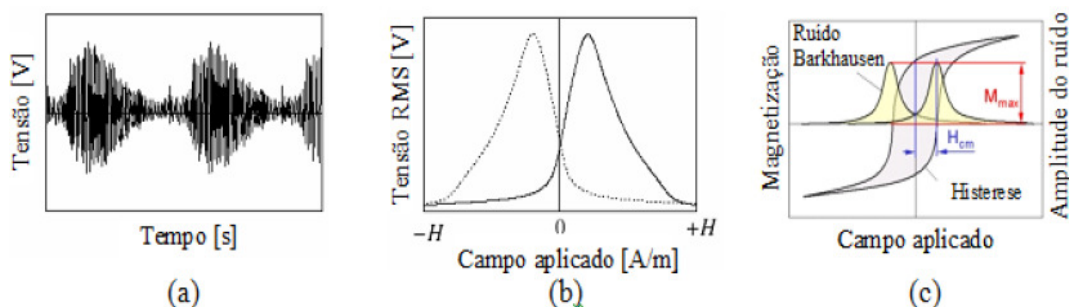


Figura 3.5 - Sistema genérico de medida do RMB: (a) sinal medido em V; em (b), o processamento do sinal por mínimos quadrados e em (c), comparação do sinal processado com o laço de histerese. (SWARTZENDRUBER, 1993)

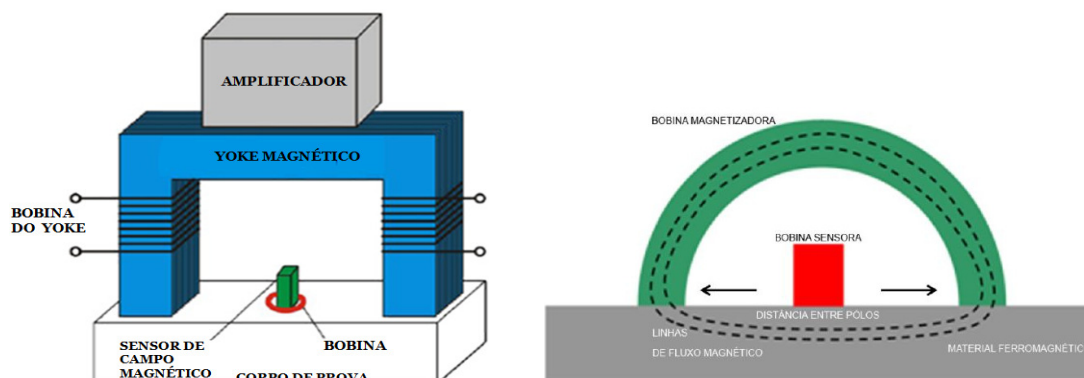


Figura 3.6 – Funcionamento de sensor para medição do RMB.

O equipamento utilizado para realizar as leituras das medidas do RMB é um sensor composto de um eletroímã (Figura 3.6). A medição consiste no sensor encostar na amostra, magnetizando-a ciclicamente com um campo magnético alternado, enquanto uma bobina sensorial detecta a indução magnética no material, bem como as correntes parasitas geradas neste pela ação do campo magnético induzido (DIAS, 2011).

4. METODOLOGIA

4.1 Materiais e Equipamentos

O material utilizado neste trabalho foi o aço inoxidável superdúplex UNS S32760. As amostras foram retiradas de uma chapa de 10 mm de espessura. O tratamento das mesmas

para a sua solubilização e envelhecimento foi realizado em Forno Elétrico Sanchis - EQ 139, sem ambiente controlado por não se julgar necessário.

Para a caracterização microestrutural das amostras foi utilizada a técnica de difração de raios X e metalografia. Para a primeira técnica utilizou-se o difratômetro de raios-X, tipo Bragg-Brentano, Philips X'pert Analyser com tubo de Cu. Os parâmetros de medida foram: medida contínua, com passo em intervalos de $0,01^\circ$ e 1 s por passo no intervalo de ângulo "theta" de 35° - 80° , e operando em 40 kV e 40 mA. Para a caracterização química foi usado o espectrômetro de emissão óptica Espectro LAVFA18B (X'PERT Data Base, 2001).

Para os ensaios metalográficos foram utilizados 03 reagentes para os ataques químicos: Villela, que revela todas as fases presentes na amostra; Murakami, que revela a delimitação dos grãos e a fase σ , 20% NaOH que revela a Ferrita- α e a fase σ . Foi utilizado também o Microscópio óptico Olympus, com aumento de até 1000x com câmera digital acoplada, e utilizado para a análise de imagens o software ImageJ V. 1.44.

Para as análises micromagnéticas, foi utilizado o equipamento 3MA-II (Micromagnético, Multiparâmetro para Análise Microestrutural e de Estado de Tensões, ver figura 4.1), desenvolvido no Instituto *Fraunhofer* – Alemanha (3MA Manual, 2007). Neste trabalho utilizou-se apenas a função Ruído Barkhausen como ferramenta de análise. O equipamento é composto por: 1 sistema *front-end*, 01 sensor de ensaio e um computador de controle com o software MMS instalado. Os parâmetros de análise utilizados foram: frequência de excitação do campo de 100 Hz e filtros passa-banda de 100 kHz (*highpass*) e 5 MHz (*lowpass*) (DOBMANN, 2007).

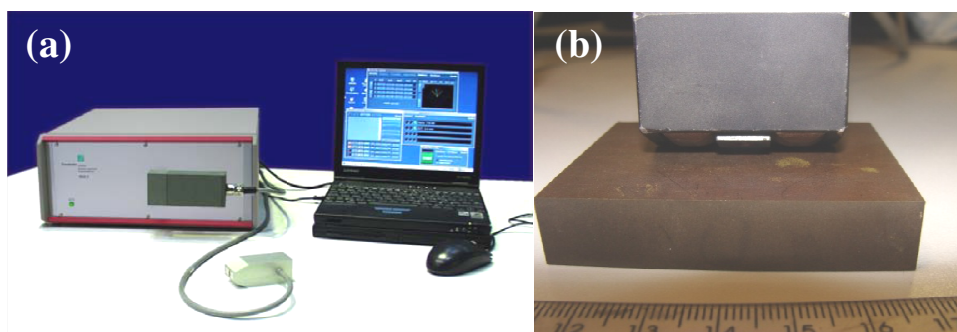


Figura 4.1 – (a) Equipamento Análises Micromagnéticas 3MA-II (DOBMANN, 2007); (b) Análise com aparelho 3MA-II em uma amostra.

4.2 Métodos Experimentais

Primeiramente foram extraídas amostras com dimensões de 50 mm x 60 mm x 10 mm (C x L x E) da placa de aço superdúplex solubilizada. Estas dimensões foram escolhidas para evitar erros de medição devido efeitos de borda. As medidas estão de acordo com o sugerido para ensaios por correntes parasitas (DOBMANN, 2007). Foram retiradas 03 amostras, sendo 02 que serão submetidas ao tratamento de envelhecimento térmico, e 01 para a comparação das propriedades originais do material. A quantidade de amostras ensaiadas foram reduzidas devido limitação de material disponível. Destes corpos de prova foram retiradas as amostras de 5 mm x 60 mm x 10 mm, para os ensaios de microdureza, metalografia e difração de raios X. O restante foi utilizado para o ensaio de RMB.

Após a obtenção dos corpos de prova, 02 foram submetidos ao tratamento de envelhecimento a 850°C , sendo que uma amostra permaneceu 10 min em forno, enquanto a outra permaneceu 1 hora, ambas amostras foram resfriadas em água. Segundo a literatura, temperatura de 850°C é mais propícia a formação de fase intermetálica σ , e por isso foi escolhida esta condição de envelhecimento (POHL, STORZ e GLOGOWSKI, 2007). A matriz experimental segue abaixo na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Matriz experimental, Tratamentos de envelhecimento das amostras.

Amostra	Temperatura de Envelhecimento (°C)	Tempo (min)
Original	-	-
A1	850	10
A2	850	60

Após o processo de envelhecimento, todas as amostras foram caracterizadas quimicamente e microestruturalmente, utilizando técnicas de microscopia ótica e Difração de Raios X, respectivamente.

Finalmente todas as amostras foram analisadas com o aparelho 3MA-II, na função de análise do RMB. Os parâmetros de medição foram frequência de excitação do campo de 100 Hz e filtros passa-banda de 100 kHz (*highpass*) e 5 MHz (*lowpass*). A amplitude do campo aplicado foi de 40 A/cm, e este foi aplicado paralelamente à direção de laminação do material. Foram realizadas 40 aquisições para cada corpo de prova para reduzir erros operacionais de medição. Procurou-se avaliar a qualidade de cada envelhecimento isotérmico quanto a quantidade de fase intermetálica precipitada e quantidade relativa de ferrita em cada amostra. A Figura 4.1b mostra como é realizada a análise com aparelho 3MA-II em uma amostra.

5. RESULTADOS

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos nos ensaios realizados. Os ensaios metalográficos, de microdureza e raio-x são feitos para gerar dados experimentais que forneçam a real situação microestrutural do aço em estudo. Por sua vez, serão apresentados os resultados do ensaio RMB que serão correlacionados com os dados anteriores.

5.1 Metalografia

Na análise dos resultados, partindo da composição química, foi encontrado no material original em estudo a composição mostrada na Tabela 5.1 abaixo. A partir desta composição pode-se calcular o índice equivalente de resistência ao pite PRE, que é uma das principais características desejadas do material em estudo

Tabela 5.1 - Composição Química do AISD em estudo.

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb	Sn	Mg	B	Fe	N
Peso (%)	0,06	0,28	0,76	0,01	0,01	23,74	4,05	6,60	0,01	0,06	0,12	0,01	0,01	0,10	0,01	0,002	0,001	0,01	0,06	63,82	0,28

Utilizando a equação 3.1, obtém-SE o seguinte valor:

$$PRE = \% Cr + 3,3 (\% Mo + 0,5 \% W) + 16 \% N = 41,83$$

O valor de PRE do material original encontrado está aceitável, sendo que o limite mínimo de PRE para aços superdúplex é 40. Verificou-se também que o material estudado neste trabalho se enquadra satisfatoriamente quanto a composição nominal do aço superdúplex UNS S32760 segundo a especificação da norma API (2005) (ver Anexo A.1).

Partindo para a análise das micrografias, a Figura 5.1 abaixo apresenta as micrografias obtidas após os ensaios metalográficos e sucessivos ataques químicos realizados para revelar as suas microestruturas.

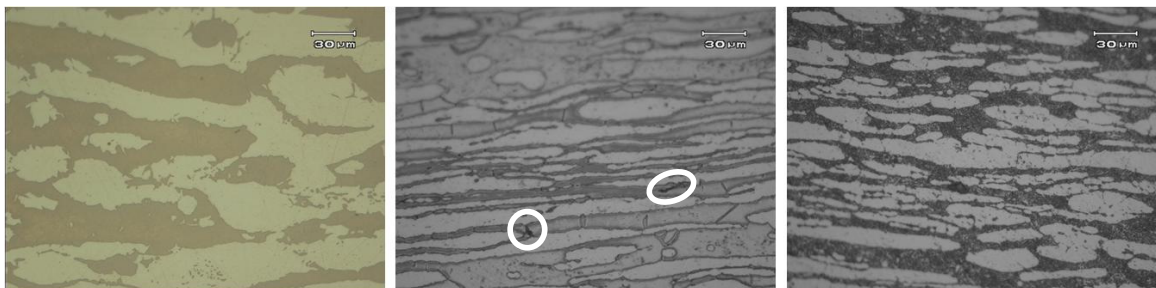


Figura 5.1 – Ensaio Metalográficos: (a) Amostra Original; (b) Amostra envelhecida a 850 °C por 10 min; (c) Amostra envelhecida a 850 °C por 60 min. Corte longitudinal ao sentido da laminação. Ampliação 500X.

A Figura 5.1(a) apresenta o aço superdúplex em seu estado original, onde se pode visualizar as ilhas de austenita (claras) em uma matriz ferrítica (escura). Não existe nenhum traço de precipitado ou fases intermetálicas que possam ser percebidas. Na Figura 5.1(b) pode-se perceber que já são formadas ilhas de precipitados intermetálicos na matriz (pontos escuros destacados), além das fases austenítica e ferrítica. Na Figura 5.1(c) pode-se notar a quantidade de precipitados na matriz ferrítica, além da redução do seu volume da matriz ferrítica em benefício do aumento do teor de austenita e precipitados. Segundo Romana (ROMANA, 2007), este tipo de microestrutura encontrada na matriz ferrítica é típico de fases intermetálicas. A formação destas e as acentuadas transformações microestruturais são devido ao tempo de exposição à temperatura de 850 °C. Assim, observou-se que as proporções entre fases de ferrita e austenita modificam-se à medida que se aumentava o tempo de permanência ao forno, afastando-se da condição inicial, que favorecia a resistência a corrosão. Estas observações são confirmadas nos outros ensaios apresentados a seguir, onde pretende-se correlacionar com uma medida de amplitude do ruído magnético.

5.2- Ensaio de microdureza

Realizando um comparativo dos valores de microdureza Vickers encontrados, pode-se ver na Figura 5.2 a sua variação com as diferentes condições de envelhecimento. Pode-se perceber que a dureza após ambos os envelhecimentos fizeram com que os corpos de prova fossem endurecidos, mais um indicativo da presença de precipitados no material. Segundo Leite (LEITE, 2009), isto se dá devido à presença da fase sigma na microestrutura.

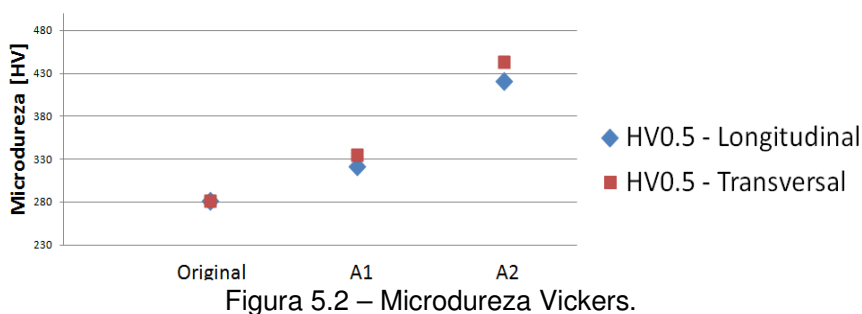


Figura 5.2 – Microdureza Vickers.

Assim como a microdureza, outras propriedades mecânicas também são seriamente prejudicadas. A precipitação de 25 a 30% em volume de fase sigma eleva a dureza dos AISD de 250 para 450 Vickers. O limite de escoamento e o limite de resistência à tração aumentam ligeiramente, mas o alongamento pode cair de 40% para 7%, com a precipitação da fase sigma. A tenacidade é enormemente afetada pela precipitação da fase sigma. A precipitação de 1% de fase sigma leva a energia absorvida no ensaio de impacto Charpy a cair em 50% do valor em relação à tenacidade do material solubilizado (LEITE, 2009).

Quanto a suscetibilidade à corrosão superficial, Pohl et al. (POHL,1995) citam que a quantidade de cromo difundido na formação da austenita secundária faz com que os valores do peso do elemento caia para 11%, tornando esta fase altamente suscetível à corrosão. A baixa quantidade dos elementos cromo e molibdênio, difundidos na fase sigma, não são somente o fator determinante para a suscetibilidade desta fase à corrosão.

5.3 - Difração de Raios-X

A análise por Difração de Raios-X consiste na incidência da radiação em uma amostra e na detecção e contagem dos fótons difratados (intensidade). Os dados são registrados num espectro de intensidade (contagem de fótons) versus o ângulo 2θ (ângulo entre o feixe incidente e os planos cristalinos do cristal). A presença de um pico representa a existência de uma fase (austenita- γ , ferrita- α , sigma- σ ou FeCr), sendo o ângulo 2θ , onde ocorre o pico, correspondente a uma fase específica segundo a Tabela A.1.

O difratograma da amostra original, na Figura 5.3(a) é composta unicamente por austenita- γ e ferrita- α , reforçando a veracidade das constatações feitas anteriormente. Na Figura 5.3(b) não se percebe a presença de precipitados, porém como houve um aumento substancial da dureza, deduz-se que possivelmente haja a precipitação de alguma fase que não tenha sido detectável pelo método de difração de raios-X, possivelmente por serem precipitados coerentes com a matriz ferrítica. Esta dedução é coerente também com a queda da proporção α/γ .

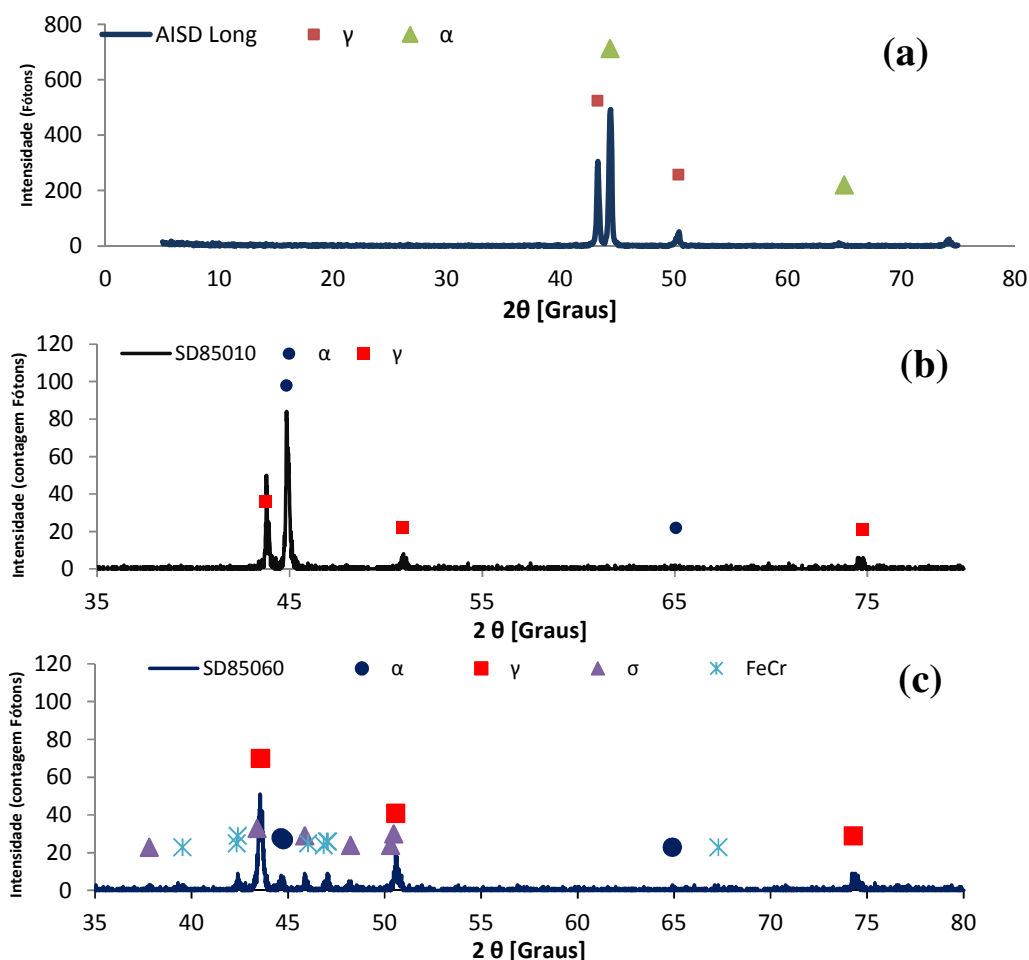


Figura 5.3 – Análise de Fases Constituintes: (a) Amostra Original; (b) Amostra envelhecida a 850°C por 10 min; (c) Amostra envelhecida a 850°C por 60 min.

Na Figura 5.3(c), é apresentado o difratograma para amostra envelhecida por 60 min. De acordo com o difratograma constata-se a presença da fase austenítica- γ e uma baixíssima presença da fase ferrítica- α , mostrando uma real mudança na proporção α/γ em relação a original. Pode-se perceber também a formação de fases intermetálicas, como o FeCr e a fase sigma.

5.4 – Análise RMB

A análise do ruído Barkhausen foi realizada primeiramente através do comportamento do envelope do sinal. O envelope do sinal Barkhausen é a envoltória do sinal temporal do ruído mesmo. Este envelope considera somente as componentes positivas do sinal, em função do campo magnético aplicado H . O envelope é obtido através da transformada de Fourier da função e através deste envelope pode-se calcular a amplitude do pico relativo ao valor máximo do envelope e a posição do pico em relação ao campo magnético aplicado.

Com base na Figura 5.4, pode-se visualizar que as transformações microestruturais impostas pelos diferentes tempos de permanência no forno causaram variações no envelope do sinal RMB. Na amostra original, o teor de ferrita está num regime balanceado em relação ao da austenita. Esta característica gerou um sinal com maior pico do envelope devido ao comportamento magnético da ferrita e sua maior concentração. A fase ferrítica, magnética, proporciona maior liberdade no movimento das paredes dos domínios magnéticos. Quanto ao sinal gerado pela amostra envelhecida por 10 min a 850 °C (amostra A1) pode-se ver uma clara redução da amplitude máxima do RMB. Este comportamento explica-se pela redução da fase magnética na matriz e presença de fases intermetálicas não magnéticas. Quanto ao sinal gerado pela amostra envelhecida por 60 min a 850 °C (amostra A2), pode-se perceber que praticamente não houve leitura devido à baixíssima presença de ferrita na matriz. Outro causador da pouca magnetização da amostra é a alta concentração de fases intermetálicas, como a fase sigma, que apresenta um comportamento paramagnético. Pode-se ver na Figura 5.5 a amplitude máxima do sinal do aço inoxidável austenítico AISI 304, não magnético, que apresenta o mesmo comportamento da amostra A2. A Figura 5.5 mostra a comparação das amplitudes máximas do sinal do RMB para as amostras ensaiadas.

Foi realizada a comparação da força coerciva obtida na análise do RMB, e o resultado foi de acordo com o esperado, uma vez que a força coerciva é diretamente proporcional a dificuldade de magnetização do material. Assim como na leitura do sinal da amplitude máxima de sinal, a amostra A2 não apresentou leitura aceitável de sinal pelo mesmo motivo.

De acordo com o Quadro 5.1 pode-se verificar que a resposta do RMB, sendo avaliada a amplitude máxima do sinal é estatisticamente sensível às modificações microestruturais impostas ao material.

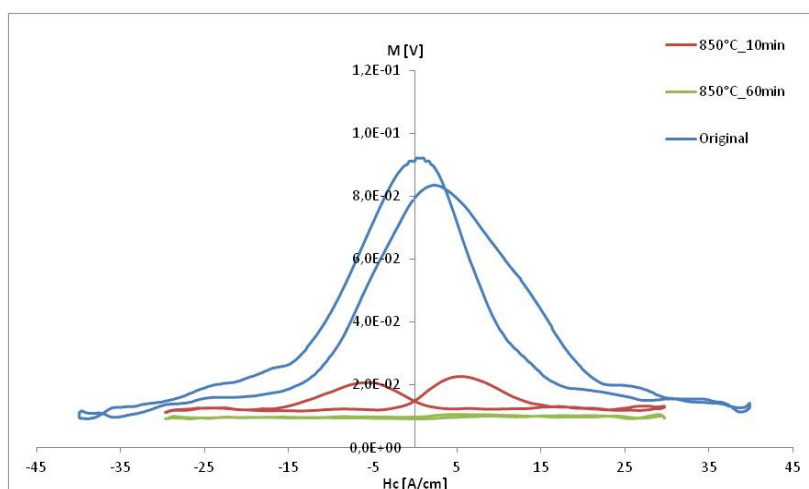


Figura 5.4 - Envelope do sinal RMB.

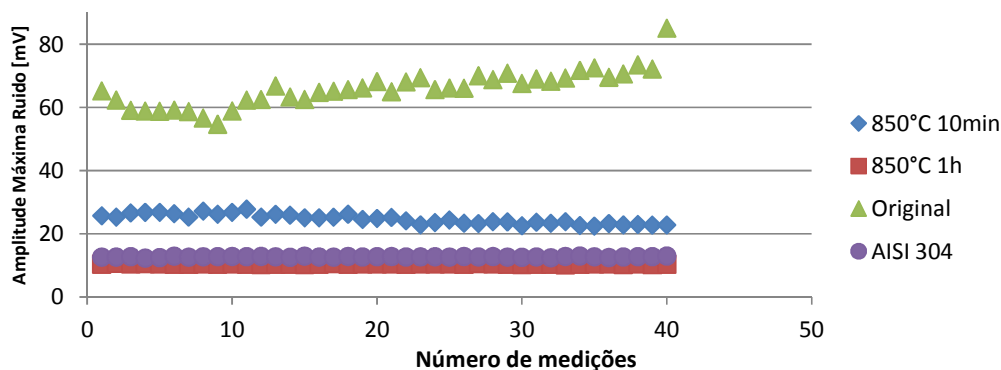


Figura 5.5 – Comparativo das amplitudes máximas do sinal do RMB.

Quadro 5.1 – Avaliação estatística das amplitudes máximas do sinal RMB.

	Original	850°C 10min	850°C 1h
Média (mV)	6,55E+01	2,46E+01	1,04E+01
Desvio Padrão (mV)	4,78E+00	1,53E+00	1,06E-01

5.5 - Análise complementar

Como análise complementar, foram realizadas análises de imagem através do programa ImageJ, para a avaliação do percentual de ferrita nas amostras. Pôde ser observado que conforme a amostra permanece por tempos mais longos na temperatura adotada, há a redução do teor de ferrita em sua estrutura, pois as fases precipitam-se a partir desta. Com o envelhecimento das amostras na temperatura de 850 °C, a suscetibilidade de formação de fase sigma é amplamente acelerada. Estas constatações podem ser consideradas, de acordo com os demais resultados analisados neste trabalho e podem ser vistos na Figura 5.6, que mostra o gráfico (a) comparativo dos percentuais de fase ferrita- α nas duas condições de envelhecimento, e o gráfico (b) comparando a Média das Amplitude Máxima do Sinal com a proporção de ferrita.

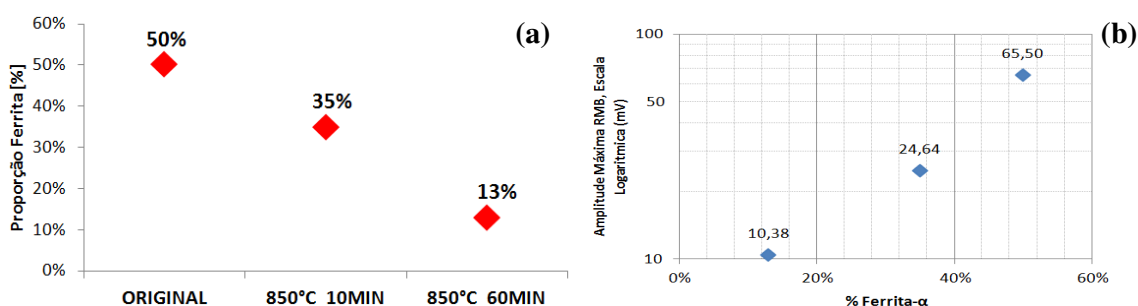


Figura 5.6 – (a) Porcentagem de Ferrita- α ; (b) Gráfico comparativo da média das amplitudes máximas RMB e a Porcentagem de ferrita.

6. CONCLUSÕES

Após a análise dos resultados experimentais e correlacionando os dados com informações da literatura, é possível concluir que:

- De acordo com os resultados das metalografias, o aumento da severidade do envelhecimento propicia a formação de precipitados a partir da matriz ferrítica.
- A partir dos resultados de difração de raios X, pode-se concluir que ocorre a redução da proporção de ferrita. Então, como desejado, a proporção das fases ferrita e austenita afastou-se da condição inicial ideal (1:1), à medida que foi aumentado o tempo de permanência da amostra no forno. Podendo assim gerar padrões para serem utilizados no estudo.

- Complementando a análise do material, a partir das análises de imagem existe a redução do teor de ferrita na estrutura, devido à precipitação de fases provenientes desta. Conclui-se que o envelhecimento do material afeta drasticamente a proporção entre os microconstituintes da liga.
- Os resultados de microdureza Vickers demonstram um aumento substancial desta grandeza com o aumento do tempo de permanência no forno à temperatura de 850°C, da mesma forma se comparando com a amostra solubilizada como recebida. Este endurecimento confirma a presença de precipitados, que provavelmente são ricos em cromo (de acordo com os resultados de DRX) e conseqüentemente aumentam a suscetibilidade à corrosão do material, devido à perda de cromo da matriz ferrítica para os precipitados.
- De acordo com os resultados da análise do RMB nas condições microestruturais analisadas, devido a precipitação de estruturas fragilizantes não magnéticas, houve a variação do envelope do sinal do RMB e da amplitude máxima do sinal devido a precipitação de estruturas fragilizantes não magnéticas, como era esperado. A baixa leitura do sinal RMB da amostra A2 é devida a quantidade excessiva de precipitados não magnéticos na matriz, dificultando o movimento das paredes de domínio.
- Todas as amostras avaliadas com tratamento de envelhecimento apresentaram diminuição no teor de ferrita presente na estrutura do material, quando comparadas ao material no estado original.
- Os sinais gerados pelo ruído Barkhausen apresentaram-se suficientemente sensíveis diante das variações microestruturais do material em estudo.
- Apesar dos poucos tratamentos térmicos estudados, o método apresentou os resultados esperados dentro da região de análise, mostrando que é possível obter uma relação qualitativa entre a medida por RMB e proporção de ferrita na microestrutura. Podendo assim, auxiliar qualitativamente na inspeção da integridade mecânica frente a efeitos corrosivos.
- Este estudo sobre a técnica RMB indica que a sua utilização é altamente viável através da criação de banco de dados mais amplo e padronização do método de inspeção. Este método não destrutivo mostrou-se rápido e eficiente na detecção de variações na microestrutura de componentes, viabilizando principalmente por poder ser utilizado diretamente na planta industrial. Após este estudo, torna-se interessante a sua automatização e expansão do uso da técnica para outros materiais e processos.
- Principalmente, neste estudo foram obtidos novos conhecimentos de metalurgia, adquiriu-se experiência na área da pesquisa de novos materiais e processos, além de novas técnicas não-destrutivas de análise de propriedades de materiais. Aprendeu-se também na prática a metodologia de pesquisa e de projeto experimental.

7. TRABALHOS FUTUROS

- Ensaiar e analisar o material realizando tratamentos térmicos e de envelhecimento diversos para a obtenção de fases intermetálicas diferentes.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASM. Heat Treating. **ASM METALS Handbook**. 2004, Vol. 4.

BOZORTH, R. M. **Ferromagnetism**. New York: Van Nostrand. 1951.

BUTTING. **Butting Brasil Soluções em Tubos Especiais Ltda**. [Online] Butting. [Citado em: 15 de Setembro de 2011] www.butting.de

CALLISTER Jr., W.D., **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução**, 5ª Edição, Wiley & Sons, Inc., Utah, 2000.

CULLITY, B.D. **Introduction to Magnetic Materials**, Londres: Addison-Wesley Publishing Company, 1972. 666p.

DIAS, A.R.P. **Avaliação de Transformações Microestruturais sob diferentes condições de resfriamentos em um Aço Inoxidável Superdúplex UNS S32760 e Uso da Técnica do Ruído Barkhausen como Ferramenta de Inspeção.** Dissertação de Diplomação. UFRGS. Porto Alegre, RS, Brasil, 2011.

DOBMANN, G. **Physical Basics and Industrial Applications of 3MA - Micromagnetic Multiparameter Microstructure and Stress Analysis.** ENDE2007 conference. 2007.

FARIAS, A.R., **Caracterização do Ruído Magnético Barkhausen em Materiais Estruturais Utilizando Transformada Wavelet,** Dissertação de Mestrado, CDTN, Belo Horizonte, 2005.

FRAUNHOFER Institut Zerstörungsfreie Prüfverfahren, **3MA-II User Manual,** Version July 2007.

LEITE, R. A. **Avaliação da tenacidade à fratura de uma junta soldada de um aço inoxidável superdúplex com a utilização de proteção catódica.** Dissertação de Mestrado. Porto Alegre, RS, Brasil: Programa de Pós-graduação em engenharia de Materiais, Minas e Metalúrgica (PPGEM)-UFRGS. Porto Alegre, RS. 2009.

LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. (2005) **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels,** Wiley-Interscience, Hoboken, Estados Unidos

MARTINS, C.O.D. **Desenvolvimento de Metodologias de Inspeção e Monitoramento de Risers Flexíveis Atráves de Técnicas Micromagnéticas de Análise de Tensões.** Tese de Doutorado. Porto Alegre, RS, Brasil: Programa de Pós-graduação em engenharia de Materiais, Minas e Metalúrgica (PPGEM)-UFRGS, 2008. p. 144.

PHILIPS ANALYTICAL B.V., **X-Pert HighScore Data Base and Manual.** Koninklijke Philips, Electronics N.V., 2001.

POHL, M. **The Ferrite/Austenite Ratio of Duplex Stainless Steels.** Zeitschrift für Metallkunde, 86 (2): 97-102, 1995.

POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. **Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel.** Materials Characterization 58, 2007.

REBELLO, J.M.A. et al. **Aços Duplex e Superdúplex - Estado da Arte,** Fundação COPPETEC, Rio de Janeiro, 2006.

ROMANA, R. **Cinética de formação de fase sigma entre 700°C e 900°C no aço inoxidável superdúplex UNS S32750 (SAF 2507),** Dissertação de Mestrado, FEI, São Bernardo do Campo, SP, Brasil, 2009.

ROSENDO, T. **Análise Micromagnética De Tensões Residuais Em Anéis De Rolamento.** Dissertação de Mestrado. Porto Alegre, RS, Brasil : Programa de Pós-graduação em engenharia de Materiais, Minas e Metalúrgica (PPGEM)-UFRGS. Porto Alegre, RS. 2005.

SEDRIKS, A. J. **Corrosion of stainless steel.** John Wiley: NY, 1996, 2. ed.

SWARTZENDRUBER, L. J., HICHO, G. E. **Effect of sensor configuration on magnetic Barkhausen observations.** Metallurgy Division, National Institute of Standards and Technology. Springer-Verlag New York Inc, 1993.

ANEXO A

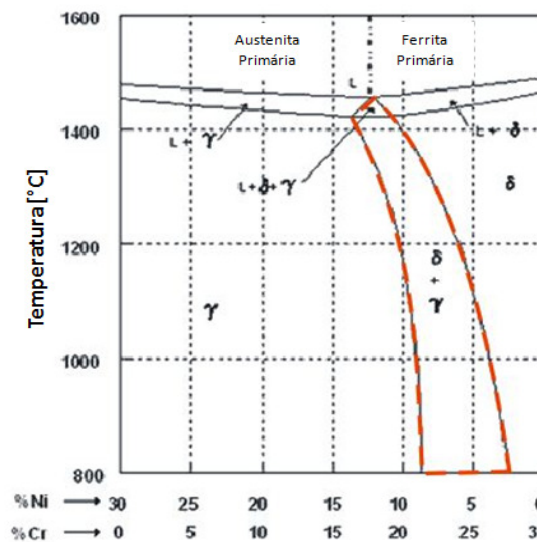


Figura A.1 – Diagrama Binário de Aços Inoxidáveis. (ASM, 2004)

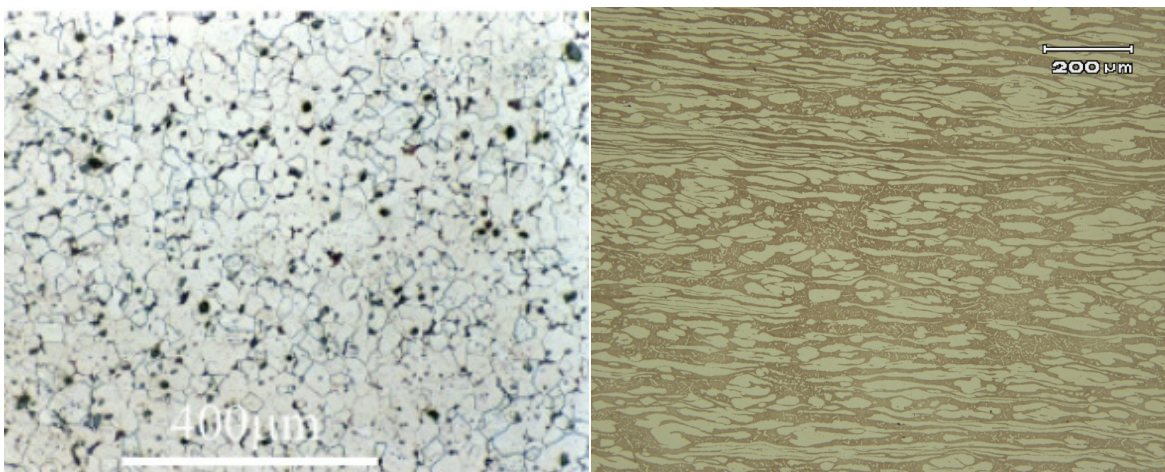


Figura A.2 – Microestrutura de Aços: (a) Aço Carbono (0,1%C Ferrita-Perlita), em Nital 2%; (b) Aço Inoxidável Superdúplex (23,74%Cr Ferrita-Austenita), em Villela, Murakami e 20%NaOH.

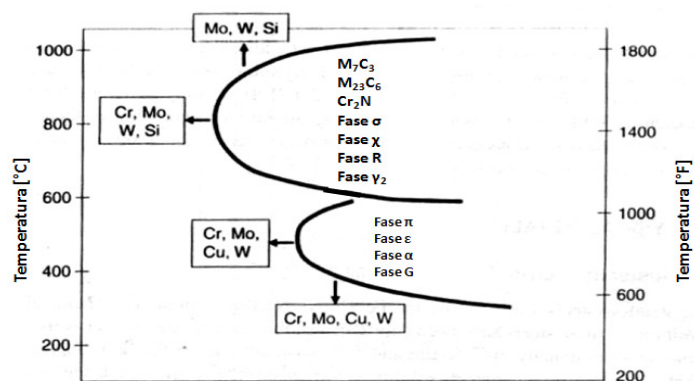


Figura A.3 – Diagrama de Formação de Fases (LIPPOLD e KOTECKI, 2005)

Quadro A.1 - Propriedades mecânicas de AID e AISD (API, 2005)

UNS Núm.	Tipo	Resist. Tração, min		Resist. Escoam., min		Elongam. min, %	Dureza, max	
		MPa	ksi	MPa	ksi		Brinnell	Rockwell C
S31803	—	620	90	450	65	25.0	293	31
S32205	2205	620	90	450	65	25.0	293	31
S32304	2304	600	87	400	58	25.0	290	32
S32550	255	760	110	550	80	15.0	302	32
S32750	2507	795	116	550	80	15.0	310	32
S32760	—	750	108	550	80	25.0	270	—
S31603	316L	485	70	170	25	40.0	217	95

Quadro A.2 – Composições nominais de AID e AISD (API, 2005)

Composição, Massa %													
UNS Número	Tipo	Cr	Mo	Ni	N	Cu	C	Mn	P	S	Si	Min. PREN	Outros
Primeira Geração Duplex SS													
S32900	Type 329	23.0–28.0	1.0–2.0	2.5–5.0	—	—	0.080	1.00	0.040	0.030	0.75	26.3	—
S31500	"3RE60"	18.0–19.0	2.5–3.0	4.25–5.25	0.05–0.10	—	0.030	1.20–2.00	0.030	0.030	1.40–2.00	27.1	—
Segunda Geração Duplex SS													
S31803	"2205"	21.0–23.0	2.5–3.5	4.5–6.5	0.08–0.20	—	0.030	2.00	0.030	0.020	1.00	30.5	—
S32205	2205	22.0–23.0	3.0–3.5	4.5–6.5	0.14–0.20	—	0.030	2.00	0.030	0.020	1.00	34.1	—
S32304	2304	21.5–24.5	0.05–0.60	3.0–5.5	0.05–0.20	0.05–0.60	0.030	2.50	0.040	0.030	1.00	23.0	—
25 % Cr e Superduplex SS													
S31200	—	24.0–26.0	1.2–2.0	5.5–6.5	0.14–0.20	—	0.030	2.00	0.045	0.030	1.00	30.2	—
S31260	—	24.0–26.0	2.5–3.5	5.5–7.5	0.10–0.30	0.20–0.80	0.030	1.00	0.030	0.030	0.75	34.0	W: 0.1–0.5
S32520	—	24.0–26.0	3.0–5.0	5.5–8.0	0.20–0.35	0.50–3.00	0.030	1.50	0.035	0.020	0.80	37.1	—
S32550	255	24.0–27.0	2.9–3.9	4.5–6.5	0.10–0.25	1.50–2.50	0.040	1.50	0.040	0.030	1.00	35.2	—
S32750	2507	24.0–26.0	3.0–5.0	6.0–8.0	0.24–0.32	0.50	0.030	1.20	0.035	0.020	0.80	37.7	—
S32760	—	24.0–26.0	3.0–4.0	6.0–8.0	0.20–0.30	0.50–1.00	0.030	1.00	0.030	0.010	1.00	40.0 Min.	W: 0.5–1.0
S32950	—	26.0–29.0	1.0–2.5	3.5–5.2	0.15–0.35	—	0.030	2.00	0.035	0.010	0.60	31.7	—
S39274	—	24.0–26.0	2.5–3.5	6.0–8.0	0.24–0.32	0.20–0.80	0.030	1.00	0.030	0.020	0.80	38.6	W: 1.5–2.5
S39277	—	24.0–26.0	3.0–4.0	6.5–8.0	0.23–0.33	1.20–2.00	0.025	0.80	0.025	0.002	0.80	38.9	W: 0.8–1.2
Austenítico SS													
S31603	Type 316L	16.0–18.0	2.0–3.0	10.0–14.0	0.10	—	0.030	2.00	0.045	0.030	0.75	22.6	—
S31703	Type 317L	18.0–20.0	3.0–4.0	11.0–15.0	0.10	—	0.030	2.00	0.045	0.030	0.75	27.9	—
N08020	"Alloy 20"	19.0–21.0	2.0–3.0	32.0–38.0	—	3.00–4.00	0.070	2.00	0.045	0.035	1.00	25.6	Cb + Ta: 8× C – 1.00
N08904	904L	19.0–23.0	4.0–5.0	23.0–28.0	0.10	1.00–2.00	0.020	2.00	0.040	0.030	1.00	—	—
5% - 6% Mo Super Austenítico													
N08367	—	20.0–22.0	6.0–7.0	25.5–25.5	0.18–0.25	0.75	0.030	2.00	0.040	0.030	1.00	42.7	—
S31254	—	19.5–20.5	6.0–6.5	17.5–18.5	0.18–0.22	0.50–1.00	0.020	1.00	0.030	0.010	0.80	42.2	—
N08926	—	19.0–26.0	6.0–7.0	24.0–26.0	0.15–0.25	0.50–1.50	0.020	2.00	0.030	0.010	0.50	41.2	—

Tabela A.1 – Lista de Picos para análise por Difração de Raios-X

Lista de Picos - Difração de Raios-X													
Ferrita							Fase sigma						
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]	No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	2,02680	44,674	100,0	1	3	2	1	2,37300	37,884	20,0
2	2	0	0	1,43320	65,023	20,0	2	4	0	0	2,21900	40,625	10,0
3	2	1	1	1,17020	82,335	30,0	3	3	3	0	2,09200	43,211	100,0
4	2	2	0	1,01340	98,949	10,0	4	4	2	0	1,98500	45,668	40,0
5	3	1	0	0,90640	116,390	12,0	5	3	3	2	1,89300	48,023	50,0
6	2	2	2	0,82750	137,144	6,0	6	4	2	2	1,81300	50,286	30,0
Austenita							7	5	1	0	1,74200	52,488	40,0
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]	8	6	1	1	1,44000	64,678	40,0
1	1	1	1	2,08000	43,473	100,0	9	4	4	4	1,28200	73,863	40,0
2	2	0	0	1,80000	50,674	80,0	10	5	5	0	1,25600	75,656	30,0
3	2	2	0	1,27000	74,679	50,0	11	7	2	1	1,20800	79,236	80,0
4	3	1	1	1,08300	90,676	80,0	12	6	5	1	1,12700	86,235	50,0
5	2	2	2	1,03700	95,944	50,0	13	7	4	1	1,09300	89,620	20,0
6	4	0	0	0,90000	117,716	30,0	14	8	2	0	1,07600	91,433	20,0
							15	6	6	0	1,04600	94,855	70,0
							16	7	5	0	1,03200	96,562	40,0
							17	7	5	2	1,00500	100,075	30,0
							18	8	4	0	0,99250	101,814	10,0
							19	9	1	0	0,98040	103,571	20,0
							20	6	6	4	0,94630	108,980	20,0
							21	9	3	0	0,93580	110,802	70,0