



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL – UFRGS
ENG02298 TRABALHO DE DIPLOMAÇÃO

**Avaliação de Transformações Microestruturais em um Aço
Inoxidável Superdúplex UNS S32760 sob diferentes condições
de resfriamentos e Uso da Técnica do Ruído Barkhausen como
Ferramenta de Inspeção**

**Allan Romário de Paula Dias
00128644**

Orientador: Prof. Dr. Thomas G. R. Clarke.

Co-orientador: Eng. Mariana dos Reis.

Porto Alegre, 2011.

AGRADECIMENTOS

A realização deste trabalho seria impossível caso não estivessem presentes pessoas que colaboraram com meu desempenho, fosse pela paciência, pelo tempo empregado em minha ajuda, ou ainda pela experiência nos assuntos tratados aqui, ou até pelo paternalismo frente a meus erros. Assim, eu não poderia passar sem mencionar o apoio de certas pessoas.

Agradeço ao Thomas pela oportunidade apresentada quando, lá em Janeiro, surgiu no GEND e ele abriu as portas do laboratório, dispondo-se à apoiar-me na realização deste trabalho de conclusão e ainda, por ter me colocado em equipe com a Mariana.

A Mariana mereceria uma página inteira de agradecimentos, uma vez que dispensou tempo, paciência, atenção e até trabalho braçal na busca pela realização deste trabalho.

Ao Antônio Stadtlander, do GAF, pelo acompanhamento durante as de microscópio, tendo gasto do seu tempo tentando decifrar as microestruturas presentes no material e ainda, sugerindo formas de melhor fazermos as análises.

Ainda quanto ao que tange o GAF, agradeço ao Douglas, “Stalone”, pela disponibilidade em ajudar sempre que preciso, estando lá inclusive quando não deveria estar.

Agradeço também à Camila pela compreensão nas vezes em que estive distante em virtude do trabalho, e sequer sem conseguir dar a atenção merecida em alguns momentos.

Não poderia deixar de agradecer a todos os outros, que ainda que não tenham sido citados aqui, me ajudaram em muito.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases binário para os aços inoxidáveis (10).	11
Figura 2 - Diagrama de resfriamento contínuo de um aço dúplex, considerando a precipitação de fase sigma (10).....	13
Figura 3 - Curva de magnetização (sólida) e ciclo de histerese (pontilhado). Algumas variáveis magnéticas estão ilustradas (16).....	16
Figura 4 - esboço da disposição dos domínios magnéticos no interior dos grãos de um material ferromagnético (17).	17
Figura 5 - Estrutura de domínios magnéticos para o ferro, apresentando domínios orientados em 90° e 180° graus (18).	18
Figura 6 - Curva de histerese de um material ferromagnético com detalhe para um esquema da dinâmica dos domínios magnéticos durante o processo de magnetização deste material (18).	19
Figura 7- Efeito da transformação mecânica e dos tratamentos térmicos em uma barra de Permaloy (70Ni-Fe) Na curva de magnetização (16).	21
Figura 8 - Efeito da presença de impurezas nas propriedades magnéticas do ferro (16).....	21
Figura 9 - Representação da curva de histerese para um material destacando os saltos dos domínios magnéticos (17).....	22
Figura 10 - Relação entre propriedades mecânicas e micromagnéticas para materiais ferromagnéticos (18).....	23
Figura 11- Sistema 3MA-II (IZPF).....	24
Figura 12 - Esboço do funcionamento do sensor do 3ma-II (18).....	25
Figura 13 – Sensor utilizado no equipamento 3MA-ii.	26
Figura 14 - a) Curva de histerese destacando os eventos de salto dos domínios magnéticos e processo de rotação. b) Evento Barkhausen no momento dos eventos destacados na parte A da Figura (20).....	27
Figura 15 - Envelope do Ruído Barkhausen (22).	28
Figura 16 - Secção longitudinal dos corpos de prova com aumento de 200 X, Sendo em a) S0, b)S3, C)S2 e d) S1. Ataque: Villela.	36
Figura 17 - teor de ferrita medido de acordo com a severidade do resfriamento.	37
Figura 18 - Difratoograma obtido da amostra S0.....	38

Figura 19 - Corpo de prova solubilizado a 1040°C e resfriado em água - Amostra S3. Ataque: Villela.....	38
Figura 20 - Difratoograma resultante da amostra S3.....	39
Figura 21 - Micrografia ótica da amostra s2. Reagente: NaOH eletrolítico...39	39
Figura 22 - Difratoograma da amostra S2.	40
Figura 23 - Micrografia ótica S1. Ataque: NaOH eletrolítico.	40
Figura 24 - Difratoograma da amostra S1.	41
Figura 25 - Envelope do sinal do ruído Barkhausen para todas as amostras.	42
Figura 26 - comparativo entre os diferentes tratamentos térmicos de resfriamento e um aço inoxidável austenítico AISI 304.....	43
Figura 27 - análise comparativa entre os métodos de quantificação de fase ferrita- δ	43

SUMÁRIO

Agradecimentos.....	1
Índice de Figuras	2
Resumo	6
1. Introdução.....	7
2. Objetivos.....	8
3. Revisão Bibliográfica.....	8
3.1 Aços Dúplex e Superdúplex	8
3.1.1 – Metalurgia física dos aços Inoxidáveis Dúplex e Superdúplex	10
3.1.2 – Precipitados dos aços Dúplex e Superdúplex	12
3.1.3 – Fase sigma- σ	13
3.1.4 – Recuperação de austenita- γ	14
3.2 Princípios do ferromagnetismo	15
3.2.1 – Domínios e paredes de domínios magnéticos.....	17
3.2.2 – Processo de magnetização dos materiais ferromagnéticos.....	17
3.2.3 – Fatores que influenciam a qualidade de magnetização.....	20
3.2.4 – Efeito Barkhausen	22
3.3 Métodos micromagnéticos de ensaios não destrutivos	23
3.3.1 – O sensor micromagnético	25
3.3.2 – Análise do Ruído Barkhausen.....	26
3.3.3 – Análise do envelope do Ruído Magnético Barkhausen	27
3.3.4 – Fatores que afetam a qualidade do ensaio ruído Barkhausen	28
3.4 Técnicas auxiliares de caracterização dos materiais	29
3.4.1 – Análise Metalográfica.....	29
3.4.2 – Difração de Raios X (XRD)	30
4 Materiais e Métodos	33
4.1 – Materiais.....	33
4.2 – Métodos.....	33
5 Resultados e Discussão	35
5.1 – Caracterização do material	35
5.2 – Análise por métodos micromagnéticos 3MA-II	41

6	Conclusão.....	44
7	Sugestão para trabalhos futuros.....	45
	Referências	46

RESUMO

Com o objetivo de desenvolver um método para o controle de qualidade durante a produção, ou mesmo para a inspeção de componentes ao longo de sua vida útil em aços inoxidáveis dúplex, avaliou-se o comportamento microestrutural desses materiais de acordo com o teor de ferrita contido na estrutura através do método de ensaio micromagnético da análise do Ruído Barkhausen. Ao realizar diferentes tratamentos térmicos em uma chapa laminada de um aço superdúplex UNS S32760, foram obtidas diferentes condições microestruturais para o material. Com base em informações da literatura sobre a suscetibilidade às variações de temperatura e sua suscetibilidade à fragilização, foi efetuado um tratamento de solubilização do material à 1040°C por 40 minutos e seguiu-se com resfriamentos em três diferentes condições de severidade. Observando-se variações no comportamento do material frente aos valores obtidos, buscou-se a comprovação dos resultados, através de técnicas auxiliares já consolidadas e padronizadas. Neste trabalho, empregaram-se além da técnica de análise do Ruído Barkhausen, técnicas de microscopia ótica e análise qualitativa por difração de Raios-X. Deste modo, foi observado que com a diminuição da taxa de resfriamento há uma diminuição da razão entre as fases ferrita- δ e austenita- γ do material, verificada pela redução do sinal do ruído Barkhausen e confirmada pelo aumento no teor de austenita no material e pela formação de precipitados na estrutura do material, sugerindo indícios de degradação da microestrutura do material e, conseqüentemente, sugerindo a fragilização e redução de sua resistência à corrosão.

1. INTRODUÇÃO.

A busca por métodos de inspeção que sejam de resposta rápida e que possam inspecionar a fração mais significativa possível de peças em uma linha de produção, atuando como uma ferramenta para o controle de qualidade tem alavancado a pesquisa em técnicas de ensaios não destrutivos (END). Esta necessidade levou ao desenvolvimento, dentre outros, do método de ensaios micromagnéticos e, mais especificamente, a técnica 3MA, que será abordada neste trabalho.

Esta técnica é aplicada a materiais ferromagnéticos e leva em conta a dinâmica de seus domínios magnéticos quando excitados por um campo magnético externo alternado e as variáveis que influenciarão no seu comportamento magnético.

Com o advento da indústria *offshore* e o crescimento das indústrias química, alimentícia e petroquímica, surgiu a necessidade de materiais que suportassem elevada sollicitação mecânica aliada à excelente resistência à corrosão, especialmente por cloretos. Neste contexto, alavancou-se a utilização dos aços inoxidáveis dúplex (AID), desenvolvidos nas décadas de 30 e 40 com o programa nuclear sueco e depois, nos Estados Unidos.

Visando melhorar o desempenho desses materiais mais recentemente surgiram os Aços inoxidáveis Superdúplex (AISD) que possuem resistência à corrosão superior aos anteriores.

Entretanto, embora esses materiais tenham propriedades superiores as dos demais aços inoxidáveis, eles apresentam problemas quando submetidos a ciclos de aquecimento e resfriamento – precipitação de fases fragilizantes, ou alteração da razão entre seus constituintes – situação presente durante operações de soldagem multipasse, ou quando são produzidas peças espessas por fundição. Caso não sejam tomados os devidos cuidados durante essas operações, as vantagens dos aços dúplex sobre os aços inoxidáveis convencionais serão perdidas.

Devido a essas características dos aços inoxidáveis dúplex e o apelo econômico da indústria, sugeriu-se a utilização da técnica de ensaios micromagnéticos com o intuito de caracterizar a liga microestruturalmente buscando detectar variação do teor de ferrita- δ – condição determinante para a obtenção da estrutura dúplex e, conseqüentemente, para o bom desempenho do material em serviço – com foco na criação de uma técnica para controle de qualidade de componentes e chapas produzidas em aço inoxidável dúplex.

2. OBJETIVOS

Caracterizar microestruturalmente um aço inoxidável superdúplex UNS S32760 exposto a diferentes taxas de resfriamento e avaliar a viabilidade do uso da técnica do Ruído Barkhausen como forma de inspeção por ensaios não-destrutivos (END) buscando indícios de fragilização através da redução do teor de ferrita- δ na estrutura.

3. REVISÃO BIBIOGRÁFICA

3.1 AÇOS DÚPLEX E SUPERDÚPLEX

Os aços inoxidáveis dúplex (AID) e superdúplex (AISD) são ligas baseadas no sistema ferro – cromo – níquel, em média teores de Cr entre 20 – 30% e de Ni entre 5% e 10%, com baixíssimo teor de carbono (0,003%) e podendo conter nitrogênio e Molibdênio. Esses aços formam uma categoria especial dos aços inoxidáveis, tendo propriedades muito superiores às dos aços inoxidáveis convencionais.

Em virtude de sua elevada resistência mecânica e a corrosão, esses aços popularizaram-se em aplicações offshore, na indústria alimentícia, indústria química, sendo comumente empregados em ambientes com concentração de cloretos da ordem de 80000ppm (1)

Durante o processo de solidificação, a estrutura desses aços é completamente ferrítica e com o decorrer do resfriamento, parte dessa ferrita (δ) transforma-se em austenita (γ) que ao fim do resfriamento, faz com que a estrutura do aço apresente-se na forma de ilhas de austenita sobre uma matriz ferrítica. Esses aços combinam as propriedades mecânicas superiores da austenita com a elevada resistência à corrosão da matriz de ferrita, sendo que as fases estão presentes em proporções aproximadamente iguais (1) (2).

Contudo, para estabilizar esta microestrutura e garantir-lhes propriedades superiores aos demais aços inoxidáveis, são necessários elevados teores de elementos de liga e isso faz com que o material torne-se extremamente suscetível à precipitação de fases indesejáveis – carbonetos, nitretos e fases intermetálicas que comprometem sua resistência mecânica, tenacidade e resistência à corrosão, sendo a principal delas a fase sigma (σ – CrFe) (1) (2) (3).

Os aços inoxidáveis dúplex comerciais são divididos em cinco tipos genéricos:

Fe-23Cr-4Ni-0.1N	(1)
FE-22CR-5.5NI-3MO-0.15N	(2)
FE-25CR-5NI-2.5MO-0.17N-CU	(3)
FE-25CR-7NI-3.5MO-0.25N-W-CU	(4)
FE-27CR-6.5NI-5MO-0.4N	(5)

Em consideração ao primeiro dos cinco tipos genéricos dos aços inoxidáveis dúplex (FE-23CR-4NI-0.1N), o melhor representante desta classe de materiais é o material UNS S32304, ainda que não apresente resistência à corrosão muito superior às dos aços inoxidáveis austeníticos padrões, a liga 2304 está inserida entre os aços inoxidáveis de alto desempenho devido ao baixo teor de carbono e o alto nitrogênio, comum aos aços inoxidáveis dúplex de segunda geração. Os componentes deste grupo podem ser soldados e oferecem alta resistência mecânica e melhor resistência à corrosão sob tensão do que os tipos AISI 316L e AISI 317L (4) (5).

As ligas do segundo tipo, FE-22CR-5.5NI-3MO-0.15N, são as mais úteis da família dos AID. A liga 2205 é uma das mais conhecidas sendo designada por UNS S31803. Estas ligas combinam boa conformabilidade e boas propriedades de resistência à corrosão com um menor custo em relação aos outros tipos de AID (5).

Os materiais da família FE-25CR-5NI-2.5MO-0.17N-CU são mais conhecidos como 25Cr. Estas ligas possuem grande quantidade de cromo favorecendo uma melhor resistência à corrosão localizada quando comparadas ao do segundo tipo genérico de AID (4) (5).

Existe também outra classe dos AID, também com 25 % de cromo (FE-25CR-7NI-3.5MO-0.25N-W-CU). A alta quantidade de cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio nesses materiais os levam a ter excelente resistência à corrosão, superior aos três tipos anteriores (4).

Este tipo genérico dos AID também possui alta resistência mecânica sendo frequentemente denominados de aços inoxidáveis superdúplex. Sua resistência à corrosão por pites e por frestas em água do mar em temperatura ambiente é similar a liga austenítica com 6% de molibdênio (4).

Devido à grande quantidade de elementos de liga, estes materiais podem sofrer mais facilmente com a precipitação de fases indesejáveis quando submetidos a algum tratamento térmico.

O índice de resistência à corrosão por pites (*Pitting Resistance Equivalent*) (PRE) para os aços inoxidáveis super dúplex tem um valor mínimo de 40. Este PRE é definido em função da composição química, sendo (6):

$$PRE_N = \% Cr + 3,3 \% Mo + 16 \% N \quad (6)$$

$$PRE_W = \% Cr + 3,3 (\% Mo + 0,5 \% W) + 16 \% N \quad (7)$$

A última classe da família de inoxidáveis dúplex é representada pelo material chamado de hyperdúplex (FE-27CR-6.5NI-5MO-0.4N). Este material, segundo o fabricante, apresenta as melhores propriedades de resistência à corrosão entre todas as ligas dúplex até hoje comercializadas. Na página da internet do grupo de tecnologia em materiais da Sandvik (7), há diversos estudos com essa liga mostrando uma maior temperatura crítica de *Pite* e de fresta em comparação com as ligas austeníticas com alto molibdênio e para com as ligas de aços inoxidáveis superdúplex em meios contendo cloretos. O PRE da liga tem valor de 49, variando de apenas uma unidade na estrutura ferrítica e austenítica. Em relação à resistência mecânica, a tensão de escoamento alcança valores muito superiores aos dos aços inoxidáveis convencionais e apresenta valores maiores que 25 % de alongamento no estado recozido e solubilizado (8).

3.1.1 – Metalurgia física dos aços Inoxidáveis Dúplex e Superdúplex

A suscetibilidade dos aços dúplex e superdúplex à precipitação de fases indesejáveis é atribuída aos elevados teores de elementos de liga, tanto austenitizantes quanto ferritizantes, sendo que os principais estão listados na Tabela 1 (9). Todavia, a presença desses elementos de liga na composição dos aços torna crítico o risco de precipitação de fases indesejáveis, energeticamente mais estáveis que a estrutura metaestável do aço (1).

TABELA 1 - Elementos de liga presentes nos aços dúplex e sua função na estrutura do material (9).

Elementos Ferritizantes	Elementos Austenitizantes
Cr, Si, W, Mo, Al e V	Ni, Mn, Co, Cu, N e C

Para a produção dos aços AID e AISD, é necessário aquecê-los a temperaturas suficientemente altas para a completa solubilização das fases, formando uma estrutura monofásica de ferrita- δ , e em seguida, deve-se resfriar a liga rapidamente para evitar a difusão dos elementos de liga e, conseqüentemente, a formação de outras estruturas que, porventura empobrecerão a fase ferrita desses elementos, levando à fragilização do material. Na Figura 1 (10) é apresentado um diagrama de fases pseudobinário para aços inoxidáveis com a região de formação de aços dúplex e superdúplex em destaque.

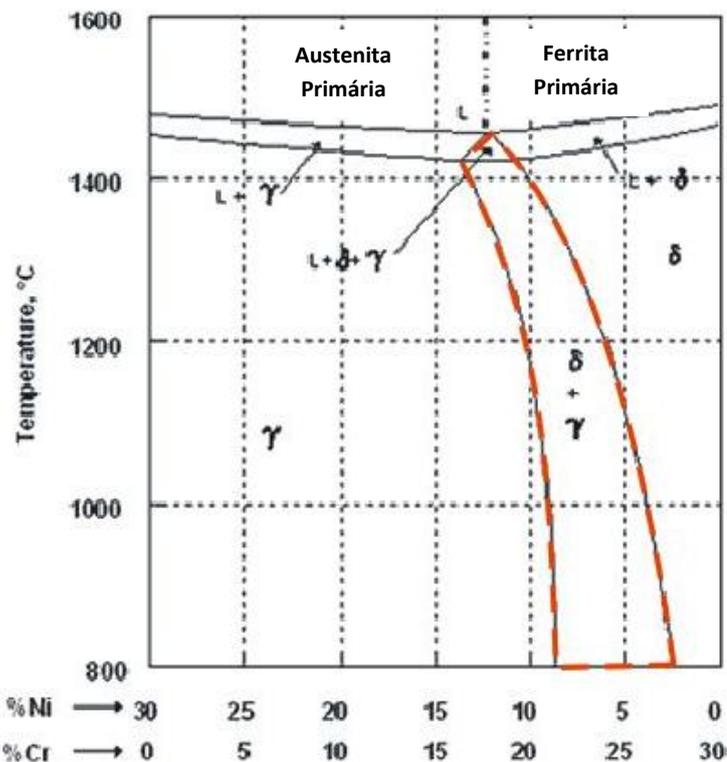


FIGURA 1 - Diagrama de fases binário para os aços inoxidáveis (10).

A precipitação de fases além da ferrita e austenita diminui a amplitude térmica de utilização dos AID e AISD, ainda que esses materiais tenham um ponto de fusão próximo dos 1400°C, seu uso está limitado até 300°C em virtude de fenômenos como a fragilidade à 475°C.

É importante salientar que embora ocorra a formação de diversos outros precipitados, alguns desaparecem, pois servirão de sítio para nucleação de outros precipitados (1) (11).

3.1.2 – Precipitados dos aços Dúplex e Superdúplex

Como mencionado, os AID e AISD são suscetíveis à precipitação de diversos compostos. A Tabela 2 (2) apresenta uma listagem das principais fases presentes nos aços dúplex e suas principais características.

TABELA 2 - Lista de fases observadas em AID e AISD (2).

Tipo de precipitado	Composição química nominal	Faixa de estabilidade (°C)	Parâmetro de rede (nm)
Austenita (γ)	-	-	0,358 – 0,362
Ferrita (α)	-	-	0,286 – 0,288
Martensita (α')	-	300 - 500	-
Sigma (σ)	Fe-Cr-Mo	600 – 1000	a=0,879, c=0,454
Nitreto de Cr	Cr ₂ N	700 – 900	a=0,480, c=0,447
Chi (X)	Fe ₃₆ Cr ₁₃ N ₄	700 – 900	a =0,892
Laves (R)	Fe-Cr-Mo	550 – 700	a =1,090, c=1,934
Pi (Π)	Fe ₇ Mo ₁₄ N ₄	550 – 600	-
Tal (τ)	-	550 – 650	a =0,405, b=0,484, c=0,286
Épsilon (ϵ)	Cu	300 – 550	a =0,301
M ₂₃ C ₆	-	950 – 1050	a=1,056 – 1,065

De todas as fases apresentadas na Tabela acima, as que apresentam cinética de formação favorável, ou efeito fragilizante mais acentuado, são (1) (11):

- Os nitretos de cromo que são normalmente encontrados nas soldas dos AID;
- A fase σ , causadora de grandes reduções na tenacidade e na resistência à corrosão desses materiais;

- A fase α' é responsável pela fragilização à 475°C, com estrutura CCC e rica em cromo e molibdênio;
- Fase ϵ , reduz o teor de Cu em regiões supersaturadas deste elemento, reduzindo a resistência à corrosão em ambientes ricos em enxofre.
- Fase X, além de atuar como fragilizante da liga, a fase X também age como precursor para a nucleação da fase σ , acelerando o processo de reação para formação dessa fase (10).

3.1.3 – Fase σ

A fase σ é um composto intermetálico duro e frágil, com dureza da ordem de 900 a 1000HV, formado no interior de aços dúplex quando estão submetidos à elevadas temperaturas por longos períodos de tempo.

A precipitação de fase σ é largamente estudada por metalurgistas em função do seu caráter fragilizante. Ela é formada quando o metal sofre um resfriamento lento, permanecendo por longo tempo em temperaturas entre 500°C e 900°C aproximadamente, como pode ser visto no diagrama de resfriamento contínuo para a precipitação de fase σ presente na Figura 2, ou quando ele é mantido por longo tempo em temperaturas elevadas, acima da temperatura de serviço especificada pelo fabricante.

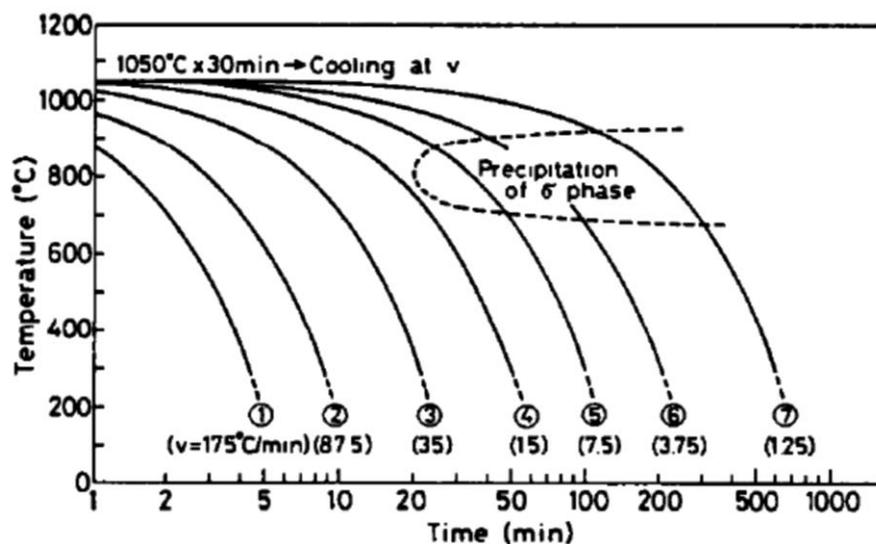


FIGURA 2 - Diagrama de resfriamento contínuo de um aço dúplex, considerando a precipitação de fase σ (10).

Quando há presença de fase σ na estrutura da liga, ocorre a redução de sua tenacidade e resistência à corrosão, além de aumentar a dureza do material comprometendo o desempenho dos aços dúplex (1) (2) (4) (10).

A precipitação de fase sigma dá-se no contorno de grão da austenita- γ em direção ao interior da ferrita- δ , empobrecendo esta fase de Cr e, conseqüentemente levando à sua decomposição através de reação eutetóide: $\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$ (12).

Em um estudo sobre a caracterização de aços dúplex, Martins e Casteletti (1) induziram a formação de fase σ em um aço dúplex ASTM A890 grau 6A e o caracterizaram quanto ao impacto em função do teor de precipitado. Os autores obtiveram uma redução da ordem de 90% da resistência do material com percentuais volumétricos abaixo de 5% de fase σ .

Lee et al (3) estudaram a cinética de precipitação de um aço SAF2205 através de diferentes tratamentos térmicos de envelhecimento em amostras desta liga e, com auxílio de microscopia eletrônica de transmissão (MET), ele verificou o comportamento dos precipitados na interface γ/δ . Lee descobriu que nos estágios iniciais de nucleação, há formação de carbonetos de fórmula $M_{23}C_6$, coerentes com a γ , esses carbonetos levam à formação da fase X.

A fase σ , nucleada a partir da fase X, cresce de forma lamelar gerando campos de tensões residuais e discordâncias na estrutura ferrítica do aço em virtude da incoerência do precipitado com a matriz (2).

3.1.4 – Recuperação de austenita- γ

Em operações de soldagem interpasse de chapas espessas de aços dúplex e superdúplex, é mais comum ocorrer o aumento do teor de austenita do que a precipitação de intermetálicos em virtude do tempo necessário para a precipitação desses compostos, fator inexistente durante um ciclo de soldagem (13).

Em um estudo sobre a influência da taxa de resfriamento na precipitação de fase σ , Fanica, A (14), determinou que a presença de fase sigma, ocorre com taxas de resfriamento da ordem de 1200°C/h, em taxas superiores a esse valor, ocorre somente a formação de austenita reformada.

Metalurgicamente, a formação da austenita se dá a partir do Cr_2N que é formado no interior dos grãos de ferrita, reduzindo o teor de Cr nessa fase, levando a

um aumento pontual da proporção Ni/Cr. Este fator favorece a estabilização da fase γ (15) (16)

De acordo com o trabalho de Sieurin & Sandström (13), onde foi estudada a influência da taxa e temperatura de patamar de resfriamento na formação de austenita reformada, para resfriamentos com início em 1050°C, há um aumento entre 8% e 10% do teor da fase γ_2 na estrutura do aço dúplex. Os autores estudaram este fenômeno buscando encontrar uma forma de prevenir a precipitação de fase σ na Zona afetada pelo calor (ZAC) de soldas interpasse, ainda que ocorra redução da resistência à corrosão por *Pite* na estrutura com maior teor de austenita, nessa estrutura a resistência ainda será superior à estruturas com fase σ .

3.2 PRINCÍPIOS DO FERROMAGNETISMO

Ferromagnetismo é o mecanismo básico pelo qual um material orienta seus domínios magnéticos com um campo magnético externo, aplicado.

Materiais que possuem propriedades magnéticas similares ao ferro – por exemplo, níquel e cobalto, além de muitas ligas de ferro com estes elementos – são chamados *ferromagnéticos*. Para substâncias como estas, a susceptibilidade magnética pode ser 1000, contudo, tem-se encontrado valores altos como 10.000 para algumas substâncias.

Uma característica determinante deste tipo de material é a dependência da permeabilidade magnética com a força do campo magnético aplicado e com a história magnética do corpo (histerese magnética) (17).

Na Tabela 3 (17), é apresentada um resumo dos tipos de permeabilidade magnética e na Figura 3 (17), consta o momento da magnetização em que cada uma influenciará no processo.

TABELA 3 - Principais tipos de permeabilidade magnética encontrada em materiais ferromagnéticos (17).

<i>Permeabilidade normal</i> (μ):	Comumente referida como permeabilidade, é $\mu=B/H$; medida quando a amostra está num estado de magnetização cíclica. Sob estas condições, o material responde igualmente quando o campo é aplicado em uma das duas direções opostas.
<i>Permeabilidade inicial</i> (μ_0)	É o limite aproximado pela permeabilidade normal à medida que B e H são decrescidos até zero.
<i>Permeabilidade máxima</i> (μ_m):	É o valor máximo da permeabilidade normal obtido variando-se a amplitude de H.
<i>Permeabilidade incremental</i> (μ_Δ)	Este tipo de permeabilidade se refere à medida da permeabilidade com campos superpostos. Tendo um campo polarizado H_b aplicado e mantido constante, um outro campo H_Δ é aplicado e alternado ciclicamente, causando uma indução alternada da amplitude de B_Δ . Então, $\mu_\Delta = B_\Delta/H_\Delta$. Ambos, μ_Δ e μ_r , são dependentes do valor de H_b e o histórico magnético da amostra, μ_Δ é também dependente da magnitude de H_Δ . Ocasionalmente, o termo “permeabilidade incremental” é usado simplesmente para a inclinação da curva de $B \times H$, $\frac{dB}{dH}$.

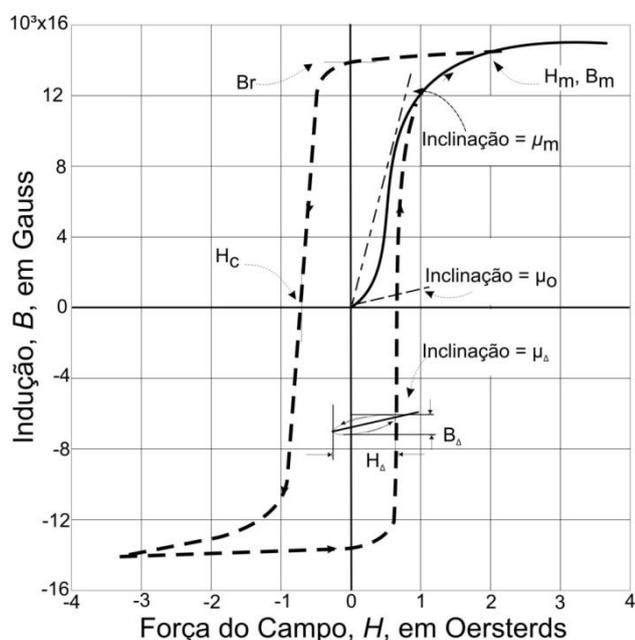


FIGURA 3 - Curva de magnetização (sólida) e ciclo de histerese (pontilhado). Algumas variáveis magnéticas estão ilustradas (17).

3.2.1 – Domínios e paredes de domínios magnéticos

Materiais ferromagnéticos são divididos em diversas regiões, com diferentes orientações do vetor de magnetização, sendo que cada domínio está magnetizado à saturação, M_s , em alguma direção, estas regiões são os chamados *Domínios Magnéticos*. Quando no estado desmagnetizado, a orientação da magnetização dos domínios está distribuída de tal maneira que o material, como um todo, apresente magnetização nula (18).

Os domínios magnéticos podem ser vistos como regiões onde todos os átomos possuem spins alinhados em uma mesma direção e são formados na tentativa do material em reduzir sua energia magnética. Além dos domínios, há as regiões em que os spins podem rotacionar quando necessário, estas são chamadas: *paredes de domínios magnéticos* (17) (18). Na Figura 4 (18), pode ser visto um esboço de como comportam-se os domínios magnéticos no interior dos grãos de um material ferromagnético antes deste material ser exposto a um campo magnético externo \vec{H} .

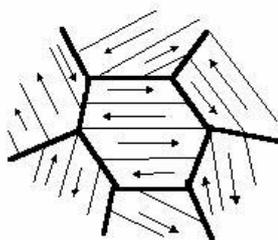


FIGURA 4 - esboço da disposição dos domínios magnéticos no interior dos grãos de um material ferromagnético (18).

3.2.2 – Processo de magnetização dos materiais ferromagnéticos

A distribuição da magnetização é diferente para cada amostra e chama-se *estrutura de domínios magnéticos* (18). Eles são separados por zonas de transição chamadas de *paredes de domínio*, onde a magnetização afasta-se da orientação da magnetização do domínio e, gradualmente, aproxima-se da orientação da magnetização do domínio adjacente. Na Figura 5 (19) é apresentado o esquema da estrutura de domínios magnéticos para o ferro.

As paredes de domínio podem ser descritas pelos ângulos entre os vetores M_s dos domínios do qual a parede separa. Elas podem ser classificadas em paredes

de 180° (PD1, as quais separam domínios de mesma direção, mas com sentidos de magnetização contrários) e paredes de 90° (PD2, as quais separam domínios com diferentes direções). Além de serem classificadas quanto ao ângulo entre os vetores de magnetização dos domínios, estas paredes podem ser chamadas de paredes de Bloch (F. Bloch foi o primeiro a estudar a natureza das camadas de transição). Em uma parede de Bloch, o vetor magnetização gira de tal maneira que ele permanece sempre paralelo ao plano da parede (18) (19).

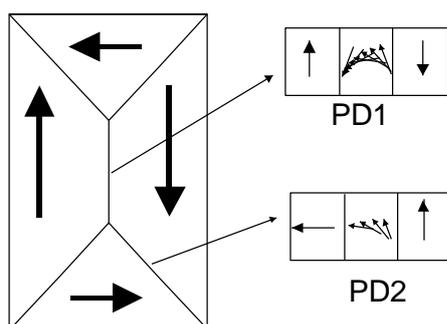


FIGURA 5 - Estrutura de domínios magnéticos para o ferro, apresentando domínios orientados em 90° e 180° graus (19).

Uma vez que um campo magnético de grande magnitude é imposto ao material, tem início os processos de crescimento e aniquilação dos domínios magnéticos, sendo que o crescimento dos domínios ocorre até a saturação M_s e, a partir deste momento, o material encontra-se magnetizado, com os vetores magnéticos orientados na mesma direção do campo externo.

Microscopicamente, o processo de magnetização de um material ferromagnético pode ser dividido em duas etapas:

1) Conforme é aplicado um campo magnético alternado sobre o material, há o crescimento dos domínios que possuem momentos magnéticos orientados na mesma direção até restarem dois domínios magnetizados na mesma direção, mas com sentidos contrários.

2) Num segundo estágio, ocorre a rotação dos domínios magnéticos restantes até que estes possuam o mesmo sentido. Já a segunda etapa ocorre em campos de alta intensidade, pois é necessário um acréscimo de energia para orientar o domínio magnético a uma direção diferente da direção de fácil magnetização.

Com relação às etapas de magnetização, a primeira ocorre a baixos campos magnéticos – próximos do campo coercivo, H_c – e é caracteriza-se pelo movimentos das paredes de domínio magnético (18) (19).

A teoria micromagnética nos diz que PD1 e PD2 contribuem para o processo de magnetização com diferentes intensidades de campo magnético.

Num material policristalino ferroso, PD2 contribui para a remagnetização de forma dominante perto do campo coercivo (H_c). Fora desta região, PD1 se torna dominante. Quando a magnetização atinge a saturação, os movimentos de parede decrescem dando espaço para os processos de rotação (PR) (19).

O fenômeno descrito acima é apresentado no esboço da curva de histerese de um material ferromagnético que está representado na Figura 6 (19), juntamente com uma representação do fenômeno de coalescimento de domínios durante o processo de magnetização.

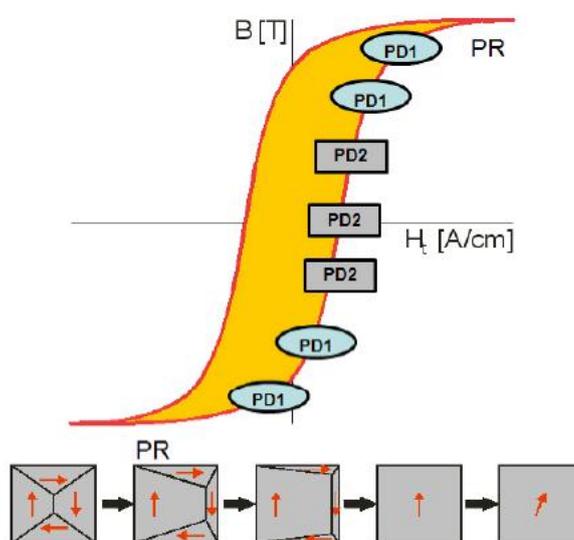


FIGURA 6 - Curva de histerese de um material ferromagnético com detalhe para um esquema da dinâmica dos domínios magnéticos durante o processo de magnetização deste material (19).

Entretanto, este movimento é muitas vezes observado como sendo irregular e descontínuo ao invés de suave e gradual, como representado anteriormente. Este fenômeno é conhecido como *efeito Barkhausen* e pode ser demonstrado com o uso de uma bobina acoplada à amostra, por onde se passará uma corrente alternada

que, por sua vez, induz uma magnetização na peça. Quando a amostra é sujeita a um campo H suavemente crescente e contínuo - independente do quão suave e contínuo este campo seja aumentado – um ruído semelhante a um “trincamento” será escutado, este ruído é chamado de *Ruído Barkhausen* (17) (18) (19) (20).

3.2.3 – Fatores que influenciam a qualidade de magnetização

As propriedades dos materiais magnéticos dependem da composição química, processo de fabricação e tratamento térmico. Algumas propriedades, tais como a saturação magnética, variam muito pouco tanto com a composição química do material, ou com o tratamento térmico, ou mesmo com o processo de fabricação. Entretanto, variam substancialmente com isso. Desta forma, é possível classificar as propriedades em *estruturalmente sensíveis* e *estruturalmente insensíveis*. Na Tabela 4, abaixo são apresentadas algumas destas propriedades e os fatores que as afetam. Os efeitos em cada propriedade serão discutidos brevemente em seguida (17).

TABELA 4 - Propriedades magnéticas comumente sensíveis, ou insensíveis a mudanças na estrutura e alguns fatores que as alteram (17).

Estruturalmente insensíveis	Estruturalmente sensíveis	Fatores que afetam as propriedades
I_s , saturação magnética	μ , Permeabilidade	Composição química, Impurezas, deformações, temperatura, estrutura cristalina, orientação cristalográfica.
Θ , Temperatura de Curie	H_c , força Coerciva	
λ_s , Magnetostricção na saturação	W_h , histerese	
K , Constante de anisotropia cristalina		

Como exemplo da influência da microestrutura, são apresentadas curvas de magnetização para uma liga de Permaloy (70Ni-Fe) submetido a diferentes tratamentos térmicos na Figura 7 (17). O máximo da permeabilidade magnética varia com o tratamento térmico em uma faixa de até vinte vezes enquanto a saturação é praticamente a mesma.

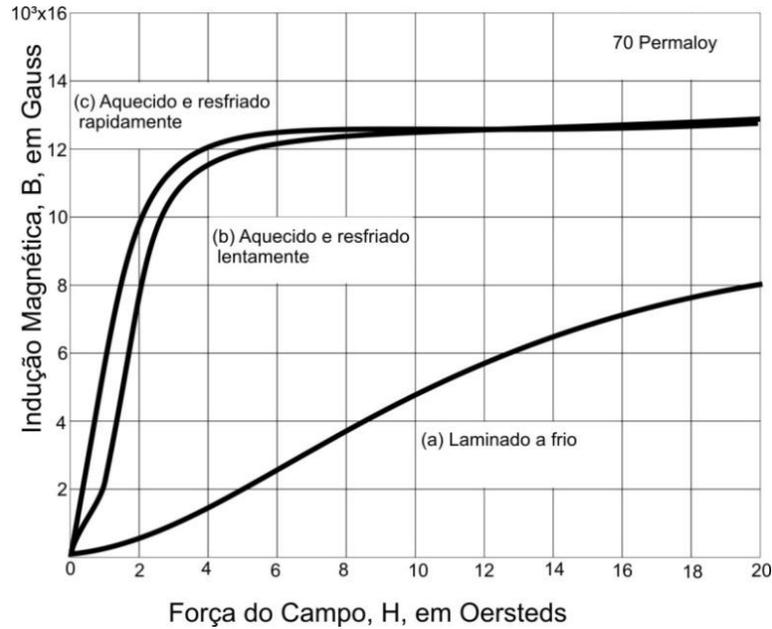


FIGURA 7- Efeito da transformação mecânica e dos tratamentos térmicos em uma barra de Permaloy (70Ni-Fe) Na curva de magnetização (17).

Além das transformações estruturais, a presença de impurezas nos materiais ferromagnéticos tem notável influência em suas propriedades magnéticas. Como exemplo disto, na Figura 8 (17), consta a curva de indução magnética para diferentes teores de impurezas de um aço um aço doce, 0,2% de carbono. Quando o mesmo aço é submetido a um aquecimento a 1400°C sob atmosfera descarbonetante, o teor de carbono deste material é reduzido a valores inferiores a 0,001%. Além das transformações químicas e estruturais, o estado de tensões do material também exerce forte ação sobre a indução magnética em uma peça (17) (19)

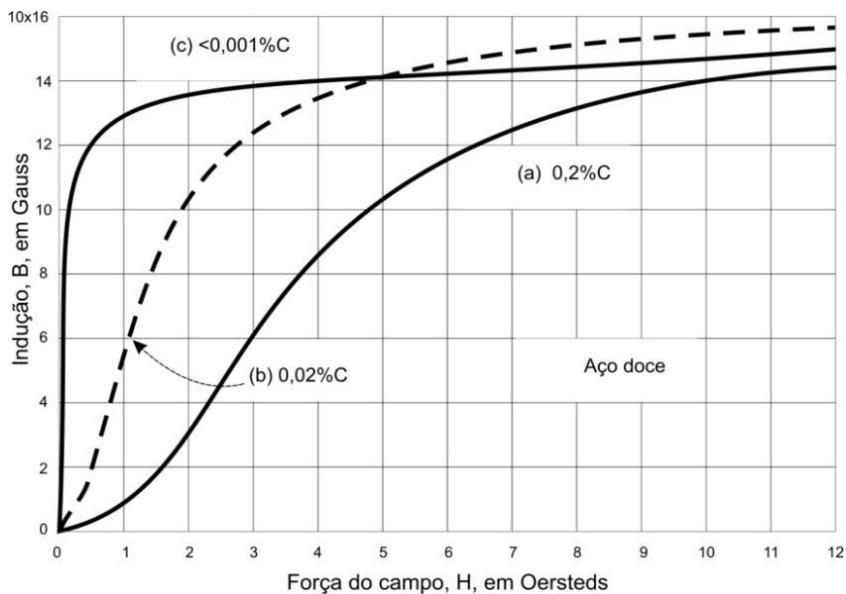


FIGURA 8 - Efeito da presença de impurezas nas propriedades magnéticas do ferro (17).

3.2.4 – Efeito Barkhausen

Descoberto por Heirich Barkhausen em 1919, o efeito que leva seu nome surge a partir dos saltos repentinos que os domínios realizam para se orientar ao campo magnético externo quando submetidos a isto para a magnetização do ferromagnético. Na curva de histerese da Figura 9, consta ampliado no detalhe, os saltos que os domínios magnéticos realizam durante o processo de magnetização. Na imagem, B é a indução magnética e H é a intensidade do campo magnético externo aplicado e cada linha vertical nos “degraus” representa o movimento discreto de um conjunto de paredes de domínios magnéticos de uma barreira de energia para outra (linhas horizontais). Desta forma, é possível ver como se dá o processo de magnetização de um ferromagnético pela luz da teoria micromagnética e explica, também, por que materiais endurecidos apresentam curvas de histerese mais largas que materiais com menor dureza. Este efeito é causado pela necessidade de ultrapassar-se uma barreira energética maior para que ocorra o movimento de um dado conjunto de domínios magnéticos durante o processo de magnetização (17) (18) (19).

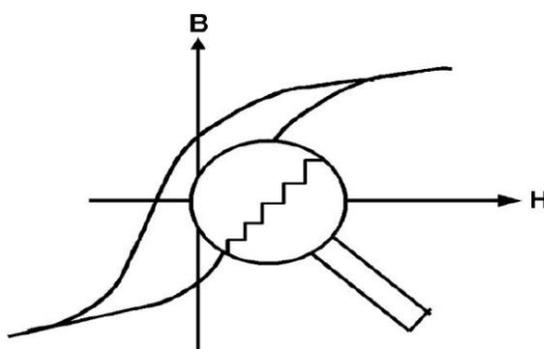


FIGURA 9 - Representação da curva de histerese para um material destacando os saltos dos domínios magnéticos (18).

Como pôde ser visto nos gráficos das Figuras 8 e 9, a magnetização foi afetada de forma considerável pela composição química das ligas de ferro e pela severidade do tratamento térmico aplicado à liga *Permaloy*. Além da composição química e estrutural, o estado de tensões em que uma peça se encontra também influenciará na sua magnetização.

Ainda que se trate de ligas de natureza diferentes, é possível utilizar essas variações como critérios de avaliação para o desenvolvimento de técnicas de inspeção e caracterização de materiais ferromagnéticos.

3.3 MÉTODOS MICROMAGNÉTICOS DE ENSAIOS NÃO DESTRUTIVOS

De acordo com a teoria micromagnética: as propriedades mecânicas e magnéticas dos materiais ferromagnéticos originam-se nos defeitos cristalinos – vacâncias, discordâncias, impurezas, etc. Deste modo, estas propriedades variam e, conseqüentemente, são sensíveis às variações microestruturais num material (18). Na Figura 10 (19) há uma demonstração sucinta da interdependência entre as propriedades mecânicas e micromagnéticas (18) (19).

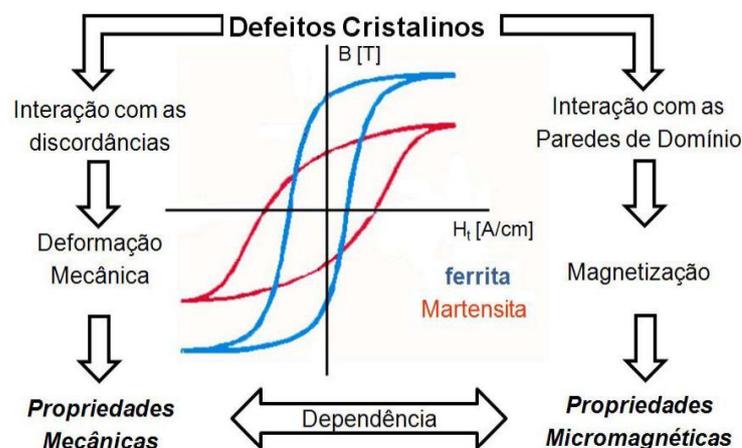


FIGURA 10 - Relação entre propriedades mecânicas e micromagnéticas para materiais ferromagnéticos (19).

Essa relação entre as propriedades dos materiais permitiu o desenvolvimento de técnicas padronizadas e não destrutivas de caracterização das propriedades tecnológicas dos materiais, as chamadas técnicas micromagnéticas de análise, ou *Método Micromagnético, Multiparâmetro para Análise Microestrutural e de Estado de Tensões – 3MA-II* (19) (20) (21).

Medidas das propriedades tecnológicas como; resistência á tração, tensão de escoamento, ou dureza; são, por definição, possíveis somente com o uso de técnicas de ensaios destrutivos. Uma avaliação quantitativa da estrutura metalúrgica, com respeito aos efeitos nas propriedades mecânicas, é usualmente realizada através da análise de amostras com métodos de microscopia ótica, eletrônica, ou de transmissão. Todavia, todos os procedimentos convencionais requerem a destruição, pelo menos, parcial do componente e, portanto, podem ser aplicadas limitadamente. Sendo assim, métodos destrutivos são ajustáveis para monitoramento de

linhas de produção durante a inspeção final das peças manufaturadas, ou para análise rápida do desempenho e das características do material.

A demanda por métodos rápidos e de baixo custo para avaliação microestrutural e das propriedades mecânicas em metais ferrosos tem aumentado devido o desenvolvimento das produções automatizadas e com o aumento do volume e da exigência de qualidade dos componentes produzidos. Em consequência disso, o desenvolvimento e padronização de todos os sistemas de ensaios não-destrutivos (END) e procedimentos se tornaram foco para a pesquisa aplicada a ensaios nos últimos anos.

O requerimento chave para os procedimentos de ensaios não destrutivos é a descrição detalhada da condição microestrutural que permita a determinação das características do material. Sistemas de ensaios não destrutivos e procedimentos permitem a determinação quantitativa das características relevantes, ou condições metalúrgicas do material, sem danificar o componente analisado. Esse fato torna-se preponderante quando, numa linha de produção, é exigido elevado controle de qualidade, visto que por técnicas destrutivas, haveria elevada demanda de peças sucatadas. A técnica 3MA representa diversas medidas e testes tecnológicos que são necessários para a produção de componentes ferrosos e divide as grandezas em quatro técnicas de análise compondo no total, um método de caracterização composto de quarenta e uma grandezas divididas nas técnicas de: *Análise harmônica do campo magnético tangencial (AHCT)*, *Análise do ruído Barkhausen (ARB)*, *Análise da permeabilidade incremental (API)* e *Análise multifrequência das impedâncias das correntes parasitas (ACP)* (19) (20) (21). Na Figura 11, consta uma imagem do sistema *Micromagnético, Multiparâmetro para Análise Microestrutural e de Estado de Tensões – 3M-II* utilizado neste trabalho.



FIGURA 11- Sistema 3MA-II (IZPF).

Neste trabalho, será trabalhada apenas a técnica da Análise do ruído Barkhausen. Assim, as demais técnicas não serão tratadas aqui.

3.3.1 – O sensor micromagnético

Um fator determinante na qualidade das medidas micromagnéticas é o bom acoplamento do sensor com a amostra. Para isso, a geometria do sensor deve ser desenvolvida para cada aplicação específica.

A partir de uma aplicação específica, o fabricante otimizará as características do sensor; geometria, frequência de excitação, intensidade do campo magnético, entre outras.

O sensor é composto de um eletroímã, que deverá encostar na amostra magnetizando-a ciclicamente com um campo magnético alternado, e uma bobina sensorial que detectará a indução magnética no material, bem como as correntes parasitas geradas neste pela ação do campo magnético induzido. Na Figura 12 (19), consta um desenho esquemático do funcionamento do sensor. Já na Figura 13, consta uma foto do sensor utilizado neste trabalho, com cada região especificada.

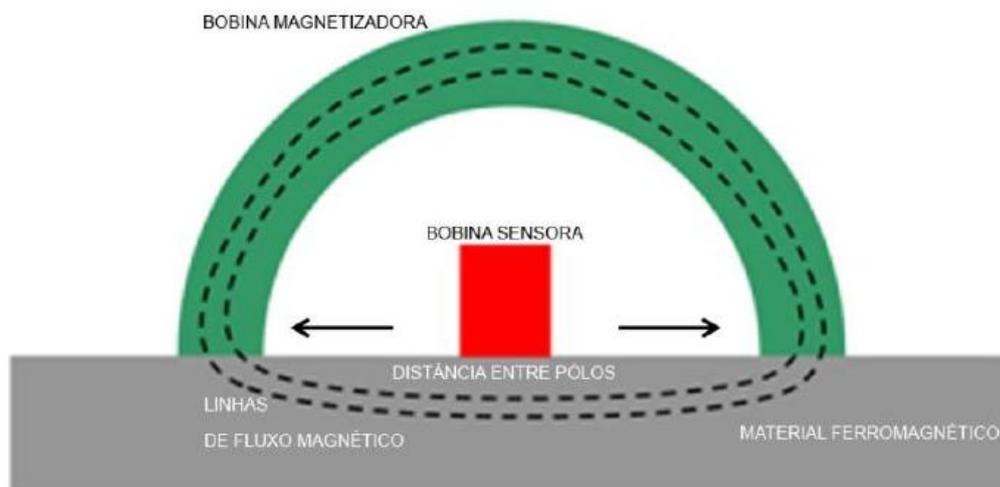


FIGURA 12 - Esboço do funcionamento do sensor do 3MA-II (19).

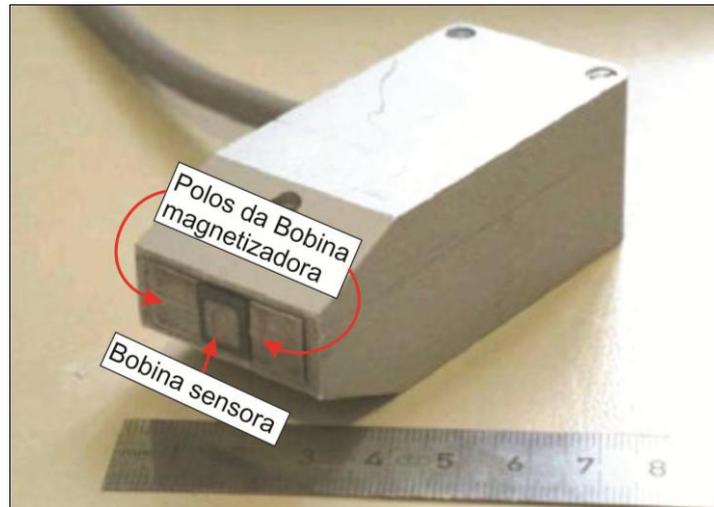


FIGURA 13 – Sensor utilizado no equipamento 3MA-II.

3.3.2 – Análise do Ruído Barkhausen

O material é magnetizado sob a ação do campo magnético alternado, induzido pelos polos do *Yoke* de magnetização. Sob a condição de saturação cíclica, os domínios magnéticos o material começam o processo de rotação e coalescimento, gerando o ruído Barkhausen. Os sinais do ruído são, então, detectados pela bobina sensora e filtrados por filtros de banda, uma combinação de filtros de alta e baixa frequência, e depois amplificado. O sinal, digitalizado e suavizado, é gravado como uma função da força de magnetização.

A amplitude do ruído Barkhausen, $M(H)$ também é referida como o perfil da curva RB, apresentada na Figura 14 (21), e a amplitude máxima, M_{MAX} , é obtida através da análise estatística dos dados. Particularmente, os ruídos são pequenas seções da curva de histerese da amostra de aço inspecionada. As expansões dos perfis magnéticos são avaliadas em 25%, 50% e 75% do valor M_{MAX} (ΔH_{25m} , ΔH_{50m} e ΔH_{75m}). Adicionalmente, inclui-se o valor de M_{MEAN} , que é o valor médio da curva do período e MR, o valor medido para $M(H)$ com $H=0A/cm$. Esta técnica, como um todo, lança mão de sete testes estatísticos e a correlação dessas estatísticas com as propriedades do material serão discutidas mais adiante (19) (21) (22).

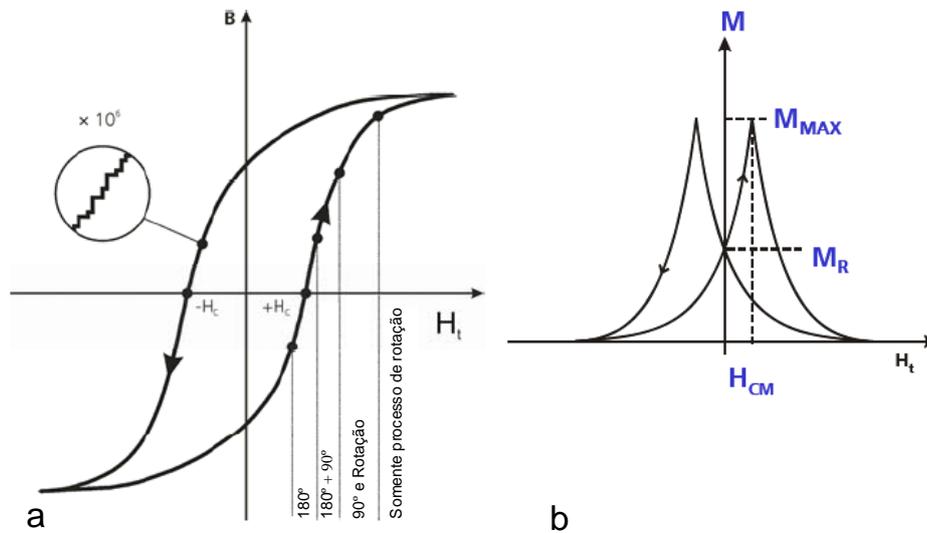


FIGURA 14 – A) Curva de histerese destacando os eventos de salto dos domínios magnéticos e processo de rotação. b) Evento Barkhausen no momento dos eventos destacados na parte A da Figura (21).

O teste estatístico de M_{MAX} e H_{CM} pode ser usado para a aquisição comparativa quantitativa de cada condição final das propriedades como a dureza. Estes testes estatísticos também permitem uma diferenciação não ambígua entre uma deformação plástica e uma peça recozida, ou ainda sob outras condições de tratamento térmico. Ainda, é possível fazer-se relações entre tenacidade e outras propriedades de um dado material. Entretanto, esse método é estritamente comparativo, para obter-se uma informação quantitativa sobre as condições mecânico-metalúrgicas de um dado material, são necessárias medidas com outros métodos analíticos, como análise por raios-X, extensimetria, análises metalográficas, entre outros.

3.3.3 – Análise do envelope do Ruído Magnético Barkhausen

O envelope do sinal Barkhausen é a envoltória do sinal temporal do ruído Barkhausen. Este envelope considera somente as componentes positivas do sinal, na Figura 15 (23) consta um exemplo do envelope do sinal RMB obtido no domínio corrente induzida (i), este mesmo envelope pode ser obtido em função do campo magnético aplicado H.

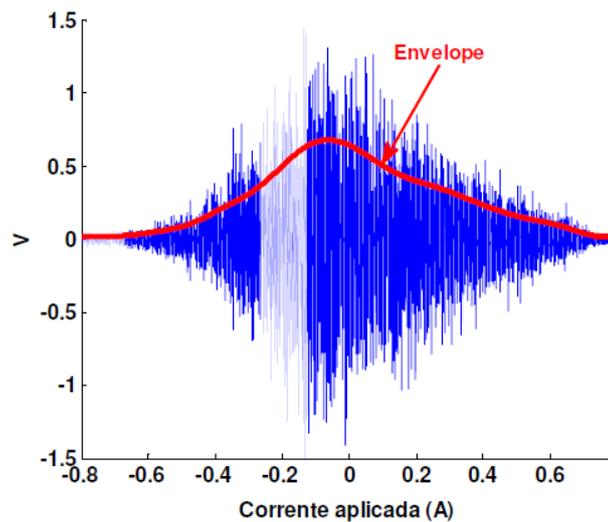


FIGURA 15 - Envelope do Ruído Barkhausen (23).

A maneira tradicional de calcular-se o envelope do sinal é através do sinal analítico do Ruído Barkhausen através da transformada de Fourier da função (23).

A partir do gráfico do envelope é possível calcular dois parâmetros: a amplitude do pico relativo ao valor máximo do envelope e a posição do pico em relação ao campo magnético aplicado, ou corrente induzida.

3.3.4 – Fatores que afetam a qualidade do ensaio ruído Barkhausen

Além das variáveis intrínsecas do material, o método sofre forte influência do operador, do afastamento do sensor à superfície, da rugosidade da peça, da orientação dos grãos com o campo magnético aplicado, entre outras.

Um fato determinante na qualidade do ensaio, é o acoplamento do sensor com a superfície analisada, é comum o acoplamento não ser satisfatório e haver perdas de linhas de fluxo para o meio e com isso, ocorrer redução do sinal RMS recebido pelo sensor este é o fenômeno do afastamento do sensor da superfície, também chamado na literatura de *lift-off* (19) (20) (21) (22) (24).

Através de medidas em diferentes níveis de afastamento do sensor, Silva Jr et all (24) determinaram que a intensidade RMS do ruído Barkhausen reduz em torno de 50% com o afastamento de 1,4mm da superfície analisada, para um aço ASTM A 515. No entanto, a influência do afastamento pode, e deve ser minimizada com a devida calibração do sistema antes da análise ser efetuada.

Para a determinação do valor mais adequado para o campo magnético de excitação, é usual excitar-se o material com diversos campos de amplitude diferente, buscando-se o valor de campo com maior resposta do efeito Barkhausen (19). Todavia, é importante que ocorra a saturação magnética do material (18). É importante salientar que nem sempre o maior sinal de ruído será no maior campo de excitação, Grijalba (23) estudou o comportamento do sinal Barkhausen com diferentes amplitudes de campo magnético em aços carbono e verificou que em valores muito elevados de amplitude, o sinal era intenso à medida que tornava difícil a resolução dos picos do ruído deste modo, concluiu que há um valor ótimo para amplitude de excitação do ruído Barkhausen.

3.4 TÉCNICAS AUXILIARES DE CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Com o objetivo de investigar a razão para as variações nos valores das constantes magnéticas detectadas com o equipamento 3MA-II, outras técnicas reconhecidas de caracterização dos materiais foram empregadas neste trabalho.

3.4.1 – Análise Metalográfica

A metalografia tem como objetivo especificar, avaliar e quantificar diversas características de uma peça metálica de modo a garantir o seu desempenho satisfatório para uma função específica através de observação visual em níveis macro e microscópico. Ela envolve um procedimento elaborado de preparação da superfície de um metal para a avaliação da sua estrutura (25).

Através da análise metalográfica, pode-se revelar as seguintes características de um metal:

- Vazios: rechupes, microrrechupes e poros;
- Segregações: macro, micro, em contorno de grão, zoneamentos;
- Estruturas: tamanho, forma e distribuição dos grãos, texturas;
- Inclusões: tipo, tamanho, forma, distribuição e natureza;
- Trincas: internas, externas, transgranulares ou intergranulares,

à quente ou a frio etc;

- Superfícies de fratura: dúcteis, frágeis, quase-clivagem, a quente ou a frio, fadiga;

- Tratamentos térmicos: recozimento, normalização, têmpera, revenido, têmpera superficial etc;

- Tratamentos superficiais: cementação, nitretação, carbonitretação, cromagem, galvanização, etc;

As estruturas metalográficas são melhor visualizadas quando o corpo de prova é submetido a um ataque químico. O ataque consiste da dissolução, corrosão, coloração, oxidação, deposição ou outro efeito que, ao acontecer de forma seletiva ou diferenciada, permite distinguir as diversas fases ou constituintes do material em estudo. Entre outras coisas, pode mostrar os contornos de grão, fases, texturas, heterogeneidades químicas (segregação), natureza de inclusões, contornos de maclas etc.

O método mais comum é o ataque químico por imersão com reagentes apropriados, geralmente a base de ácidos diluídos em água ou álcool. Há uma grande variedade de reagentes para os mais diversos metais e ligas, mostrando os mais variados aspectos das microestruturas (26) (27).

3.4.2 – Difração de Raios X (XRD)

A difração de raios-X (XRD) representa o fenômeno de interação entre os elétrons dos átomos componentes de um material e o feixe de raios-X, relacionado ao espalhamento coerente.

A técnica consiste na incidência da radiação em uma amostra e na detecção dos fótons difratados, que constituem o feixe difratado. Em um material onde os átomos estejam arrançados periodicamente no espaço, característica das estruturas cristalinas, o fenômeno da difração de raios-X ocorre nas direções de espalhamento que satisfazem a Lei de Bragg, reproduzida na Equação 11, onde Θ corresponde ao ângulo entre o feixe incidente e os planos cristalinos do cristal, d é a distância interplanar nesta crista e n , é a ordem da difração (26).

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (11)$$

O feixe difratado é normalmente expresso através de picos que se destacam do *background* (ou linha de base), registrados num espectro de intensidade versus o ângulo 2θ (ou d), constituindo o padrão difratométrico ou difratograma.

As intensidades obtidas em ângulos 2θ , representadas através dos picos nos difratogramas, correspondem à difração do feixe incidente por um determinado conjunto de planos do cristal, que possuem mesma distância interplanar, cada qual com índices de Miller hkl (reflexões hkl).

O padrão difratométrico representa uma coleção de perfis de difrações individuais (ou picos difratados), cada qual com sua intensidade, área integrada, posição angular, largura e caudas que decaem gradualmente à medida que se distanciam da posição de altura máxima do pico. A intensidade integrada é proporcional à intensidade de Bragg, I_{hkl} (28).

A análise difração de raios-X apresenta diversas dificuldades quanto à sua aplicação prática. A seguir serão apresentados alguns fatores que afetam a qualidade da análise:

1. *Espessura da amostra:* o método de difração de raios-X admite que a amostra tenha espessura infinita. Isso exige que a amostra tenha espessura suficientemente alta para que o feixe de raios-X interaja completamente com os átomos da amostra, não o atravessando. Os fatores que devem ser levados em conta no cálculo da espessura mínima de amostra são a relação entre a fração do feixe transmitida, I_x , o coeficiente de absorção linear das fases constituintes da amostra, μ , e a intensidade inicial do feixe, I_o . o efeito da espessura é influente para todos ângulos de difração (29).

2. *Orientação preferencial:* A intensidade I_α dos picos é calculada sob a premissa de que os cristais da amostra estão orientados aleatoriamente. Este fato exige que sejam tomados diversos cuidados durante a preparação das amostras para que seja evitado o problema de orientação preferencial de alguns dos cristais. Caso este fenômeno ocorra, ocorrerá distorção das intensidades de cada constituinte da amostra, ficando com maior intensidade aquele que estiver orientado preferen-

cialmente ao feixe, conseqüentemente, outras espécies da amostra terão sua intensidade diminuída (30).

3. *Microabsorção*: causa a modificação das intensidades dos feixes difratados pelas diferentes fases de uma amostra. A microabsorção está relacionada com as proporções de cada fase em uma amostra e com seu coeficiente de absorção mássica, μ_m . este fenômeno tem grande influência em análises quantitativas e ocorre em amostras de granulometria grosseira se os constituintes da amostra tiverem μ_m diferentes. O efeito da microabsorção pode ser reduzido diminuindo-se o diâmetro médio de grãos das amostras, ultrapassando um valor crítico de tamanho de grão, determinado pela fase de maior μ_m da amostra (29) (30).

4. *Rugosidade superficial*: é um efeito de absorção específico que reduz a intensidade dos picos, crítico para picos de ângulo baixo, de amostras com rugosidade superficial elevada. Para minimizar este inconveniente, deve-se trabalhar com amostras planas e com a menor rugosidade superficial possível (29).

5. *Extinção de picos*: é o fenômeno que faz com que ocorra redução das intensidades medidas. A extinção pode ser primária, quando o feixe difratado por um conjunto de planos é redifratado, o que faz com que seja reduzida a intensidade do feixe difratado; ou reformada, quando ocorre absorção do feixe de raios-X pela amostra, fazendo com que a energia do feixe seja convertida em energia térmica (30).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 – Materiais

Na realização deste trabalho, lançou-se mão de uma chapa de aço superduplex UNS32760. O material foi recebido sob a forma de chapa laminada com 10 mm de espessura.

Para os ensaios, utilizou-se o seguinte aparato:

- Difratorômetro de Raios X, modelo Philips X'Pert Pro Multipurpose X-ray Diffractometer com um tubo de ânodo de Cu, $K\alpha=1,5418 \text{ \AA}$;
- Microscópio óptico Olympus com aumento de até 1000x com câmera digital acoplada e software analisador de imagem ImageJ V. 1.44;
- Espectrômetro de emissão ótica; marca Espectro LAVFA18B;
- Analisador micromagnético multiparâmetro de tensões e microestrutura (3MA-II) com sensor de alta frequência com os parâmetros ajustados em:
 - Amplitude de magnetização (H): $40A/cm \pm 0,30$;
 - Filtros de frequência: Banda alta (*highpass*): 100kHz;
Banda baixa (*Lowpass*): 5MHz;
 - Ganho: 10 dB.

4.2 – Métodos

Inicialmente, foi efetuada a caracterização do material recebido; química e microestrutural, tendo em vista a identificação de fases presentes através de técnicas de microscopia, análise qualitativa de fases por técnica de Difração de Raios X, baseando-se em sua composição química, obtida experimentalmente e, posteriormente comparada com a fornecida pelo fabricante.

A amostra do aço UNS S32760 foi recebida na forma de uma chapa com 10 mm de espessura. Antes de efetuar-se a segmentação do material, foi investigado qual seria a posição em que se obteria o sinal de maior intensidade, em outras palavras, em que direção, com relação à direção de laminação seria obtida a maior amplitude de sinal Barkhausen.

Daí, então, extraiu-se da placa amostras com dimensões de 55 mm x 35 mm x 10 mm (C x L x E) a fim de confeccionar os corpos de prova; é importante salientar que essas medidas estão de acordo com o sugerido para ensaios por correntes parasitas, de acordo com Braga (21). Ele sugere manter-se uma distância mínima da borda de 3,2mm em cada lado da bobina sensora para que seja evitado interferências causadas pela geometria das peças, o chamado efeito de borda. Assim, manteve-se 5 mm de distância para cada lado do Yoke magnetizante.

Os corpos de prova foram, então, submetidos a tratamentos térmicos de solubilização e posteriormente resfriados sob condições de diferentes severidades de resfriamento, o histórico térmico das amostras está apresentado na Tabela 5, bem como a nomenclatura utilizada para a identificação de cada um.

TABELA 5- Condições térmicas às quais os corpos de prova foram expostos.

Peça	Temperatura de Solubilização (°C)	Tempo (min)	Resfriamento
S0	-	-	-
S1	1040	40	Forno
S2	1040	40	Ar
S3	1040	40	Água

Após, inspecionou-se cada corpo com um aparelho 3MA-II, utilizando-se a técnica do ruído Barkhausen, procurou-se avaliar a qualidade de cada tratamento térmico quanto a quantidade relativa de ferrita em cada amostra, buscando-se as razões para possíveis variações desta fase com o uso de técnicas auxiliares.

Para os ensaios metalográficos, foram efetuados sucessivos ataques químicos para a revelação dos diferentes constituintes da microestrutura, segue na Tabela 6 a relação dos compostos reativos e a função de cada um.

TABELA 6 – Lista de reagentes utilizados para a preparação dos corpos de prova para os ensaios metalográficos.

Reagente	Composição química	Função metalográfica
Villela	1,0g ácido pícrico, 5,0mL HCl e 100mL álcool.	Revela todas as fases presentes na amostra.
Murakami	30g KOH, 30g $K_3Fe(CN)_6$.	Revela a delineação dos grãos e a fase σ .
20% NaOH	1-10V dc, 1-120s.	Revela a Ferrita- δ e a fase σ .

Por fim, buscando o bom entendimento das possíveis variações no sinal micromagnético, cruzou-se os resultados obtidos neste ensaio com as características microestruturais detectadas com auxílio das demais técnicas empregadas para cada taxa de resfriamento.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente serão apresentados resultados referentes à caracterização do material em cada etapa, bem como à análise de imagem para cada uma. Em um segundo momento, serão apresentados os resultados obtidos pela análise do ruído Barkhausen e, por fim, o cruzamento de todos os dados obtidos com os procedimentos experimentais.

5.1 – Caracterização do material

Através da análise por espectroscopia de emissão ótica, obteve-se a composição química do aço analisado, Tabela 7, e verificou-se que estava de acordo com a composição nominal do aço superdúplex UNS S32706 especificada pela norma API/2005 (31).

TABELA 7 - Análise química obtida por Espectroscopia de emissão ótica.

Elemento (%)	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Co
	0,037	0,25	0,592	0,023	0,002	25,6	3,64	7,01	0,011	0,064
Elemento (%)	Cu	Nb	Ti	V	W	Pb	Sn	Mg	N	Fe
	0,592	0,021	0,0052	0,0643	0,51	0,002	0,001	0,007	0,28	63,56

É apresentada na Figura 16, abaixo, a relação das micrografias das amostras na secção longitudinal, mesma secção a ser inspecionada posteriormente. Essas fotos foram obtidas sob ataque metalográfico de reagente de Villela, ver Tabela 6. Nessas imagens, é possível visualizar em branco as ilhas de austenita- γ e a matriz de ferrita- δ em tom mais escuro.

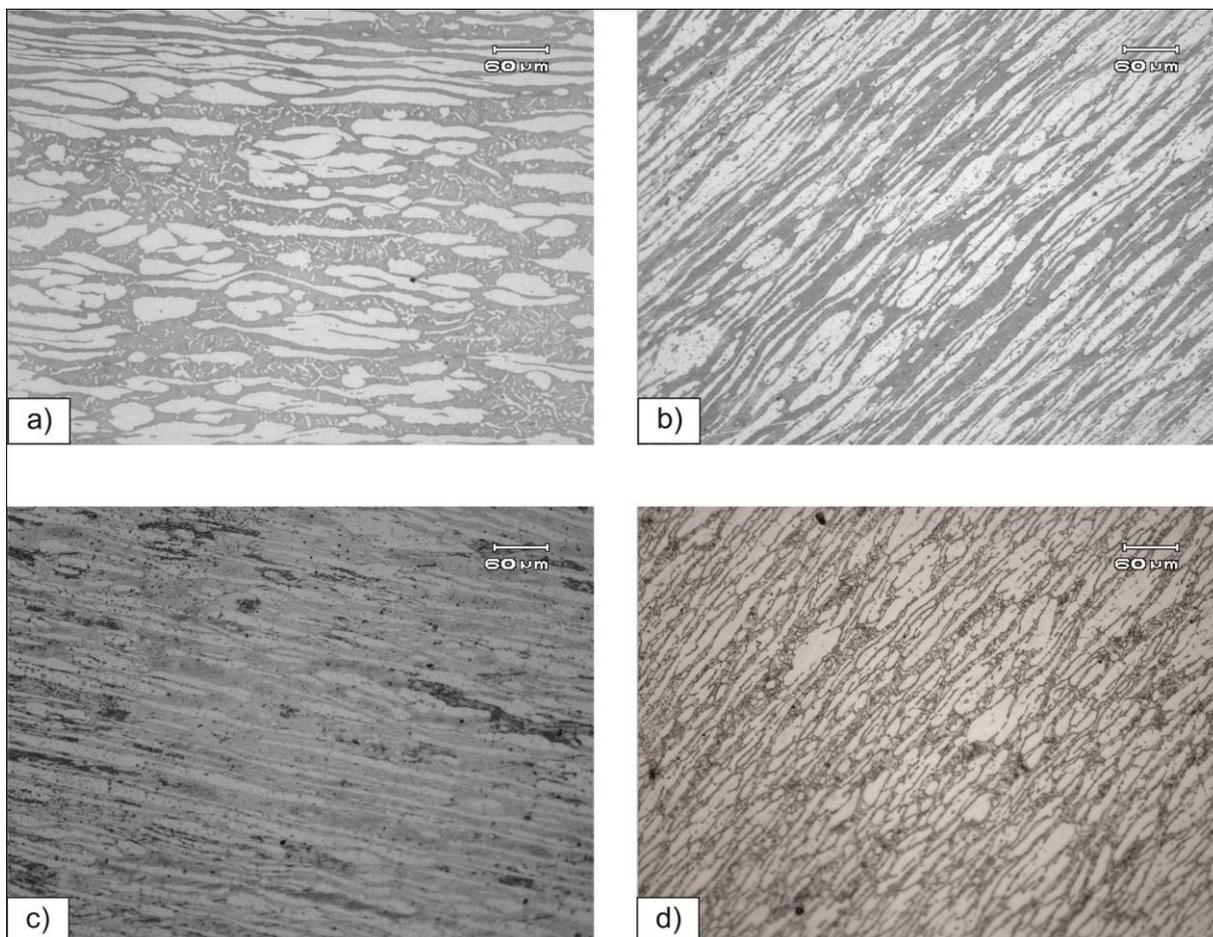


FIGURA 16 - Secção longitudinal dos corpos de prova com aumento de 200 X, Sendo em a) S0, b) S3, C) S2 e d) S1. Ataque: Villela.

Nessas micrografias é possível visualizar que ocorreram transformações microestruturais no material conforme foi reduzida a severidade do resfriamento, tanto que a peça resfriada ao forno está praticamente tomada de regiões claras, provendo indícios de que nessa peça houve uma drástica redução do volume da matriz ferrítica em benefício do aumento do teor de austenita e possível precipitação de compostos intermetálicos.

Embora na literatura sejam encontradas informações básicas sobre a rota convencional de produção de aços dúplex, onde mencionam que para a sua produção, a liga é aquecida á sua temperatura de solubilização e posteriormente resfriado

em água à temperatura ambiente; ao analisar à parte b da Figura 16, fica claro que são necessários diversos cuidados durante o ciclo térmico ao qual o material é submetido para obter-se a microestrutura dúplex, cuidados que, naturalmente, são sigilo industrial. Na parte c dessa imagem, nota-se que ainda que o volume da região clara seja elevado, há presença de outros constituintes sobrepostos à região escura.

Após análise de imagem das proporções entre regiões escuras e claras em cada micrografia, foi constatado que conforme era aumentada a severidade do resfriamento, a relação δ/γ aproximava-se do estado inicial. Isto é, conforme a amostra permanecia em temperatura elevada, havia uma redução do teor de ferrita- δ em sua estrutura. Os resultados das medidas estão apresentados no gráfico da Figura 17.

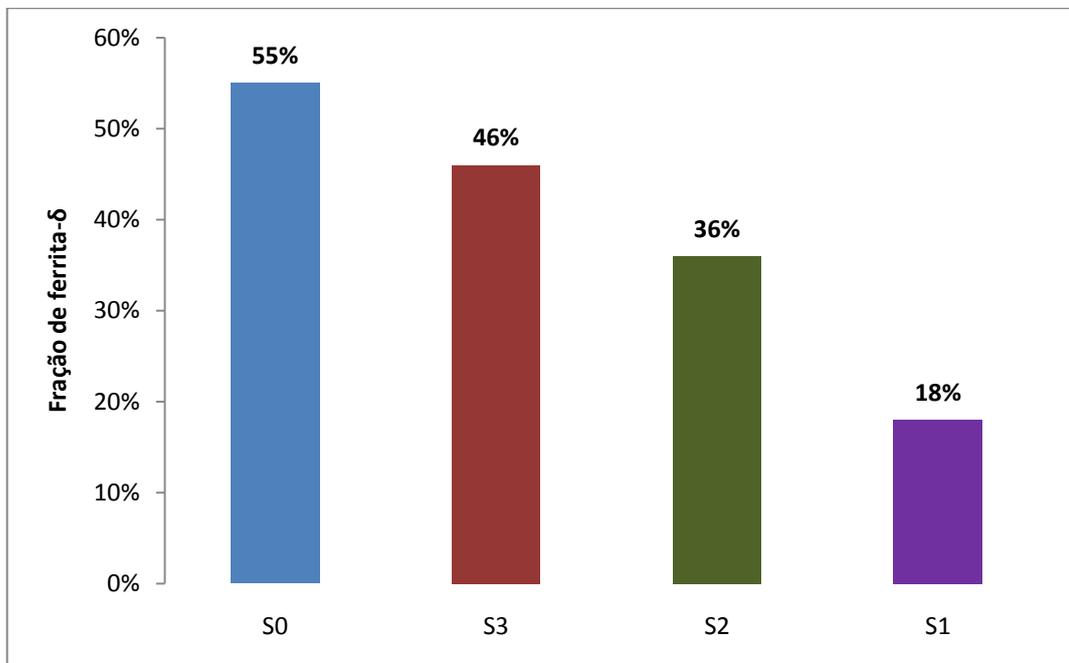


FIGURA 17 - teor de ferrita medido de acordo com a severidade do resfriamento.

Na Figura 18, é apresentado o resultado da análise de difração de raios-X obtido à partir da amostra como recebida, S0.

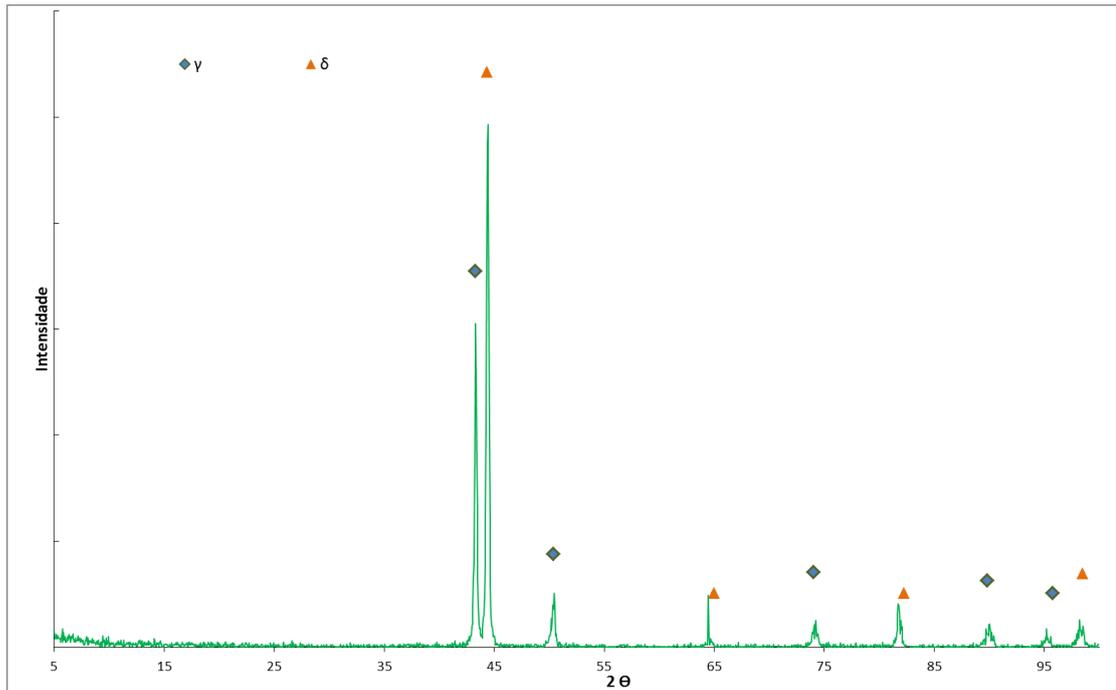


FIGURA 18 - Difratoograma obtido da amostra S0.

Na Figura 19, é apresentada a micrografia da amostra S3 atacada com Na-OH eletrolítico.

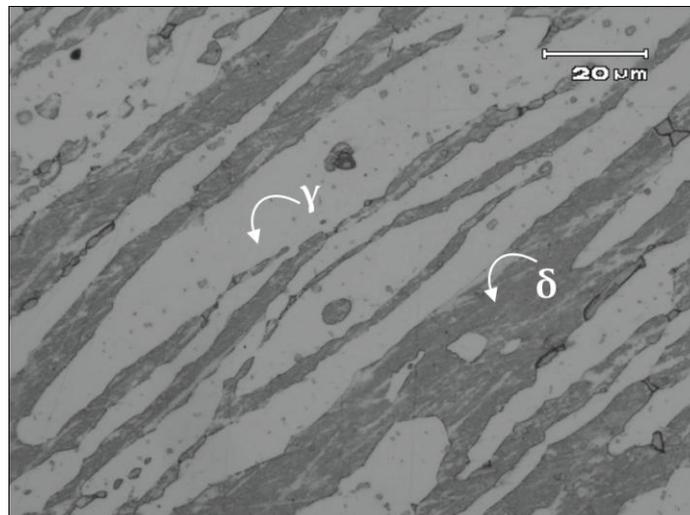


FIGURA 19 - Corpo de prova solubilizado a 1040°C e resfriado em água - Amostra S3. Ataque: Villela.

De acordo com a análise da Figura 19, constata-se que a microestrutura da amostra é composta unicamente por austenita- γ e ferrita- δ . Essa constatação pode ser comprovada através da análise por difração de Raios-X da mesma secção visualizada na foto. Na Figura 20, abaixo, é apresentado o difratograma para amostra S3.

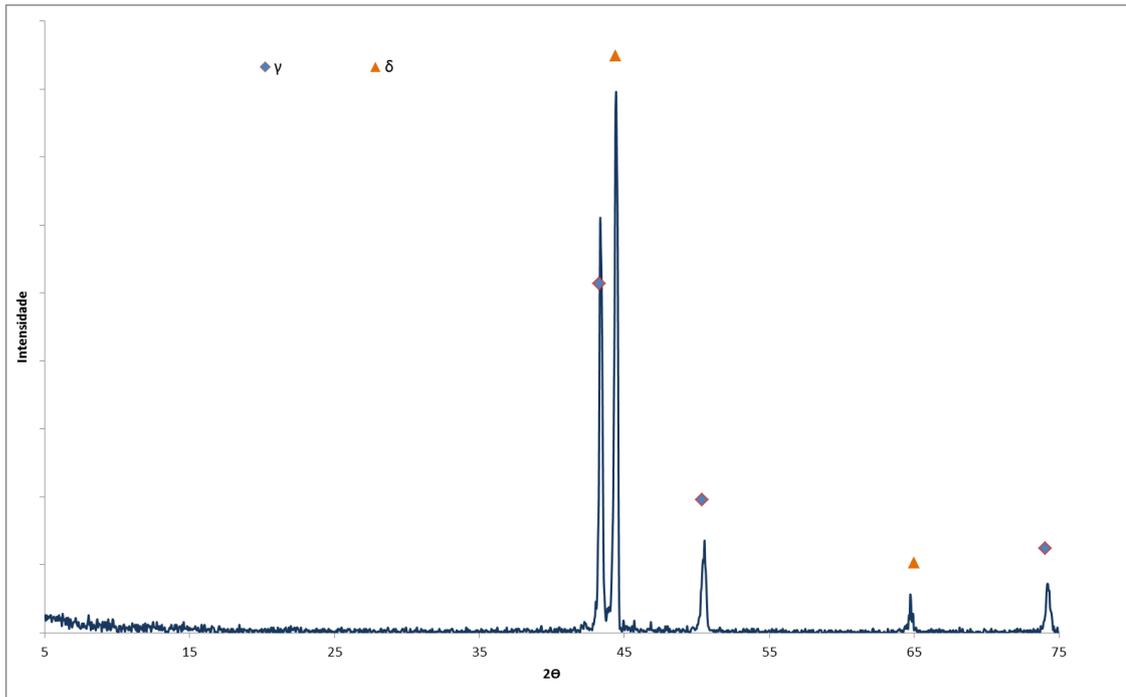


FIGURA 20 - Difratoograma resultante da amostra S3

De acordo com o difratograma da imagem anterior, é possível constatar a presença de apenas duas fases na estrutura do material resfriado em água, ferrita- δ e austenita- γ .

Na Figura 21, é mostrada a microestrutura da amostra submetida à taxa de resfriamento S2.

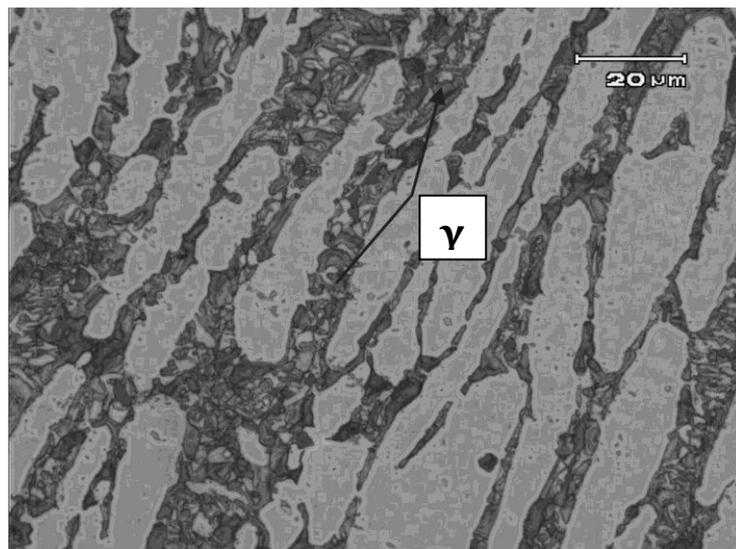


FIGURA 21 - Micrografia ótica da amostra S2. Reagente: NaOH eletrolítico.

Na Figura acima é possível visualizar a ocorrência de pequenas ilhas de austenita reformada formadas no interior da matriz ferrítica, onde o reagente escureceu a matriz ferrítica, conservando a austenita intacta. Este fenômeno deve-se à ta-

xa de resfriamento não ter sido suficientemente alta para conservar a estrutura como em S0 e S3, causando um aumento do teor da fase não magnética.

Em concordância com a análise visual da microestrutura presente na Figura acima, foi obtido o difratograma da amostra S2, apresentado abaixo na Figura 21.

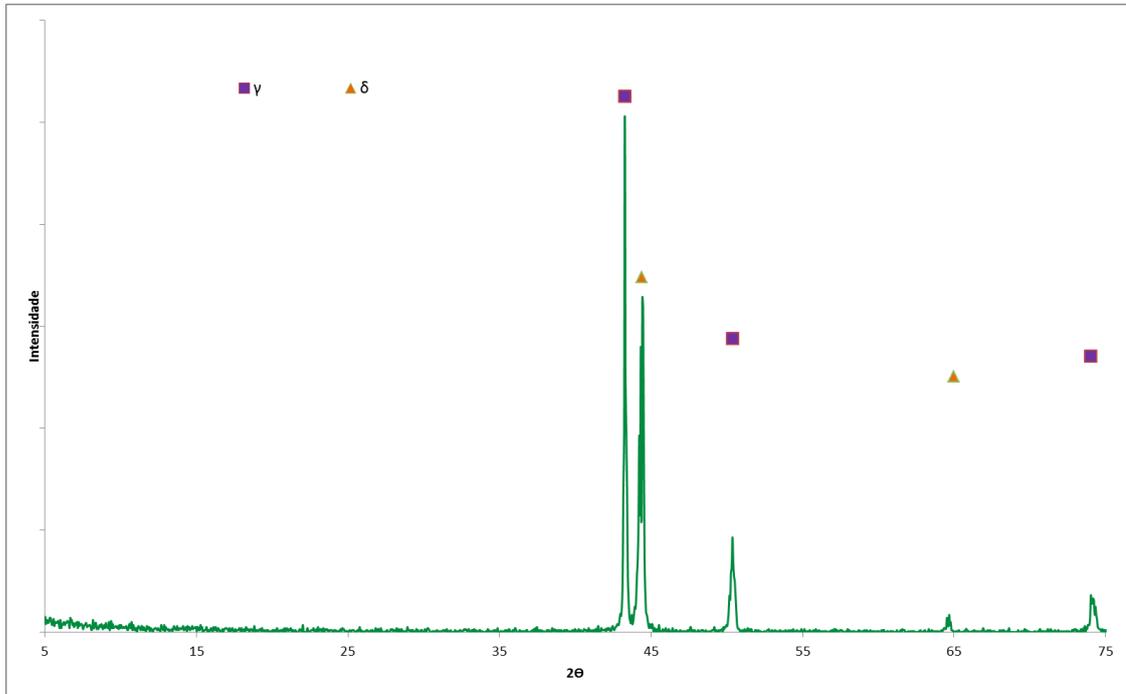


FIGURA 22 - Difratograma da amostra S2.

Na micrografia da Figura 22, é apresentada a microestrutura da amostra S3. Para obtenção desta imagem foi utilizado ataque de NaOH eletrolítico.

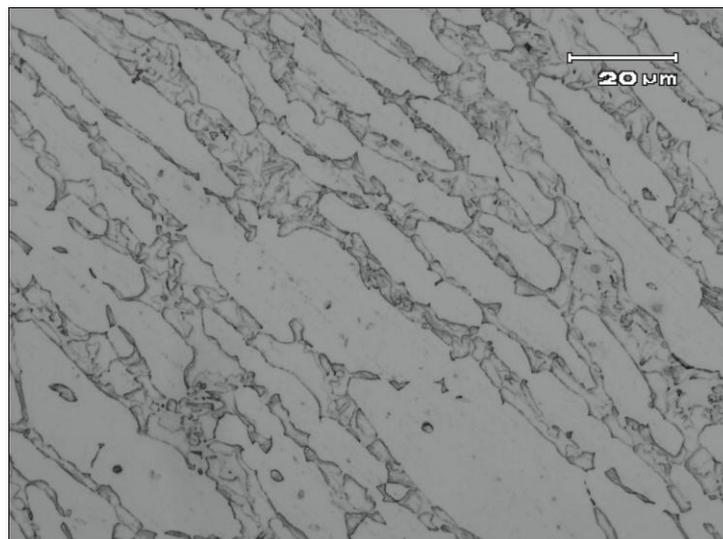


FIGURA 23 - Micrografia ótica S1. Ataque: NaOH eletrolítico.

O ataque químico utilizado na Figura acima, quando usado à baixas tensões, ~1,5V, conserva inalteradas a ferrita e austenita, revelando primeiramente os precipitados σ em preto.

Na Figura 34 acima, é possível ver a formação de regiões escuras no contorno de grão, sugerindo a precipitação de compostos intermetálicos. Para a confirmação deste resultado, consta na Figura 23 o difratograma obtido desta amostra.

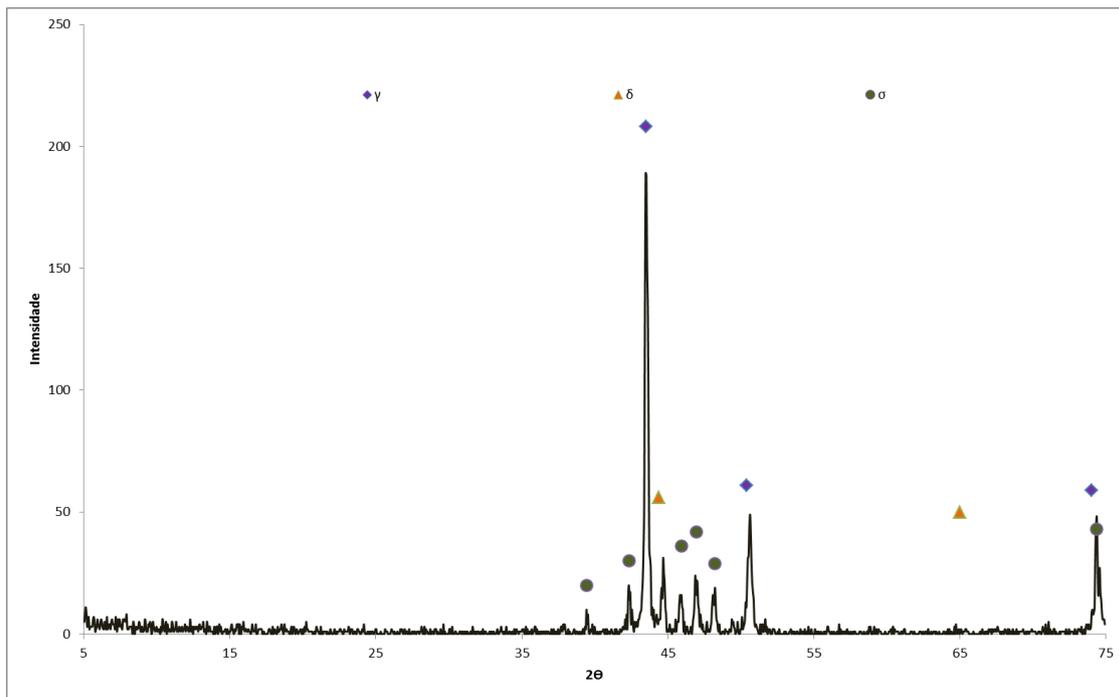


FIGURA 24 - Difratograma da amostra S1.

Com base no resultado da análise de difração de raios X apresentado acima e na metalografia da Figura anterior é constatada presença de fase σ precipitada no contorno do grão de ferrita ainda que em baixos teores deste composto.

5.2 – Análise por métodos micromagnéticos 3MA-II

A análise do ruído Barkhausen será apresentada em dois formatos, primeiramente será analisado o comportamento do envelope do sinal, em um segundo momento, será comparada a amplitude máxima do sinal detectado para cada amostra, buscando uma correlação entre as características microestruturais constatadas nas amostras e seu comportamento magnético com foco na criação de um critério de inspeção microestrutural para este tipo de liga.

Na Figura 25 é apresentado o envelope RMS do ruído Barkhausen para a curva de histerese para o aço UNS S32760, com um campo de excitação de 50 A/cm e frequência de excitação de 100 KHz, comparando todas as amostras.

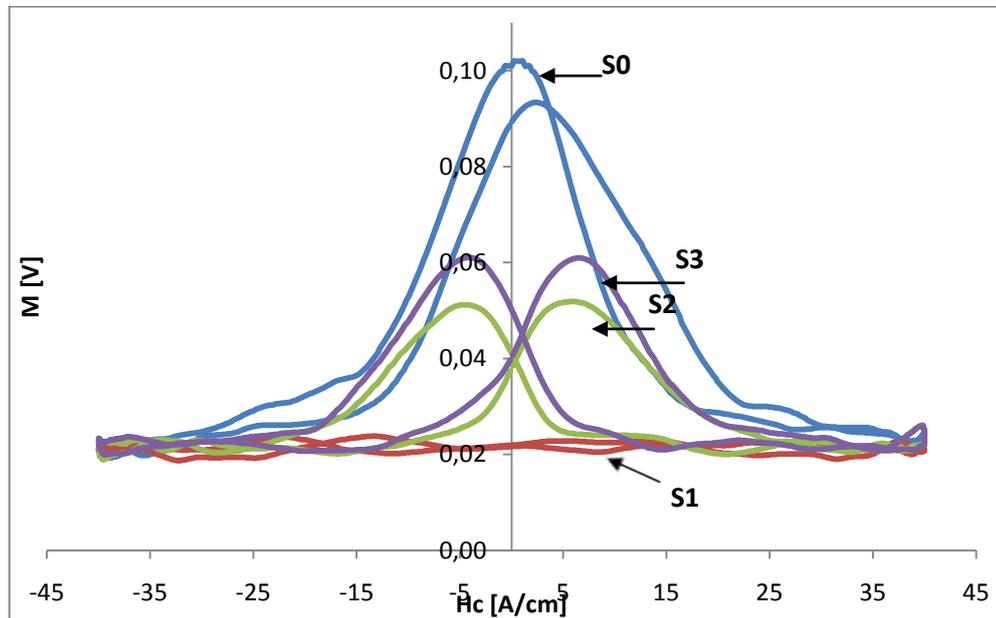


FIGURA 25 - Envelope do sinal do ruído Barkhausen para todas as amostras.

Com base na Figura acima, é possível visualizar que as transformações microestruturais impostas pelas diferentes severidades de resfriamento causaram uma variação de até 400% quando comparadas as condições extremas S1 com S3, estando a aproximadamente 50% do valor da S3 e S0. Na amostra S1, o teor de ferrita foi demasiado baixo, impossibilitando a formação do envelope do ruído.

Na Figura 26, abaixo, foi feita a comparação da média das amplitudes máximas do ruído Barkhausen detectadas em cada amostra. Como medida de comparação, foi adicionada uma medida de uma amostra padrão de aço inoxidável austenítico AISI 304.

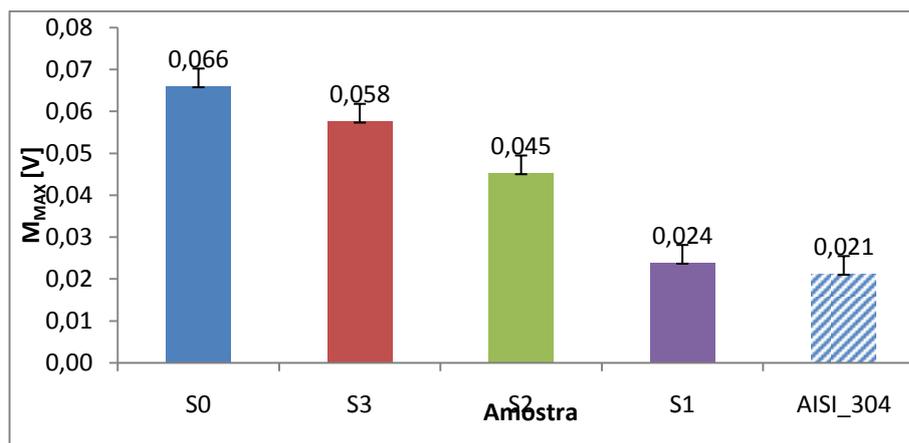


FIGURA 26 - comparativo entre os diferentes tratamentos térmicos de resfriamento e um aço inoxidável austenítico AISI 304.

É visível a redução da amplitude do ruído Barkhausen detectado a partir de cada amostra, mesmo naquela que mais se assemelha com a emitida pela chapa no estado recebida. Como visto na Figura 25, na amostra S1, não foi possível formar um envelope RMS com o sinal detectado. Ao compará-la com a amostra do 304, no gráfico da Figura anterior, constatou-se que a amplitude máxima do sinal se assemelha muito com a deste material.

Comparando as medidas magnéticas das amostras com as análises metalográficas, pode constatar-se que a redução no teor de ferrita- δ foi determinante para a amplitude do sinal do ruído Barkhausen.

A Figura 27, apresentada abaixo, apresenta uma comparação entre o método de quantificação de fases por imagem e a amplitude máxima do ruído Barkhausen, onde é possível constatar uma relação satisfatória entre o teor de ferrita e a amplitude máxima do ruído Barkhausen.

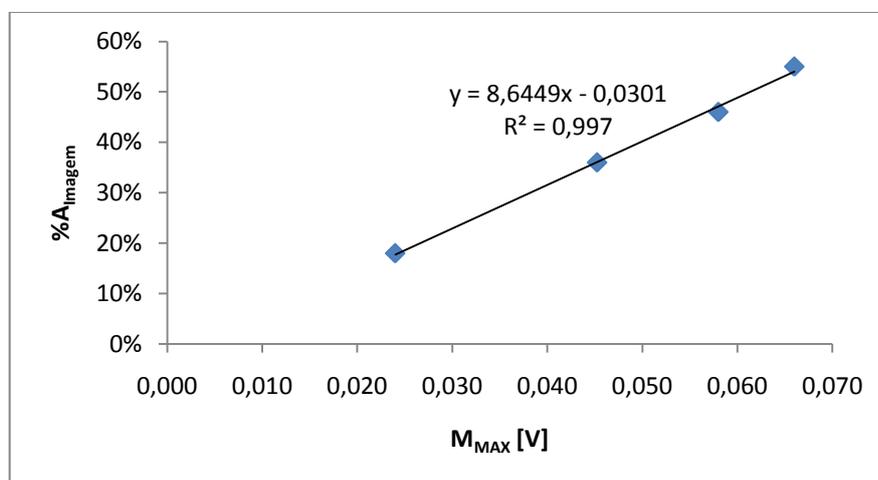


FIGURA 27 - análise comparativa entre os métodos de quantificação de fase ferrita- δ .

6 CONCLUSÃO

Após a análise dos resultados experimentais e cruzamento desses dados com informações da literatura, é possível tirar as seguintes conclusões:

- O método de Análise do ruído Barkhausen é viável como forma de inspeção microestrutural por ensaios não destrutivos de componentes de aço AID e AISD. Visto que as variações do ruído são grandes o suficiente para que seja possível a criação amostras padrão de microestrutura que possibilitem a comparação com as peças produzidas durante o controle de qualidade, uma vez que este método é indireto, fazendo-se necessário a presença de uma amostra padrão para obter-se informações quantitativas quanto a microestrutura. Além da resposta obedecer um padrão de variação de acordo com a microestrutura, como pôde ser constatado ao comparar-se os resultados do ensaio micromagnético com a análise de imagem.

- A taxa de resfriamento é determinante para a qualidade dos aços inoxidáveis dúplex e exige uma cuidadosa inspeção dos componentes fabricados deste material. Uma vez que variações na taxa de resfriamento do material afetam drasticamente a proporção entre os constituintes dessa liga, vindo a afetar seu desempenho em serviço. Faz-se jus à necessidade de criação e padronização de um método de inspeção por ensaios não destrutivos que seja rápido e que viabilize a detecção de variações na microestrutura de componentes para a inspeção do máximo possível da produção.

- Nas amostras S2 e S3 não foi possível identificar a precipitação de compostos intermetálicos. A taxa de resfriamento para esses corpos de prova foi elevada o suficiente para que não houvesse tempo para a segregação dos elementos de liga no interior da ferrita, o que poderia ocasionar reações de precipitação de estruturas fragilizantes. Entretanto, todas as amostras apresentaram variação no teor de ferrita presente na estrutura do material, quando comparadas ao material no estado recebido, dando margem para a investigação sobre a presença de precipitados não detectados pela difração de raios-X.

7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Com vista na continuidade deste trabalho, é sugerido:

- Estudo mais aprofundado da metalurgia dos aços dúplex, buscando o melhor entendimento da cinética de precipitação das fases desta liga e comparar essas informações com o comportamento magnético do material e a influência das variáveis metalúrgicas nesse comportamento.
- Aplicação de outras três técnicas micromagnéticas buscando extrair o máximo de informação que a estrutura magnética das ligas dúplex pode fornecer.
- Buscar uma forma de separar as variáveis microestruturais do estado de tensões do material no sinal micromagnético.
- Aplicar a técnica micromagnética em outras ligas e outras condições do material.

REFERÊNCIAS

1. *Aços inoxidáveis duplex e superduplex - Obtenção e Caracterização*. **Casteletti, C. L., Martins, M.** São Paulo : Aranda, 2007, Vol. 169.
2. **Chai, J.-O. Nilsson and G.** The Physical Metallurgy of Duplex Stainless Steels. *Sandvik Materials Technology*.
3. **LEE, K. M. e CHO, H.S. and CHOI, D.C.** Effect of isothermal treatment of SAF 2205 Duplex Stainless Steel on Migration of δ/γ Interface Boundary and Growth of Austenite. *Journal of Alloys and Compounds*. 1999, Vol. 285, pp. 156-161.
4. **Leite, A. R.** Avaliação da Tenacidade à Fratura de uma Junta Soldada de um aço Inoxidável superdúplex com Utilização de Proteção Catódica. *Dissertação para obtenção do título de Mestre em engenharia*. Porto Alegre : PPGEM - UFRGs, 2009.
5. **KOVACH, C.W.** Duplex High Performance Stainless Steels. *High Performance Stainless Steels*. Nickel Development Institute.
6. **ASM International.** *ASM Handbook - Properties and Selection Irons Steels and High Performance Alloys*. s.l. : ASM International, 2004.
7. **Sandvick.** Sandvick Engineering group in Tooling, materials technology and mining and construction. [Online] Sandvick. [Citado em: 02 de Junho de 2011.] www.sandvick.com.
8. *A Hyper-duplex Stainless Steel for Severe Chloride Containing Environments*. **Göransson, K. e Nyman, M. L.** sandviken : sandvik materials technology.
9. **Bain, C. E.** *Functions of Alloying Elements in Steel*. Pittsburgh : U.S. steel Corporation, ASM, 1945.
10. **ASM.** Heat Treating. *ASM METALS Handbook*. 2004, Vol. 4.
11. **Rebello, A. M. J., et al., et al.** Aços duplex e Superduplex, Estado da arte. *Coppetec fundação*.
12. **Joanna Michalska, Maria Sozanska.** Qualitative and Quantitative Analysis of σ and X phases in 2205 Duplex Stainless steel. *Materials Characterization*. ECSIA and 7th STERMAT: Stereology and Image Analysis in Materials Science, 2006, Vol. 56, pp. 355-362.

13. **Sieurin, H. e Sandström, R.** Austenite Reformation in the Heat-affected Zone of Duplex Stainless Steel SAF 2205. *Materials Science and Engineering*. (2006), pp. 250–256.
14. **Fanica, A.** Welding of Duplex Stainless Steel. s.l. : Industeel - Group Acelor, 2006.
15. **Nowaki, J. e Lukojé, A.** Structure and Properties of Heat Affect Zone of Duplex Stainless Steels Welded Joints. *Journal of Materials Processing Technology*. 2005.
16. **Kou, S.** *Welding Metallurgy*. s.l. : Wiley Interscience, 2002.
17. **Bozorth, R.M.** *Ferromagnetism*. New York : Van Nostrand, 1951.
18. **Cullity, B.D. & Graham, C.D.** *Introduction to Magnetic Materials*. 2ª. 1972.
19. **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.
20. **Institut Nondestructive Testing (IZFP).** 3MA-II System User. *Manual de instruções*. *Fraunhofer* : Institut Nondestructive testing (IZFP), 2007.
21. **Dobmann, G.** Physical Basics and Industrial Applications of 3MA - Micromagnetic Multiparameter Microstructure and Stress Analysis. *ENDE2007 conference*. 2007.
22. **Dobmann, G., et al., et al.** Nondestructive Characterization of Materials (ultrasonic and micromagnetic techniques) for Strength and Toughness Prediction and the Detection of Early Creep Damage. *Nuclear Engineering and Design* 157. 1992, pp. 137-158.
23. **Grijaba, F. A.** Desenvolvimento de Ensaio Não-destrutivo Baseado no Ruído Magnético de Barkhausen para Caracterização de Tensões Elásticas e Deformações Plásticas em aços. *Tese de doutorado*. São Paulo-SP, SP, Brasil : Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2010. p. 161.
24. **Silva Jr, S. F., Alencar, D. A., Neto, M. M.** Variáveis que Influenciam os Resultados do Ensaio de Materiais Ferromagnéticos pela Análise do Ruído Magnético Barkhausen. *COTEQ*. 2007, 9ª.

25. **Colpaert, H.** *Metalurgia dos Produtos Siderúrgicos Comuns*. São Paulo : Edgard Blücher, 2009.
26. **G.Krauss.** *Steels: Processing and Principles*. s.l. : ASM International.
27. **Voort, V. G.** *Metallography - Principles and Practice*. s.l. : ASM International, 1999.
28. **Connolly, J.** Introduction to X-Ray Powder Diffraction. [Online] The University of New Mexico. [Citado em: 11 de Junho de 2011.] <http://epswww.unm.edu/xrd>.
29. **Fancio, E.** Aplicação do Método de Rietveld para Análise Quantitativa dos Polimorfos da Zircônia por Difração de Raios-X. *Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção de grau de Mestre em Ciências da área de tecnologia nuclear-aplicações*. São Paulo : Instituto de Pesquisas Energéticas Nucleares, 1999.
30. **Cullity, B. D. e Stock, S.R.** *Elements of X-Ray Diffraction*. 3ª. s.l. : Prentice Hall, 2001.
31. **API – American Petroleum Institute.** Use of Duplex Stainless Steels in the Oil Refining Industry. *API Technical Report 938-C*. Washington : API Publishing Services, 2005. 1ª.