



*Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia
Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica
Mestrado - Doutorado*

**ENSAIO NÃO DESTRUTIVO BASEADO EM
MEDIDAS DE CAMPO MAGNÉTICO PARA
ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DA FASE
SIGMA EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX**

Por

Walter Macêdo Lins Fialho

*Tese de Doutorado apresentada à Universidade Federal de Paraíba para obtenção do
grau de Doutor.*

João Pessoa - Paraíba

Junho, 2015

WALTER MACÊDO LINS FIALHO

**ENSAIO NÃO DESTRUTIVO BASEADO EM
MEDIDAS DE CAMPO MAGNÉTICO PARA
ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DA FASE
SIGMA EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX**

Tese apresentada ao curso de Pós-Graduação
em Engenharia Mecânica da Universidade
Federal da Paraíba, em cumprimento às
exigências para obter o Grau de Doutor.

Orientador: Josinaldo Pereira Leite, Prof. Dr., UFPB

João Pessoa - Paraíba

Junho, 2015

F438e Fialho, Walter Macêdo Lins.
Ensaio não destrutivo baseado em medidas de campo magnético para acompanhamento da formação da fase sigma em um aço inoxidável duplex / Walter Macêdo Lins Fialho.- João Pessoa, 2015.
128f. : il.
Orientador: Josinaldo Pereira Leite
Tese (Doutorado) - UFPB/CT
1. Engenharia mecânica. 2. Aços inoxidáveis duplex (AID).
3. Permeabilidade magnética. 4. Fase sigma. 5. Sensor Hall.

UFPB/BC

CDU: 621(043)

**ENSAIO NÃO DESTRUTIVO BASEADO EM MEDIDAS DE CAMPO
MAGNÉTICO PARA ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DA
FASE SIGMA EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX**

Por

Walter Macêdo Lins Fialho

Tese aprovada em 18 de junho de 2015

Período 2015.1

Josinaldo Pereira Leite, Prof. Dr., UFPB

(Orientador)

José Hilton Ferreira da Silva, Prof. Dr., UFPB

(Examinador Interno)

Marcelo Cavalcanti Rodrigues, Prof. Dr., UFPB

(Examinador Interno)

Edgard de Macêdo Silva, Prof. Dr., IFPB

(Examinador Externo)

Carlos José de Araújo, Prof. Dr., UFCG

(Examinador Externo)

DEDICATÓRIA

Dedico essa conquista à minha esposa Irleida, meus filhos Víctor e Vívian, meus pais João de Almeida e Maria de Lourdes, que sempre me estenderam a mão em todos os momentos de dificuldade.

AGRADECIMENTOS

À DEUS que ilumina e guia meus passos, me ajudando a seguir no caminho correto e em busca dos meus objetivos.

Aos meus orientadores, Prof. Edgard de Macêdo Silva e Prof. Josinaldo Pereira Leite, pela amizade, oportunidade e estímulo que possibilitou a conclusão deste trabalho.

Aos participantes da minha banca de qualificação e de defesa de tese, Prof. José Hilton Ferreira da Silva, Prof. Marcelo Cavalcanti Rodrigues e Prof. Carlos José de Araújo, que dentre tantas atividades acadêmicas, se dispuseram a contribuir com esse trabalho, sempre com sugestões valiosas que engrandeceram essa pesquisa.

Ao meu colega João Pereira Leite que iniciou comigo essa caminhada, sempre me motivando nos momentos de dificuldade.

Aos Professores *Sérgio Souto Maior Tavares e Francisco França* pelas valiosas contribuições, apoio e colaboração em algumas fases deste trabalho

A toda a equipe do GSCMAT do IFPB especialmente a colega Ana Lucia Silva Souza Andrade que contribuiu nos momentos da execução dos ensaios.

A toda equipe do PPGEM da UFPB representada nas pessoas do Prof. Paulo Henrique de Miranda Montenegro, Mônica Rodrigues da Silva e Noaldo Sales dos Santos pela seriedade, comprometimento e dedicação em receber bem e executar bem suas missões.

A todos que participaram deste sonho. E aos que utilizarem esta obra como fonte de estudo.

ENSAIO NÃO DESTRUTIVO BASEADO EM MEDIDAS DE CAMPO MAGNÉTICO PARA ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DA FASE SIGMA EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) se caracterizam por apresentarem boa resistência mecânica e à corrosão. Contudo, quando submetidos a processos de fabricação que impõe ao material ciclos térmicos com temperaturas acima de 600 °C, ocorre surgimento de fases fragilizantes que comprometem a sua tenacidade e resistência à corrosão. Entre essas fases destaca-se a presença da fase σ , rica em cromo e de elevada dureza. Neste trabalho buscou-se desenvolver uma técnica de acompanhamento da formação da fase σ . Essa técnica se baseou no estudo da interação entre microestrutura do aço inoxidável duplex e ao campo magnético aplicado ao material. Amostras com diferentes quantidades de fase σ foram obtidas pelo envelhecimento nas temperaturas de 800°C e 900°C. O AID envelhecido foi caracterizado por microscopia ótica e eletrônica de varredura, ensaios de dureza, testes de impacto e difração de raios X. O percentual volumétrico dessa fase foi estimado por difração de raios X e processamento de imagens de microscopia ótica. As medidas de campo magnético foram realizadas com um sensor de efeito Hall. Os resultados mostram que o surgimento da fase σ reduziu o valor da permeabilidade magnética do material, indicando que as propriedades magnéticas e que medidas de permeabilidade, bem como do campo magnético resultante, podem ser utilizadas para acompanhamento de formação dessa fase. O estudo comprova ser a técnica desenvolvida eficaz para monitoramento da fragilização de aço inox duplex.

Palavras-Chave: Aços Inoxidáveis Duplex (AID); Permeabilidade Magnética; Fase Sigma; Sensor Hall.

NON-DESTRUCTIVE TESTING BASED ON MEASURES OF MAGNETIC FIELD FOR MONITORING TRAINING PHASE SIGMA IN A STAINLESS STEEL DUPLEX

ABSTRACT

Duplex stainless steels (AID) are characterized for having good mechanical strength and corrosion. However, when subjected to manufacturing processes requiring the material thermal cycles with temperatures above 600 ° C, occurs emergence of fragile phases that compromise his toughness and corrosion resistance. Among these phases there is the presence of σ phase, rich in chromium and high hardness. In this paper we sought to develop a monitoring technique of the formation of σ phase. This technique is based on the study of the interaction between microstructure of the duplex stainless steel and the magnetic field applied to the material. Specimen with different amounts of σ phase were obtained by aging at temperatures of 800 °C and 900 °C. Aged AID was characterized by optical microscopy and scanning electron, hardness tests, impact tests and X-ray diffraction. The volumetric percentage of this phase was estimated by X-ray diffraction and processing of optical microscopy images. The magnetic field measurements were performed with a Hall effect sensor. The results show that the rise of the phase reduced the σ value of the magnetic permeability of the material, indicating that the magnetic properties and permeability measurements, as well as the resultant magnetic field, can be used for monitoring formation of this phase. The study proves to be developed effective technique for monitoring the duplex stainless steel embrittlement.

Keywords: Duplex Stainless Steels (AID); Magnetic Permeability; Sigma Phase; Hall Sensor.

SUMÁRIO

1	CAPÍTULO I.....	1
1.1	INTRODUÇÃO	1
1.2	OBJETIVO GERAL	2
1.3	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	3
2	CAPÍTULO II	4
	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1	O AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX.....	4
2.2	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AÇOS AID SAF 2205.....	5
2.1.1	Diagramas ternários do AID para temperaturas de 1100°C, 900°C e 800°C.	6
2.3	FASES PRESENTES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	11
2.4	DETECÇÃO DA FASE σ EM AID.....	18
2.4.1	Métodos destrutivos para detecção da fase σ	18
2.4.2	Métodos não destrutivos para detecção da fase σ	24
2.5	EFEITO HALL	31
3	CAPÍTULO III.....	36
	METODOLOGIA.....	36
3.1	MATERIAL	36
3.2	OBTENÇÕES DAS AMOSTRAS COM DIFERENTES QUANTIDADES DE FASE σ	36
3.2.1	Tratamento térmico a 800°C e 900°C para obtenção da fase σ	36
3.2.2	Determinação da quantidade de fase σ por microscopia óptica e de varredura ..	37

3.2.3	Determinação da quantidade de fase σ por difractograma de raios X	37
3.3	CORRELAÇÃO DA QUANTIDADE DE FASE σ COM A FRAGILIZAÇÃO DO MATERIAL.....	38
3.3.1	Variação de medidas de energia de impacto através do ensaio de Charpy	38
3.3.2	Análise das superfícies de fratura	39
3.4	DETERMINAÇÃO DO CAMPO IDEAL APLICADO (H)	39
3.4.1	Bancada de testes para determinar o campo (H)	39
3.4.2	Especificações da fonte de alimentação.....	40
3.4.3	Especificações do solenoide.....	40
3.4.4	Especificações da placa de aquisição de dados.....	41
3.4.5	Especificações da bancada.....	41
3.5	CORRELAÇÃO ENTRE O ENSAIO USANDO SENSOR HALL, ENERGIA CHARPY E A QUANTIDADE DE FASE σ	42
4	CAPÍTULO IV.....	43
	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	43
4.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205 COMO RECEBIDO	43
4.1.1	Caracterização por Difração de Raios-X	43
4.1.2	Caracterização por Microscopia óptica.....	44
4.2	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205 ENVELHECIDO A 800°C	46
4.2.1	Caracterização por Difração de Raio-X.....	46
4.2.2	Caracterização por Microscopia Óptica.....	49
4.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205 ENVELHECIDO A 900°C	53
4.3.1	Caracterização por Difração de Raios-X	53
4.3.2	Caracterização por Microscopia.....	57

4.4	COMPARAÇÃO DOS VALORES DE FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DAS FASES PRESENTES NO AID SAF 2205 NAS TEMPERATURAS DE 800°C E 900°C OBTIDOS POR MO E DRX.....	63
4.5	ANÁLISE QUALITATIVA E SEMIQUANTITATIVA DOS MICROCONSTITUINTES DO AID SAF 2205.....	64
4.6	DETERMINAÇÃO DA ENERGIA ABSORVIDA PELO AID SAF 2205 ATRAVÉS DO ENSAIO DE IMPACTO E ANÁLISE DA FRATURA	67
4.6.1	Cálculo da energia absorvida pelo AID SAF 2205.....	67
4.6.2	Estudo da superfície de fratura do material	69
4.7	ESTUDO DA DUREZA DO AID SAF 2205 COMO RECEBIDO E ENVELHECIDO	78
4.8	ESTUDO DO COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DO AID SAF 2205 COM O ENVELHECIMENTO.....	82
4.8.1	Acompanhamento do envelhecimento do AID SAF 2205 pelas curvas de permeabilidade magnética	82
4.8.2	Determinação do valor de H ótimo para acompanhamento do envelhecimento do AID SAF 2205.....	89
4.9	COMPARAÇÃO DO MÉTODO DA PERMEABILIDADE COM O DO CAMPO INDUZIDO.....	96
	CAPITULO V.....	98
	CONCLUSÕES	98
5	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	100
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	101

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Aço inoxidável duplex (SAF 2205) tratado a 700°C por 15 minutos com aumento de 150x (a), e sua estrutura teórica típica (b). (PADILHA, 2000)	5
Figura 2.2: Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni, o ponto P representa a composição para o aço SAF 2205 em cromo e níquel equivalentes (RAYNOR e RIVLIN, 1988).....	7
Figura 2.3: Seção isotérmica a 900°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni do AID SAF 2205 (RAYNOR e RIVLIN, 1988)	8
Figura 2.4: Seção isotérmica a 800°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni do AID SAF 2205. O ponto A representa o percentual de cromo e níquel equivalentes (RAYNOR e RIVLIN, 1988)	9
Figura 2.5: Possíveis fases precipitadas em AID (adaptado de COLPAERT, 2008).....	11
Figura 2.6: Possíveis fases precipitadas no AID SAF 2205 (SEDRICKS, 1996).....	12
Figura 2.7: Coexistência das fase χ e σ para uma amostra tratada a 750°C por 2 horas, obtida por MET (MICHALSKA, 2006)	13
Figura 2.8: Caracterização das fases fragilizantes oriundas de tratamento térmico, mostrando a fase χ (a) resfriamento rápido; (b) resfriamento lento (Pardal, 2009)	13
Figura 2.9: Micrografia de amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 850°C por 1008 horas: σ (fase clara); Cr ₂ N (fase preta); γ (cinza) (MAGNABOSCO, 2001).....	14
Figura 2.10: Micrografia de amostra de AID SAF 2207 envelhecida a 800°C por 1 hora destacando-se as fases σ , δ e γ . (ROMANA, 2009)	17
Figura 2.11: Micrografia de amostra de AID SAF 2207 envelhecida a 800°C por 12 horas destacando-se as fases σ e γ . (ROMANA, 2009)	17
Figura 2.12: MO de AID SAF 2205, com aumento de 1000x (SILVA <i>et al.</i> , 2009).....	18
Figura 2.13: MEV de AIA submetido à soldagem (ROYCHOWDHURY et al., 2012).....	19
Figura 2.14: MEV de AIA submetido à soldagem, fase σ , fase α e fase γ (ROYCHOWDHURY et al., 2012).....	20

Figura 2.15: MO de AISD envelhecido em temperatura de 1100°C por 40 minutos: (a) e (b) resfriamento rápido (FC); (c) e (d) moderado (MC); (e) e (f) resfriamento lento (SC) (PARDAL et al, 2010).....	20
Figura 2.16: MO de AID envelhecido em temperaturas de 800 e de 1050°C: (a) 850°C e 10 minutos; (b) 850°C e 15 minutos resfriamento; (c) 850°C e 30 minutos e (d) 1050 °C resfriado no forno (TAVARES et al, 2010)	21
Figura 2.17: Medidas de dureza e de tenacidade em um AID UNS-S31803, submetido a temperatura de 800 °C por diferentes tempos (adaptado de TAVARES <i>et al.</i> , 2000)	23
Figura 2.18: Energia ao impacto em aços AID SAF 2205 com diferentes % de fase σ (BORVIK, 2010)	24
Figura 2.19: Percentual de precipitação de fase σ em um AID UNS S31803 envelhecido a 800 e 900°C por diferentes tempos (adaptado de NORMANDO <i>et al.</i> , 2010)	25
Figura 2.20: Velocidade ultrassônica para envelhecimento de AID UNS S31803 envelhecido a 800 e 900°C (adaptado de NORMANDO <i>et al.</i> , 2010)	26
Figura 2.21: Ruído Barkhausen (Adaptada de JILES, 1998)	28
Figura 2.22: Curva de histerese (acima) e correspondente ruído Barkhausen (abaixo). (Adaptada do CALLISTER, 2009 e WIEGMAN, 1979 apud AMARAL, 2010).	28
Figura 2.23: PCA de ruído Barkhausen para amostras de AID UNS S31803 tratadas termicamente (adaptado de NORMANDO <i>et al.</i> , 2010).....	29
Figura 2.24: Comportamento da impedância em amostras de AID UNS S31803 tratadas termicamente (adaptado de NORMANDO <i>et al.</i> , 2010).....	31
Figura 2.25: Esquema da experiência de efeito Hall (Fonte: próprio autor)	32
Figura 2.26: Configuração típica dos sensores Hall convencionais (HallBook Honeywell)	33
Figura 2.27: Curvas típicas dos sensores Hall analógicos convencionais (Fonte: Honeywell, 2004).....	34
Figura 2.28: Curvas típicas dos sensores Hall analógicos convencionais (Fonte: Honeywell, 2004).....	35
Figura 3.1: Posição do entalhe e retirada do corpo de prova em relação à laminação da chapa (FRANÇA NETO, 2011).....	38
Figura 3.2: Ilustração do equipamento de Ensaio não Destrutivo (END): (1) Fonte de alimentação; (2) solenoide; (3) sensor hall; (4) amostra; (5) placa de aquisição de dados; (6) computador; (7) bancada; (8) bateria. (Adaptado de FRANÇA NETO, 2011).....	39

Figura 3.3: Equipamento de ensaio END (GSCMat, IFPB-JP): (1) Fonte de alimentação; (2) bancada; (3) placa de aquisição de dados; (4) computador; (5) Osciloscópio; (6) bateria (Fonte: próprio autor)	41
Figura 4.1: Difratoograma de raios X para o AID SAF 2205 como recebido.....	43
Figura 4.2: Tratamento de imagem para determinação da fase δ e γ para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 como recebida. (a) área total e (b) área da fase γ	44
Figura 4.3: Micrografia do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO (Ataque: KOH)	45
Figura 4.4: Micrografia do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO (Ataque: Behara)	45
Figura 4.5: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 800°C e tempo de envelhecimento de 15 minutos	46
Figura 4.6: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 800°C e tempo de envelhecimento de 60 minutos	47
Figura 4.7: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 800°C e tempo de envelhecimento de 120 minutos	47
Figura 4.8: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 800°C por 120 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ	48
Figura 4.9: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 15 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)	49
Figura 4.10: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 15 minutos obtida por MEV Eletrons Secundarios (SE) (Ataque: Behara)	49
Figura 4.11: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 60 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)	50
Figura 4.12: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 60 minutos obtida por MEV Eletrons retroespalhados (BSE) (Ataque: Behara)	51
Figura 4.13: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 120 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)	51
Figura 4.14: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 120 minutos obtida por MEV- SE (Ataque: Behara).....	52
Figura 4.15: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 120 minutos obtida por MO. (a) sem tratamento de imagem. (b) segmentada por tratamento de imagem. (Ataque: KOH)	53

Figura 4.16: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 900°C e tempo de envelhecimento de 15 minutos	54
Figura 4.17: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 900°C e tempo de envelhecimento de 60 minutos	54
Figura 4.18: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 900°C e tempo de envelhecimento de 120 minutos	55
Figura 4.19: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 900°C por 15 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ	56
Figura 4.20: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 900°C por 60 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ	56
Figura 4.21: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 900°C por 120 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ	57
Figura 4.22: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 15 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)	58
Figura 4.23: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 15 minutos obtida por MO (Ataque: Behara).....	58
Figura 4.24: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 60 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)	59
Figura 4.25: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 60 minutos obtida por MO (Ataque: Behara).....	59
Figura 4.26: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)	60
Figura 4.27: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 minutos obtida por MO (Ataque: Behara).....	60
Figura 4.28: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 minutos obtida por MEV. (a) imagem de MO. (b) imagem de MEV. (Ataque: KOH).....	61
Figura 4.29: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 obtida por MO. (a) sem tratamento de imagem. (b) com tratamento de imagem. (Ataque: KOH)	62
Figura 4.30: Evolução da fração volumétrica da fase σ nas condições de tratamento térmico de 800°C e 900°C para tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos	64

Figura 4.31: Imagem de MEV do AID SAF 2205 envelhecido a 900°C por 120 minutos com pontos de aplicação de EDS. (a) Espectros de 1 até 4. (b) Espectros de 21 até 26. (c) Espectros de 15 até 20.	65
Figura 4.32: Acompanhamento da Energia de Impacto Charpy para o AID SAF 2205 envelhecido na temperatura de 800°C e 900°C para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.....	68
Figura 4.33: Imagem da amostra do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO após ensaio de impacto	69
Figura 4.34: Imagem da amostra do AID SAF 2205 como recebido obtida por MEV após ensaio de impacto	70
Figura 4.35: Imagem das amostras do AID SAF 2205 em todas as condições de tratamento após ensaio de impacto. (a) tratamento a 800°C por 15 minutos; (b) 900°C por 15 minutos; (c) 800°C por 60 minutos; (d) 900°C por 60 minutos; (e) 800°C por 120 minutos e (f) 900°C por 120 minutos.....	71
Figura 4.36: Imagem da supefícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 800°C por 15 minutos (a) formação de dimples e (b) imagem da borda da amostra proximo ao entalhe (imagens obtida por MEV).....	72
Figura 4.37: Imagem da supefícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 800°C por 60 minutos. (a) área de fratura na região do entalhe (b) regiões com clivagens e dimples (imagens obtidas por MEV)	73
Figura 4.38: Imagem da supefícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 800°C por 120 minutos. (a) área de fratura na região do entalhe (b) regiões com clivagens e dimples (imagens obtidas por MEV)	75
Figura 4.39: Imagem da supefícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 900°C por 15 minutos (imagem obtida por MEV).....	76
Figura 4.40: Imagem da supefícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 900°C por 60 minutos (imagem obtida por MEV).....	77
Figura 4.41: Imagem da supefícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 900°C por 120 minutos (imagem obtida por MEV).....	77
Figura 4.42: Valores de Dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido e envelhecido nas temperaturas de 800°C e 900°C nos tempos de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.....	79
Figura 4.43: Gráfico de Energia de Impacto Charpy e dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido a 800°C	80

Figura 4.44: Gráfico de Energia de Impacto Charpy e dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido a 900°C	81
Figura 4.45: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 800°C e os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.....	83
Figura 4.46: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 900°C e os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos	83
Figura 4.47: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase σ para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C	85
Figura 4.48: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase σ para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C	86
Figura 4.49: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase σ para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C	88
Figura 4.50: Curva de B x Tempo envelhecimento para diferentes valores de H (amostras envelhecidas a 800 °C)	89
Figura 4.51: Curva de B x Tempo envelhecimento para diferentes valores de H (amostras envelhecidas a 900 °C)	90
Figura 4.52: Curva de amplitude em função da intensidade de campo magnético aplicado envelhecido a 800°C por 120 minutos.....	92
Figura 4.53: Curva de amplitude em função da intensidade de campo magnético aplicado envelhecido a 900°C por 120 minutos.....	92
Figura 4.54: Curva de B x tempo de envelhecimento para H ótimo nas temperaturas de 800° C e 900°C	93
Figura 4.55: Comportamento da Energia absorvida por ensaio Charpy e campo induzido versus tempo de envelhecimento. (a) envelhecimento a 800°C e (b) envelhecimento a 900°C	94
Figura 4.56: Comparativo do percentual de fase sigma x Campo Induzido B para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C e 900°C.....	95
Figura 4.57: Comparativo do percentual de Energia de Impacto x Fase Sigma x Permeabilidade Magnética para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C e 900°C	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Composição química de um AID UNS-S31803 (ASTM)	5
Tabela 2.2: Transformações de fase após envelhecimento de AID SAF 2507 em temperaturas de 700 a 900°C (ROMANA, 2009)	16
Tabela 2.3: Percentual de fase σ obtidos por análise de imagem para AID UNS S31803 tratado nas temperaturas de 800°C e 1050°C (TAVARES, 2010)	22
Tabela 3.1: Composição do AID UNS-S31803, como recebido, em percentual de peso (Espectrômetro PDA 7000 <i>Shimadzu</i> – CTGÁS/RN)	36
Tabela 4.1: Quantidades de fase $\sigma+\gamma'$ obtidas por MO e fase σ obtida através de DRX 63	
Tabela 4.2: Percentual dos microconstituintes das amostras de AID SAF 2205 envelhecidas a 900°C por 120 e 60 minutos analisada por MEV com EDS acoplado..	66
Tabela 4.3: Percentual dos microconstituintes da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 800°C por 120 minutos analisada por MEV com EDS acoplado	66
Tabela 4.4: Energia absorvida pelo ensaio de impacto das amostras de AID SAF 2205 envelhecidas nas temperaturas de 800°C e 900°C, com tempos de envelhecimento de 15, 60 e 120 minutos.....	67
Tabela 4.5: Valores das permeabilidades magnética obtidas para o AID SAF 2205 envelhecido nas temperaturas de 800°C e 900°C	84

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

AID - Aços Inoxidáveis Duplex

AISD – Aço Inoxidável Super Duplex

Al - Alumínio

ASTM – American Society for Testing and Materials

C – Carbono

CCC - Cúbica de Corpo Centrada

Ce - Cério

CFC - Cúbica de Face Centrada

Co - Cobalto

Cr – Cromo

Cr_{eq} – Cromo equivalente

Cu - Cobre

e = Espessura da placa.

END – Ensaio não destrutivo

FC - Resfriamento rápido

Fe – Ferro

G – Gauss

H = Campo magnético

H₂O - Água

HCl – Ácido clorídrico

HV – Dureza Vickers

i = Corrente elétrica

IFPB - Instituto Federal de Educação e Ciência da Paraíba

IMOA – Associação Internacional de Molibdênio

MC – Resfriamento moderado

MET - microscopia eletrônica de transmissão

MEV - microscopia eletrônica de varredura
Mn –Manganês
MO - microscopia óptica
Mo – Molibdênio
N – Nitrogênio
Nb – Niobio
NBR – Norma Brasileira
Ni – Níquel
Ni_{eq} – Níquel equivalente
P – Fósforo
PCA - análise de componente principal
Rh = Constante Hall do material
S – Enxofre
SC – Resfriamento lento
Si – Silício
Sn – Estanho
TCC – Tetragonal de Corpo Centrada
TTT – Tempo Temperatura Transformação
Vh = Tensão Hall
Vs - Tensão de alimentação do sensor
 α - Fase alfa (ferrita)
 γ - Fase gama (austenita)
 δ - Fase delta
 σ – Fase sigma
 χ - Fase chi

CAPÍTULO I

1.1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) têm sido um substituto importante em determinadas aplicações para os aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e martensíticos, devido as suas propriedades, tais como a resistência mecânica. Estes aços são utilizados em equipamentos para exploração de petróleo e gás, submarinos, transporte de produtos químicos e corrosivos, na indústria de celulose, entre outras aplicações. O AID possui excelente desempenho quando submetidos a condições severas de pressão e corrosão, chegando a ter uma durabilidade até quatro vezes superior em algumas aplicações em relação a outros aços inoxidáveis. Além das propriedades citadas, os AID apresentam boa resistência a fadiga, boa tenacidade e resistência ao impacto, o que viabiliza o seu uso em aplicações cujo risco de falha do equipamento pode gerar danos ambientais, custos, e até perdas humanas.

O comportamento mecânico superior do AID é função de sua microestrutura, formada por duas fases, de onde advém o seu nome (DUPLEX), sendo uma dessas fases austenítica e outra ferrítica. Estas fases são encontradas neste tipo de aço, em proporções semelhantes, ou seja, aproximadamente 50% de cada. A formação específica da sua microestrutura, faz com que o AID apresente propriedades tão importantes quanto os aços austeníticos em algumas aplicações comerciais, não só pela maior resistência mecânica mas pela excelente resistência à corrosão, aliadas as melhores propriedades dos aços ferríticos, como sua alta resistência à corrosão e boa tenacidade e capacidade de estampagem. A microestrutura do AID é obtida pelo equilíbrio na composição química dos teores de cromo e molibdênio, além da adição de nitrogênio, proporcionando boa resistência à corrosão intragranular.

A maioria das aplicações desses aços envolve exposição abaixo de 350°C. Acima desta temperatura, ocorre formação de fases fragilizantes tais como sigma (σ), chi (χ) e alfa linha (α'), motivo pelo qual, o seu estudo se torna importante, de maneira que se possa entender a formação dessas fases, para evitar ou controlar seus surgimentos.

Dentre essas fases, destaca-se a fase não magnética σ , que forma-se em temperaturas acima de 600°C e pequenas quantidades, em torno de 4%, já sendo suficiente para fragilizar o material. A fase σ possui dureza entre 900 e 1000 HV e por ser rica em cromo, empobrece o material desse elemento e compromete a resistência a corrosão.

Desenvolver uma técnica de controle do surgimento de fases indesejáveis pode acarretar em reduções de custo de manutenção e troca de equipamentos, redução de acidentes e danos ambientais. Melhor ainda será se essa técnica se basear no conceito de ensaio não destrutivo (END), que permitirá o controle preditivo e contínuo do comportamento do aço, sem a necessidade de perda do material estudado ainda durante sua fabricação, nem da desmontagem dos sistemas, quando em uso, o que evitaria a perda de horas produtivas.

Neste contexto, como o AID tem propriedades ferromagnéticas, e a fase σ não é magnética, o estudo da interação entre material e campo magnético externo aplicado, pode apontar para o desenvolvimento de uma metodologia não destrutiva para acompanhar a formação dessa fase fragilizante. O campo magnético resultante dessa interação será um indicador do efeito da presença da fase σ , para isso será utilizado um sensor de efeito Hall para medição desse campo.

1.2 OBJETIVO GERAL

Desenvolver uma técnica não destrutiva baseada no estudo da interação entre o campo magnético aplicado e a microestrutura, que seja capaz de acompanhar a formação da fase fragilizante σ em aços inoxidáveis duplex (AID).

1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- i. Compreender a cinética de transformações da fase σ do aço inoxidável duplex UNS S31803 (SAF 2205);
- ii. Desenvolver uma técnica experimental de ensaios não destrutivos (END), para acompanhamento da formação da fase σ em um aço inoxidável duplex, usando medidas magnéticas.
- iii. Aplicar a técnica no estudo de um aço inoxidável duplex SAF 2205.
- iv. Otimização do campo magnético aplicado.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo há uma revisão da literatura, promovendo uma análise meticulosa e ampla das publicações abordadas por alguns autores de temas relacionados ao problema analisado no trabalho.

2.1 O AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

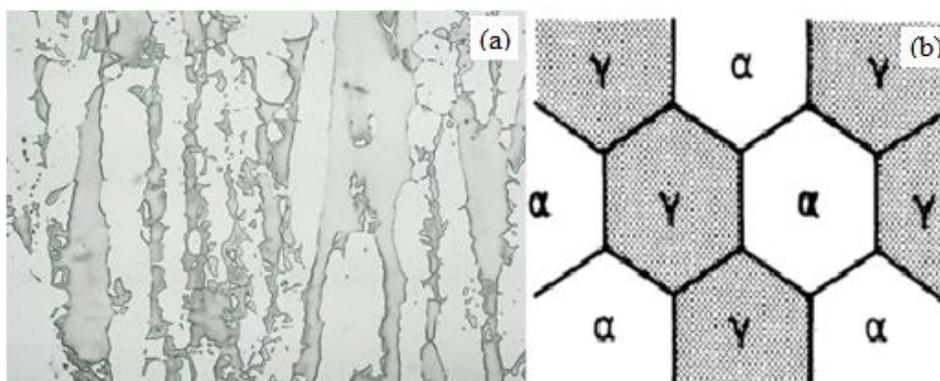
Os Aços Inoxidáveis Duplex (AID), cuja microestrutura é formada de proporções semelhantes de austenita (γ) e ferrita (δ), foram citados em 1927 por Bain e Griffiths em seus estudos sobre diagramas de fase ternários da liga Fe-Cr-Ni (REICK e GUNN, 1992 apud PARDAL, 2009). A fragilidade encontrada nos AID e a escassez de níquel impediram sua comercialização por décadas, tornando esse material pouco utilizado. Porém, o desenvolvimento de processos de fabricação mais avançados, capazes de evitar a precipitação de fases indesejáveis e refino da microestrutura, e o aumento na produção de níquel, fizeram com que novamente se voltasse a atenção à sua produção a partir da década de 70.

Como se pode verificar na figura 2.1 uma microestrutura duplex é simplesmente uma estrutura formada por duas fases (Metals Handbook, 1982). Uma microestrutura duplex ideal deve apresentar aproximadamente 50% de fração volumétrica de fase α e γ (ver figura 2.1 b).

Erhard Hornbogen, em 1930, levando em consideração a distribuição das fases presentes em função da sua forma caracterizou as microestruturas dos aços por dispersão, duplex e esquelético. No caso Duplex, a austenita (γ), com estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) e a ferrita (α), com estrutura cristalina cúbica de corpo centrada (CCC) são as fases mais presentes (SOLOMON E DEVINE, 1982). A obtenção deste aço ocorre através

de rigoroso controle de composição química e da temperatura de solubilidade por fundição ou conformação mecânica (IMOA, 2014).

Figura 2.1 Aço inoxidável duplex (SAF 2205) tratado a 700°C por 15 minutos com aumento de 150x (a), e sua estrutura teórica típica (b). (PADILHA, 2000)



A microestrutura bifásica dos AID é responsável por suas excelentes propriedades de trabalho, tais como: elevada resistência mecânica e a corrosão, além de alta tenacidade (MUTHUPANDI, 2003; PARDAL, 2009; COLPAERT, 2008; FRANÇA NETO, 2011).

2.2 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AÇOS AID SAF 2205

A tabela 2.1 apresenta a composição química de um AID UNS-S31803 (SAF 2205). Dentre os elementos de liga, a presença de cromo e níquel ocorre em maiores percentuais. (IMOA, 2014)

Tabela 2.1: Composição química de um AID UNS-S31803 (ASTM)

Aço Inoxidável Duplex UNS S31803 (percentual em peso)					
Elemento	Percentual	Elemento	Percentual	Elemento	Percentual
C	0,030	S	0,020	Ni	4,5 – 6,5
Mn	2,00	Si	1,00	Mo	2,5 – 3,5
P	0,030	Cr	21,0 – 23,0	N	0,08 – 0,20

Os AID são compostos formados basicamente por ferro, cromo e níquel, além de elementos com comportamento semelhante a estes dois últimos, gerando o conceito de cromo e níquel equivalente, segundo a formulação de De Long, como descrito pelas equações 2.1 e 2.2 (SOLOMON e DEVINE, 1982):

$$Cr_{eq} = \% Cr + \% Mo + 1,5\% Si + 0,5\% Nb \quad (\text{eq. 2.1})$$

$$Ni_{eq} = \% Ni + 0,5\% Mn + 30(\% C + \% N) \quad (\text{eq. 2.2})$$

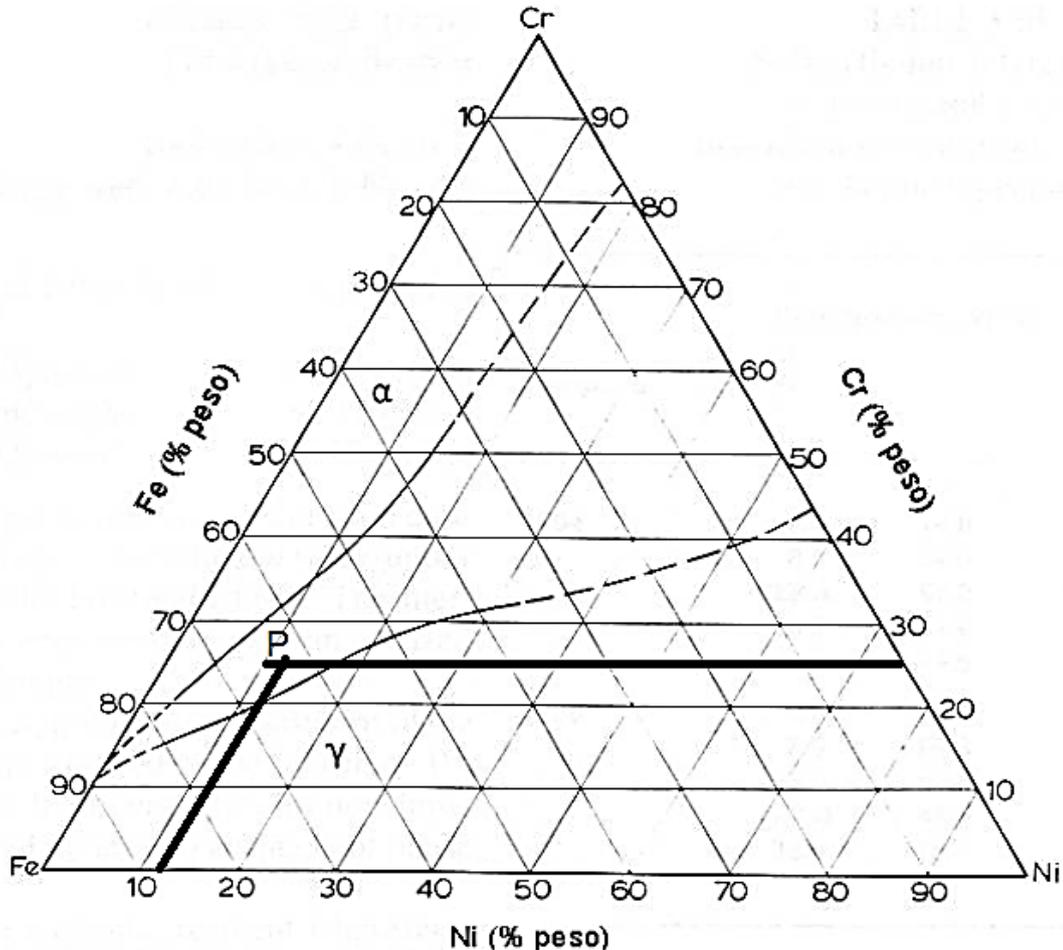
Utilizando-se o conceito de cromo e níquel equivalente para a liga apresentada na tabela 2.1, cuja composição química é de 22,0% de Cr; 5,5% de Ni; 3,0% de Mo; 2% de Mn; 1% de Si; 0,14% de N; 0,03% de C; verifica-se uma solução sólida com o valor 26,5% e 11,6% para cromo e níquel equivalente, respectivamente.

Ainda em relação ao aço de composição apresentado na tabela 2.1, VARELA (2007) e PARDAL (2009) afirmam que o estudo da formação da microestrutura destes aços pode ter início com a análise do diagrama de fase de uma liga no sistema ternário Fe-Cr-Ni. Vários trabalhos, como os de RAYNOR e RIVLIN (1988), foram importantes para a revelação das fases presentes no sistema ternário, através de diagramas pseudo-binários e seções isotérmicas do diagrama ternário.

2.1.1 Diagramas ternários do AID para temperaturas de 1100°C, 900°C e 800°C.

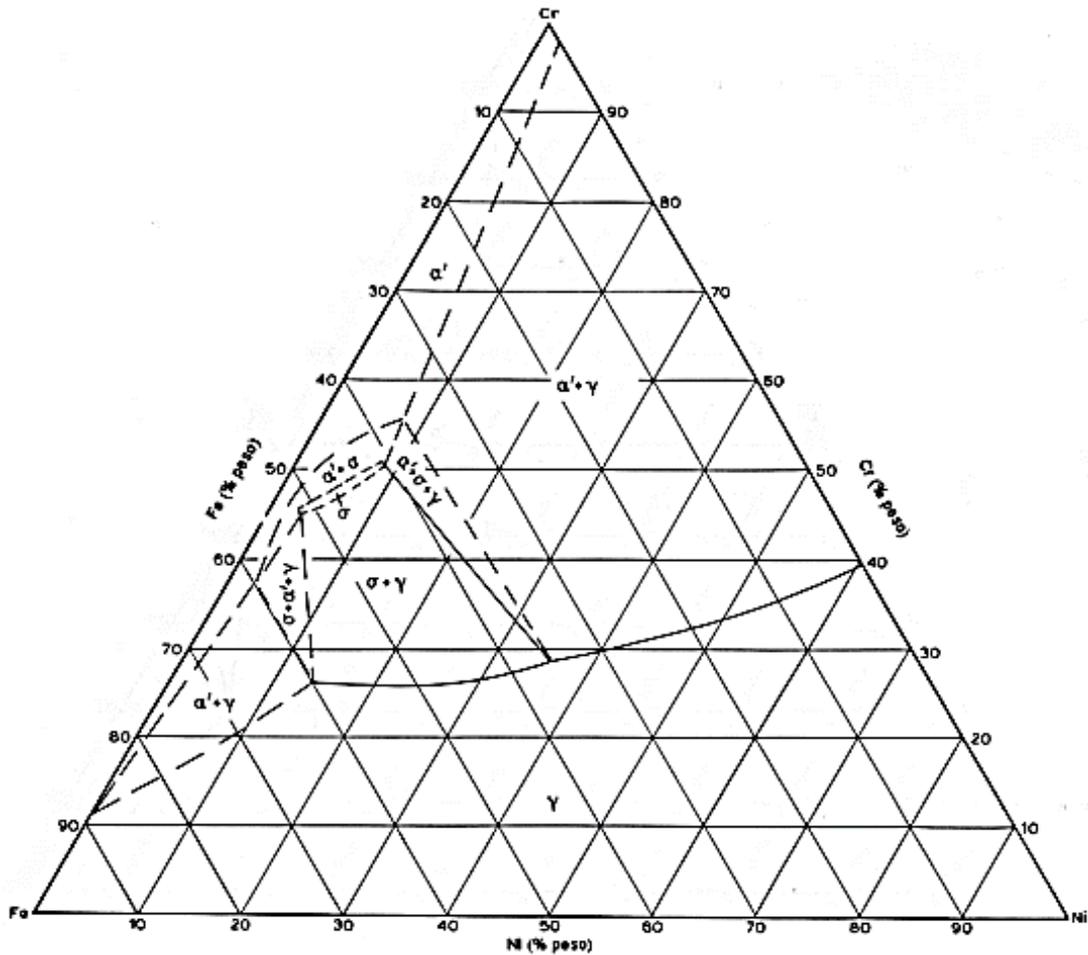
Alguns diagramas ternários de AID são apresentados nas figuras 2.2, 2.3 e 2.4. De sua análise verifica-se que, para diferentes valores de temperatura, ao se fazer um tratamento isotérmico no aço duplex seguido de resfriamento rápido, pode-se obter diferentes fases presentes na microestrutura da liga controlando-se a temperatura e a composição percentual do cromo e níquel equivalente.

Figura 2.2: Seção isotérmica a 1100°C do ternário Fe-Cr-Ni, o ponto P representa a composição para o aço SAF 2205 em cromo e níquel equivalentes (RAYNOR e RIVLIN, 1988)



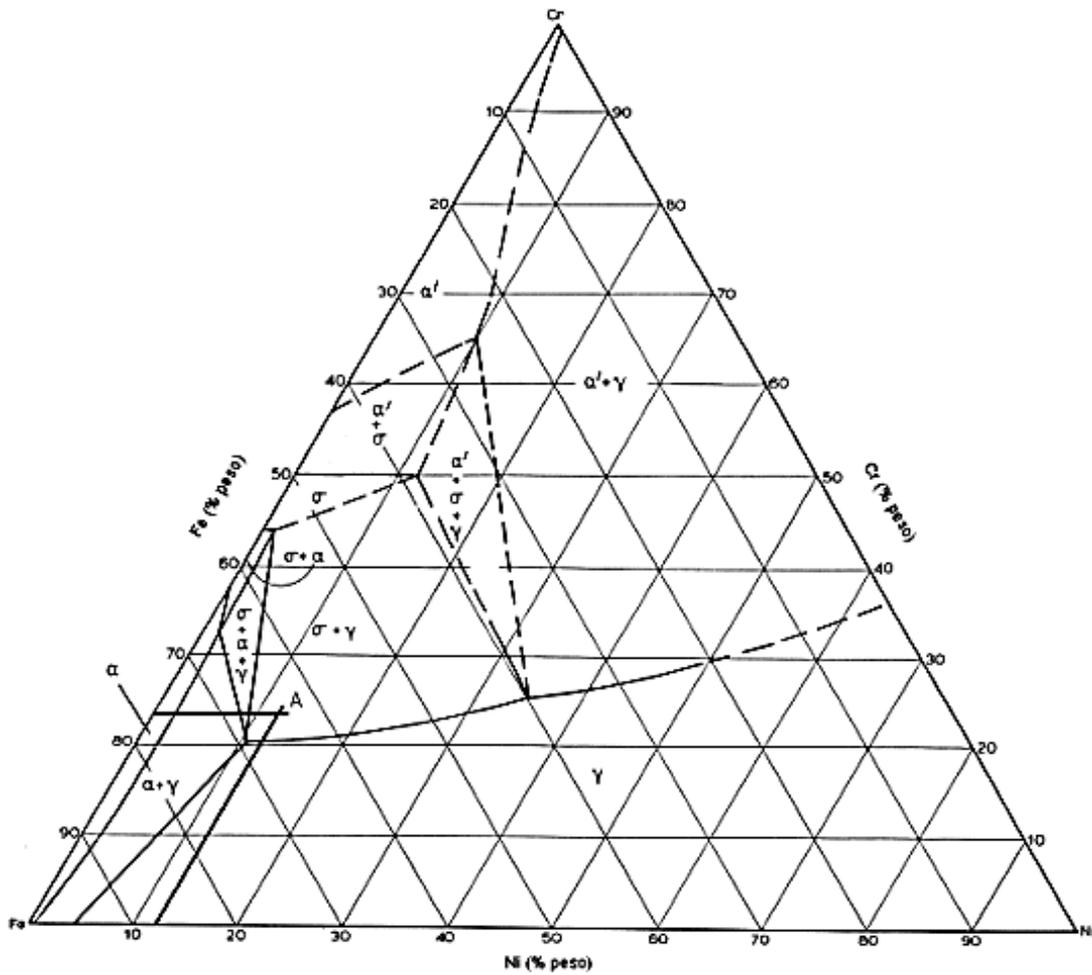
No diagrama ternário apresentado na figura 2.2, para o AID SAF 2205 (comercialmente conhecido como AID UNS-S31803), onde o valor do cromo e níquel equivalente foi calculado considerando-se os percentuais de elementos químicos apresentados na tabela 2.1. Verifica-se que para tratamento isotérmica de 1100°C, o AID apresenta uma microestrutura formada apenas por ferrita (α) e austenita (γ). Já o mesmo AID, trabalhado a temperatura isotérmica de 900°C apresentou microestrutura diferente, o que pode ser analisado a partir da figura 2.3.

Figura 2.3: Seção isotérmica a 900°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni do AID SAF 2205 (RAYNOR e RIVLIN, 1988)



Da análise da figura 2.3, verifica-se que para temperaturas de 900°C surge a fase (σ). Entretanto, para diferentes teores de Cr e Ni equivalentes é possível ter a presença de outras fases na composição final do material. Observa-se também a presença no diagrama das fases α' e γ . A fase α' tem uma diferença em relação à fase α , por apresentar cromo na sua composição enquanto a fase α é rica em ferro. Ao diminuir a temperatura para 800°C no diagrama Fe-Cr-Ni apresentado na figura 2.4, pode-se observar no diagrama a presença de várias microestruturas formadas pela fase α' , rica em cromo, ferrita (α), rica em ferro, austenita (γ), e a fase σ . Essa fase σ tem estrutura tetragonal, é extremamente dura, frágil e não magnética (RAYNOR e RIVLIN, 1988), sendo considerada nociva ao AID.

Figura 2.4: Seção isotérmica a 800°C do diagrama ternário Fe-Cr-Ni do AID SAF 2205. O ponto A representa o percentual de cromo e níquel equivalentes (RAYNOR e RIVLIN, 1988)



Magnabosco (2001), utilizando o modelo formulado por De Long para o cromo e níquel equivalente (26,2% de Cr e 11,5% de Ni), afirma que em se tratando do diagrama da figura 2.4, obtido em condições de equilíbrio, as fases presentes seriam σ e γ (ponto A na Figura 2.4). Mesmo utilizando esse conceito, deve-se entender que cada elemento constituinte de um AID apresenta uma contribuição específica nas suas propriedades mecânicas.

O cromo, que se destaca no AID SAF 2205 por sua quantidade aproximada de 22%, eleva a resistência à corrosão, sendo responsável pela formação da ferrita (δ) com estrutura CCC (IMO, 2014). A partir da ferrita (δ) formam-se a fase austenítica secundária (γ_2) e a fase sigma (σ) como um produto da reação eutetoide ($\delta \rightarrow \gamma_2 + \sigma$) para faixas de temperaturas entre 800 e 900°C (TAVARES, 2010). Teores de cromo elevados também contribuem para

o surgimento da fase σ . O Cr também ajuda a inibir a formação de camadas de óxido resultantes de tratamentos térmicos ou de soldagem (IMOA, 2009).

O níquel é o segundo elemento de maior percentual no AID SAF 2205, apresentando uma quantidade aproximada de 5,5 %. É um importante estabilizador da austenita (γ) de estrutura CFC. O teor de níquel adicionado aos AID é uma função direta do conteúdo de Cr na liga, de maneira a manter as fases em proporções semelhantes. O níquel também melhora a resistência à corrosão nos AID, tomando como referência o cromo a intensidade é inferior (GUNN, 2003).

O molibdenio combinado ao cromo, confere uma boa resistência à corrosão, inclusive em meios contendo cloretos. Quando o percentual de cromo é de pelo menos 18%, a adição do Mo torna a resistência à corrosão até três vezes maior que os casos em que só há Cr na composição do AID (GUNN, 2003; IMOA, 2009). Entretanto, a adição de elementos está condicionada ao efetivo benefício para as propriedades mecânicas e físicas das ligas, inclusive elas o AID (HAN DONG et al, 2010), portanto, a adição de Mo está limitada a 4% para os AID, pois acima desse valor proporciona a formação de copostos prejudiciais, como a fase sigma (σ), durante as operações de processamento destes aços em temperaturas elevadas (GUNN, 2003; INOA, 2009).

O nitrogênio é um elemento químico que apresenta muitos efeitos benéficos nos aços inoxidáveis, tais como: aumento de resistência à corrosão; facilita a precipitação da austenita (γ); aumenta a resistência mecânica; e evita a precipitação de fases nocivas, tais como a fase σ e chi (χ) (GUNN, 2003; INOA, 2009).

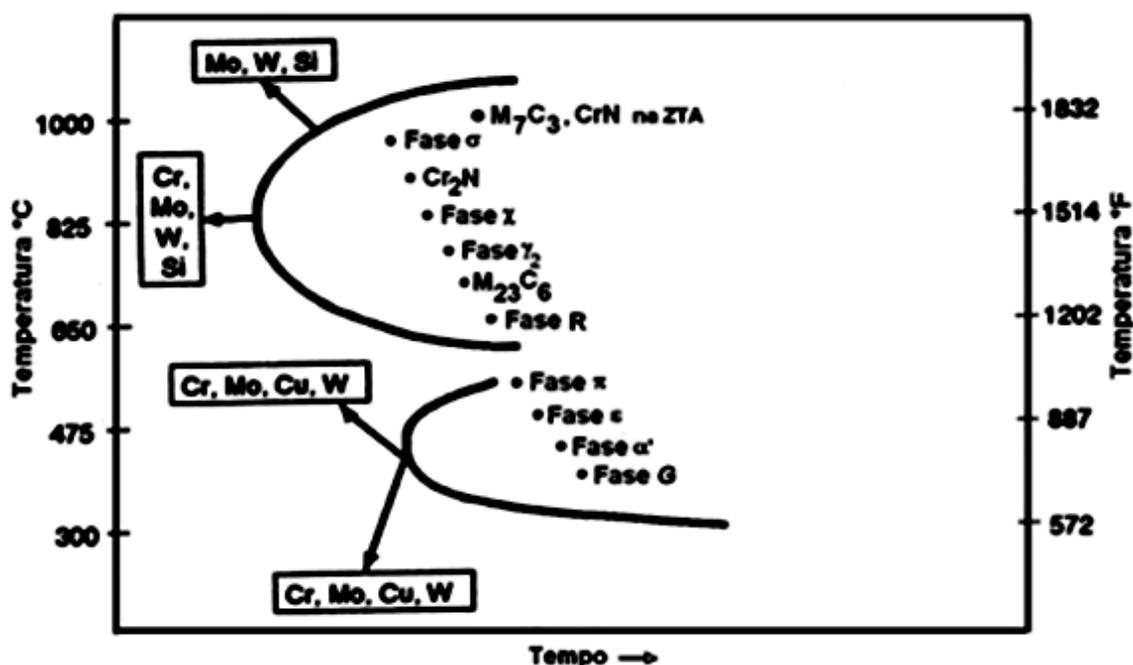
O cobre é adicionado aos AID para melhorar a resistência à corrosão. Em aços duplex com 25% de cromo, por exemplo, adicionando-se 1,5% de cobre, consegue-se um bom resultado quanto à resistência a corrosão. Por outro lado, não se deve exceder o percentual de 2% de cobre, pois haverá uma redução na ductilidade da liga quando trabalhada a temperaturas elevadas.

O Manganês age como estabilizador da austenita e proporciona um aumento na resistência mecânica, à abrasão e ao desgaste, sem perda de ductilidade.

2.3 FASES PRESENTES NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Para apresentação das fases presentes nos AID é comum a utilização das curvas de tempo, temperatura e transformação (curvas TTT). Na figura 2.5 é apresentada uma curva TTT típica, mostrando a faixa de ocorrências de precipitados existentes nos AID. Como consequência dos elementos de liga presentes, muitos precipitados são formados, fragilizando o AID, dentre os quais, destacam-se: α' , chi (χ), nitreto de cromo (Cr_2N) e σ .

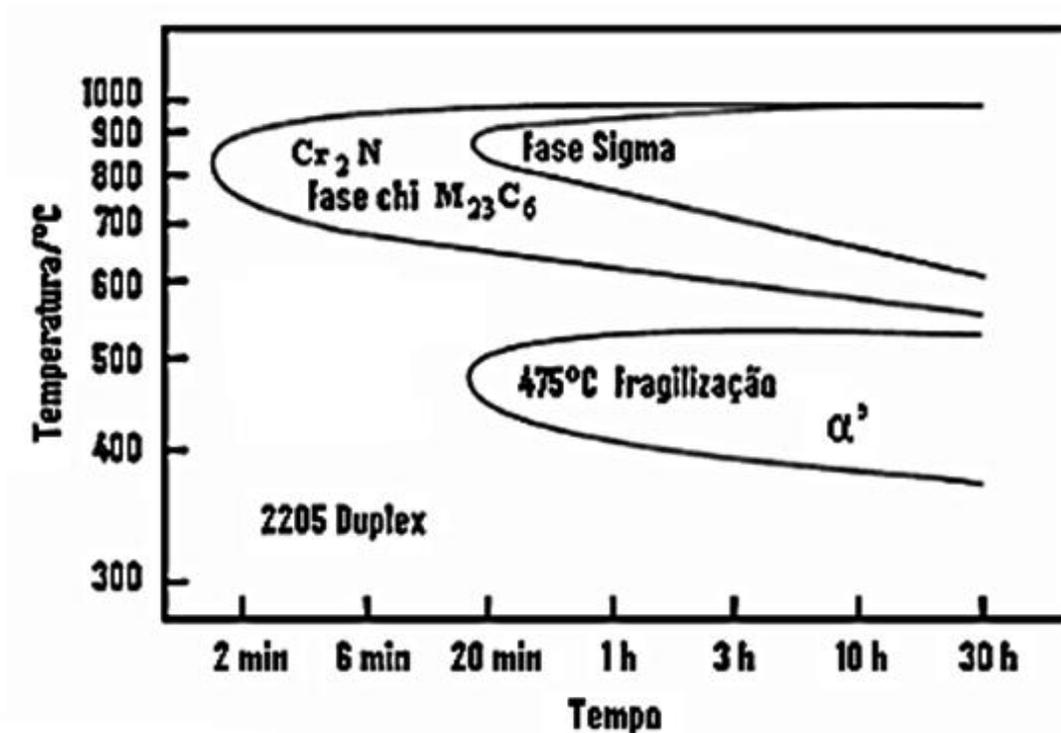
Figura 2.5: Possíveis fases precipitadas em AID (adaptado de COLPAERT, 2008)



A figura 2.5 mostra duas regiões distintas de precipitações de fases: uma abaixo de 500°C onde se tem a formação das fases Pi (π), Epsilon (ϵ), α' e G, e outra acima de 500°C que apresenta a formação das fases R, Mo_{23}C_6 , γ_2 , χ , Cr_2N , σ e N_7C_3 . A região de interesse do presente trabalho é a segunda região, que é descrita a seguir.

Já na figura 2.6 é apresentada a curva TTT específica do aço SAF 2205, mostrando a curva de formação da fase σ para tempo de formação a partir de 20 minutos e com a temperatura variando entre 700°C e 900°C.

Figura 2.6: Possíveis fases precipitadas no AID SAF 2205 (SEDRIKS, 1996)



Segundo SOLOMON e DEVINE (1982) a fase χ apresenta composição $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$. É uma fase indesejável nos AID, pois compromete a sua resistência à corrosão e tenacidade (TAVARES, 2010), sendo bastante dura como a fase σ , precipitando frequentemente juntas, o que dificulta seu estudo separadamente. Estudo realizado por MICHALSKA (2006) e PARDAL et al. (2009) mostram a precipitação das fases χ e σ para um aço SAF 2205 tratado a uma temperatura de 750°C durante 2 horas, conforme apresentado nas figuras 2.7 e 2.8.

Da análise das figuras 2.7 e 2.8, pode-se verificar a coexistência das fases χ e σ em um AID tratado a 750°C. Isso ocorre devido à faixa de temperatura na qual essas fases se formam ser praticamente a mesma (entre 700 e 1000°C para o aço SAF 2205, figura 2.5). A fase χ foi localizada, na maioria dos casos, na região de interface δ e σ . PARDAL et al. (2009) citam essa fase como precursora da fase σ , motivo pelo qual a mesma se localiza preferencialmente nas interfaces δ/σ ou γ/σ , sendo difícil o estudo de suas características e efeitos nas propriedades dos materiais, separadamente.

Figura 2.7: Coexistência das fase χ e σ para uma amostra tratada a 750°C por 2 horas, obtida por MET (MICHALSKA, 2006)

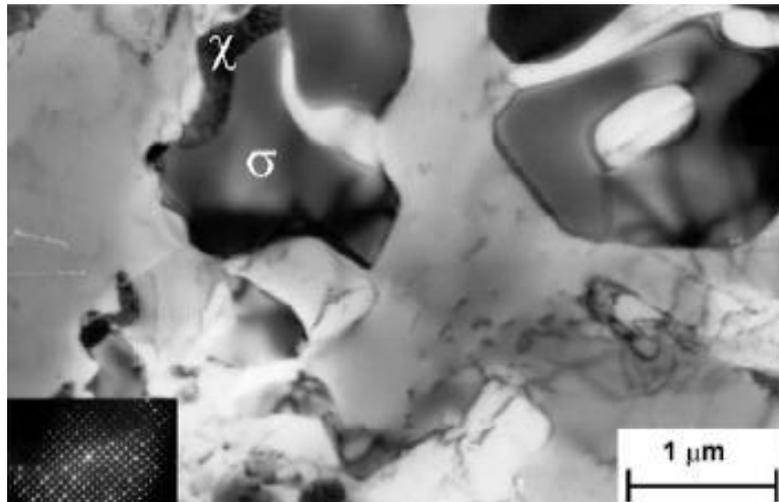
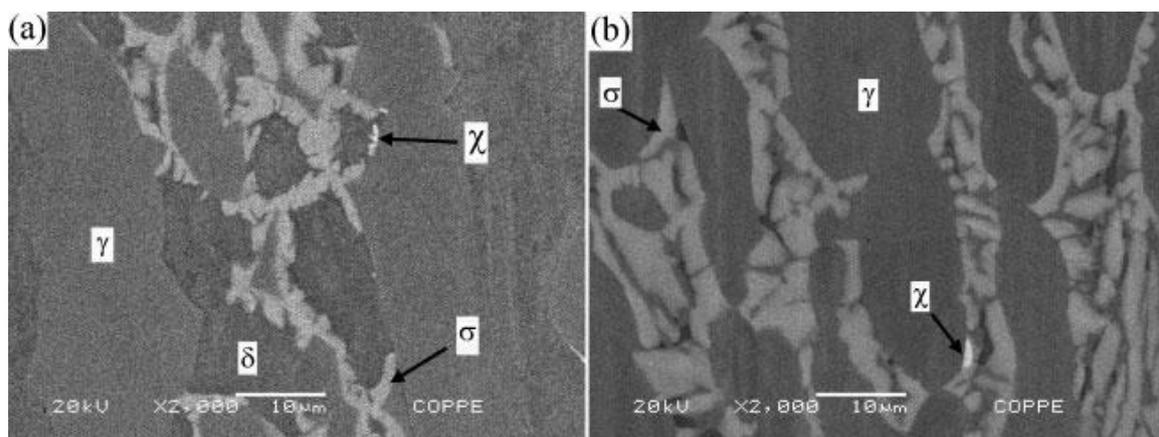


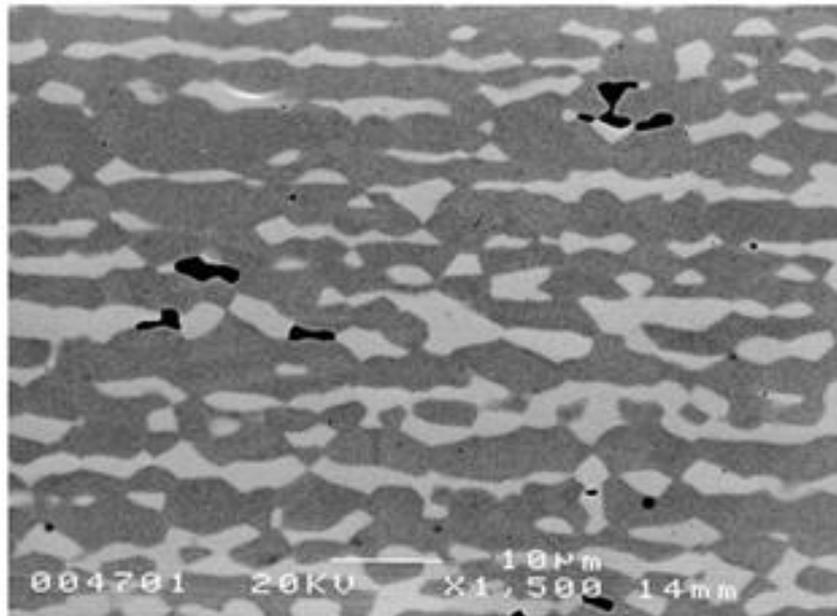
Figura 2.8: Caracterização das fases fragilizantes oriundas de tratamento térmico, mostrando a fase χ (a) resfriamento rápido; (b) resfriamento lento (Pardal, 2009)



O nitreto de cromo (Cr_2N) é uma fase composta de 72% de Cr, 6% de Ni e 15 % de Mo, que se precipita em temperaturas entre 700 e 950°C, durante o resfriamento rápido (Pardal, 2009). Isso ocorre devido à diminuição da solubilidade do nitrogênio na ferrita quando ocorre a diminuição da temperatura (BREWER & CHANG, 1973 apud ROSSITTI, 2000). Na figura 2.9, segundo MAGNABOSCO (2001), após análise com EDS foi determinada uma composição química de 16,6%Fe-76,7%Cr-1,3%Ni- 0,3%Si-2,2%Mo-2,9%V. Apesar do nitreto de cromo aparecer quando há muita ferrita e pouca austenita, MAGNABOSCO (2001) concluiu que os precipitados escuros da figura 2.9 são nitreto de

cromo, justificando que para temperaturas de 850°C e tempos superiores a 100 horas a condição de paraequilíbrio deixa de ser satisfeita, promovendo a precipitação do nitrogênio dissolvido na austenita.

Figura 2.9: Micrografia de amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 850°C por 1008 horas: σ (fase clara); Cr₂N (fase preta); γ (cinza) (MAGNABOSCO, 2001)



Magnabosco (2001) não verificou a presença do precipitado Cr₂N para amostras do AID SAF 2205 envelhecido na temperatura de 850°C para tempos de 30 minutos e 100 horas, só sendo possível detectar sua presença em tempos muito maiores. Tendo concluído que isso se deu devido à necessidade prévia de difusão do vanádio, elemento substitucional à formação desses nitretos, pois o átomo do soluto substitui o átomo do solvente.

Conforme já mencionado a fase σ é uma fase indesejável nos AID por promover fragilidade e comprometer a resistência à corrosão (TAVARES et al., 2000; CHEN et al., 2002; ESCRIBA et al., 2009). Essa fase foi detectada pela primeira vez por *Brain e Griffiths* em 1927, quando estudavam os diagramas ternários Fe-Cr-Ni (RAYNOR e RIVLIN, 1988; TAVARES, 2010).

A precipitação da fase σ pode ocorrer de maneira regular, a partir da matriz ferrítica, nas interfaces ferrita/austenita e em contornos de grão ferrita/ferrita ou ainda por meio da

decomposição eutetóide da ferrita presente, gerando também austenita secundária (γ_2) (MAGNABOSCO, 2012; MAGNABOSCO, 2001; GUNN, 2003).

BRANDI e PADILHA (1990) cita quatro tipos de reações de decomposição da ferrita δ na formação da fase σ nos AID SAF 2205, sendo elas:

1. precipitação contínua ($\delta \rightarrow \sigma + \delta'$);
2. precipitação descontínua ($\delta \rightarrow \sigma + \delta'$);
3. eutetóide lamelar ($\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$);
4. eutetóide divorciado ($\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$).

As reações de decomposição da fase δ em (1) e (2) ocorrem de maneira regular provocando ambas o surgimento de partículas isoladas de fase σ em (3) e (4) por reações eutetoide. Já a reação 3 ocorre por reação eutetóide e forma microestruturas lamelares de fase σ e γ_2 . ROMANA (2009), visando entender a cinética de decomposição da fase δ e a formação da fase σ , realizou o envelhecimento de um AID SAF 2507 nas temperaturas de 700, 750, 800, 850 e 900 °C com tempos que variaram de 30 minutos até 6 horas conforme apresentado na Tabela 2.2.

Pela análise da tabela 2.2 verifica-se que nas temperaturas de 700, 750 e 800°C, envelhecidas por curto tempo, não há precipitação de fase σ . Já para tempos de envelhecimento de 30 minutos a 48 horas, ocorre a precipitação de fase σ de maneira conjunta com a fase γ_2 a partir da fase δ e de maneira isolada a partir da fase γ . Por fim, para altos tempos de envelhecimento, só há precipitação da fase σ a partir da fase γ , e de maneira isolada.

Ainda da análise da tabela 2.2, pode-se verificar que para as temperaturas de 850 e 900°C, mesmo em tempos de envelhecimento baixos, já ocorre precipitação da fase σ , seja isolada ou lamelar. Dessa forma, verifica-se que o tempo de envelhecimento necessário para dar cinética a formação da fase σ foi compensado pelo aumento da temperatura.

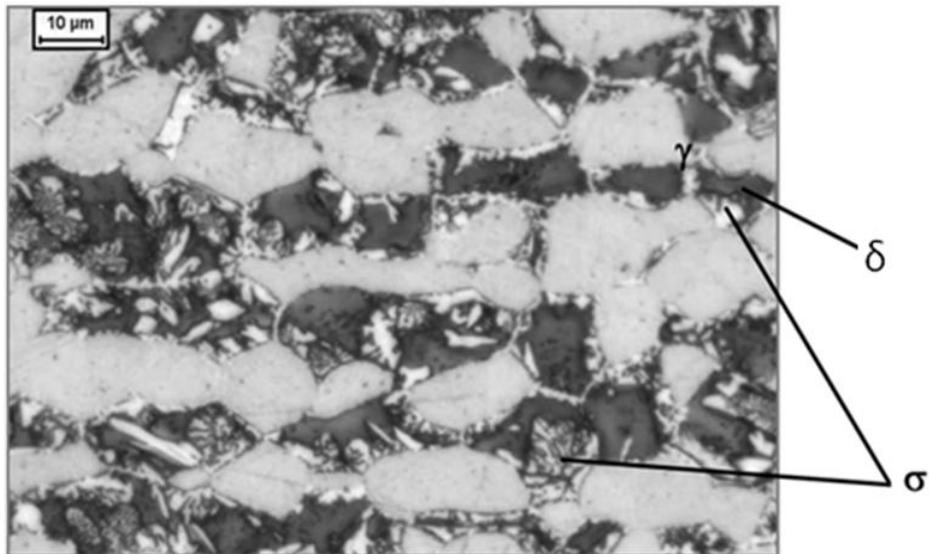
Tabela 2.2: Transformações de fase após envelhecimento de AID SAF 2507 em temperaturas de 700 a 900°C (ROMANA, 2009)

TEMPERATURA	INTERVALO DE ENVELHECIMENTO	MICROCONSTITUINTES	TRANSFORMAÇÕES DE FASE
700°C	até 30 minutos	α, γ, γ_2	$\alpha \rightarrow \gamma_2$
	de 30 minutos a 48 horas	$\alpha, \gamma, \sigma, \alpha_2, \gamma_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$ $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ $\gamma \rightarrow \sigma$
	a partir de 48 horas	γ, σ	$\gamma \rightarrow \sigma$
750°C	até 30 minutos	α, γ, γ_2	$\alpha \rightarrow \gamma_2$
	de 30 minutos a 12 horas	$\alpha, \gamma, \sigma, \alpha_2, \gamma_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$ $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ $\gamma \rightarrow \sigma$
	de 12 a 816 horas	γ, σ	$\gamma \rightarrow \sigma$
800°C	até 30 minutos	α, γ, γ_2	$\alpha \rightarrow \gamma_2$
	de 30 minutos a 1 hora	$\alpha, \gamma, \sigma, \alpha_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$ $\gamma \rightarrow \sigma$
	de 1 a 2 horas	$\alpha, \gamma, \sigma, \gamma_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$
	de 2 a 48 horas	$\alpha, \gamma, \sigma, \alpha_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$ $\gamma \rightarrow \sigma$
850°C	até 30 minutos	$\alpha, \gamma, \alpha_2, \sigma, \gamma_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$ $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ $\gamma \rightarrow \sigma$
	de 30 minutos a 1 hora	$\alpha, \gamma, \sigma, \alpha_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$ $\gamma \rightarrow \sigma$
	de 1 a 2 horas	$\alpha, \gamma, \sigma, \gamma_2$	$\alpha \rightarrow \gamma_2$
	de 2 a 12 horas	$\alpha, \gamma, \sigma, \alpha_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$ $\gamma \rightarrow \sigma$
	a partir de 12 horas	γ, σ	$\gamma \rightarrow \sigma$
900°C	até 30 minutos	$\alpha, \gamma, \sigma, \gamma_2$	$\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$
	de 30 minutos a 6 horas	$\alpha, \gamma, \sigma, \alpha_2$	$\gamma \rightarrow \sigma$ $\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$

Observação, para temperaturas acima de 700°C a ferrita encontrada é a ferrita δ , neste caso a nomenclatura adotada para a tabela 2.2 será ferrita δ .

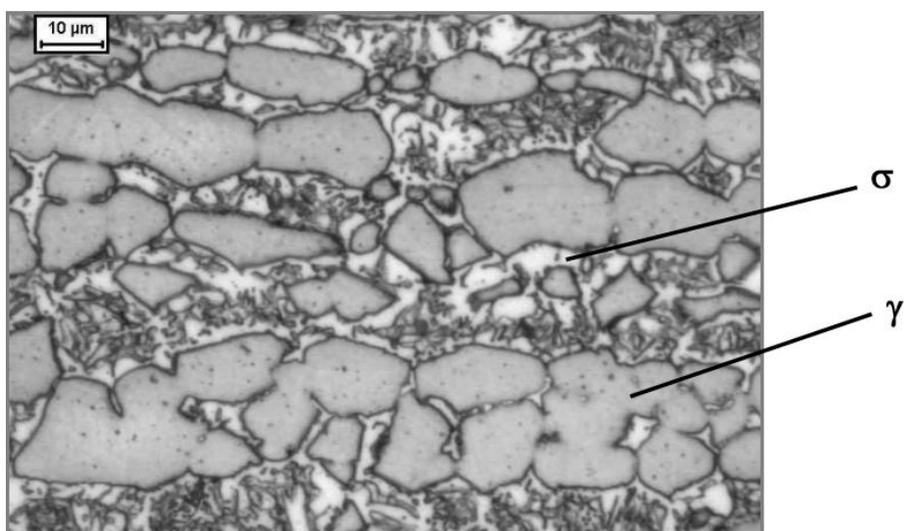
ROMANA (2009) realizou envelhecimento em aço AID SAF2507 à temperatura de 800°C por 1 hora, tendo verificado a formação de fase σ , como pode ser visto na figura 2.10, onde ocorreu a formação de fase σ , indicando precipitação descontínua $\delta \rightarrow \sigma + \delta'$ gerando fase σ isolada ou eutetóide $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ gerando fases σ e γ_2 lamelares.

Figura 2.10: Micrografia de amostra de AID SAF 2207 envelhecida a 800°C por 1 hora destacando-se as fases σ , δ e γ . (ROMANA, 2009)



Mantendo-se a temperatura em 800°C e aumentando o tempo de envelhecimento para 12 horas, há um aumento significativo de fase σ no aço. A nova microestrutura é apresentada na figura 2.11.

Figura 2.11: Micrografia de amostra de AID SAF 2207 envelhecida a 800°C por 12 horas destacando-se as fases σ e γ . (ROMANA, 2009)



Da análise da figura 2.11 pode-se ver que não há mais fase δ presente, o que indica que a fase σ , mais maciça, com provável crescimento, nucleando a partir das lamelas apresentado no aço tratado a 800°C envelhecido por 1 hora. Dessa forma, toda a fase σ crescerá a partir da reação da fase γ , afirma ROMANA (2009).

2.4 DETECÇÃO DA FASE σ EM AID

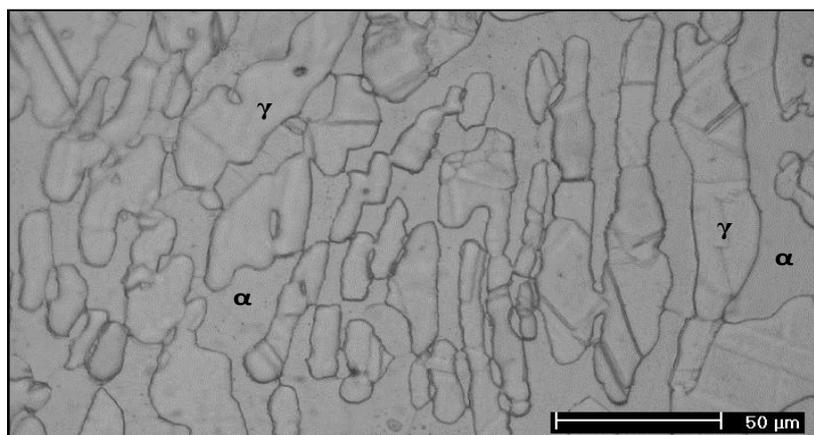
A verificação da fase σ pode ser realizada por meio de métodos destrutivos e não destrutivos. Os métodos destrutivos mais conhecidos são a microscopia ótica (MO), eletrônica de varredura (MEV) e eletrônica de transmissão (MET), por difração de raios X, além dos ensaios de impacto e dureza verificando possíveis alterações na microestrutura, relacionada a possíveis formação da fase sigma. Já dentre os não destrutivos, destacam-se o ultrassom, ruído Barkhausen e correntes parasitas.

2.4.1 Métodos destrutivos para detecção da fase σ

2.4.1.1 Microscopia

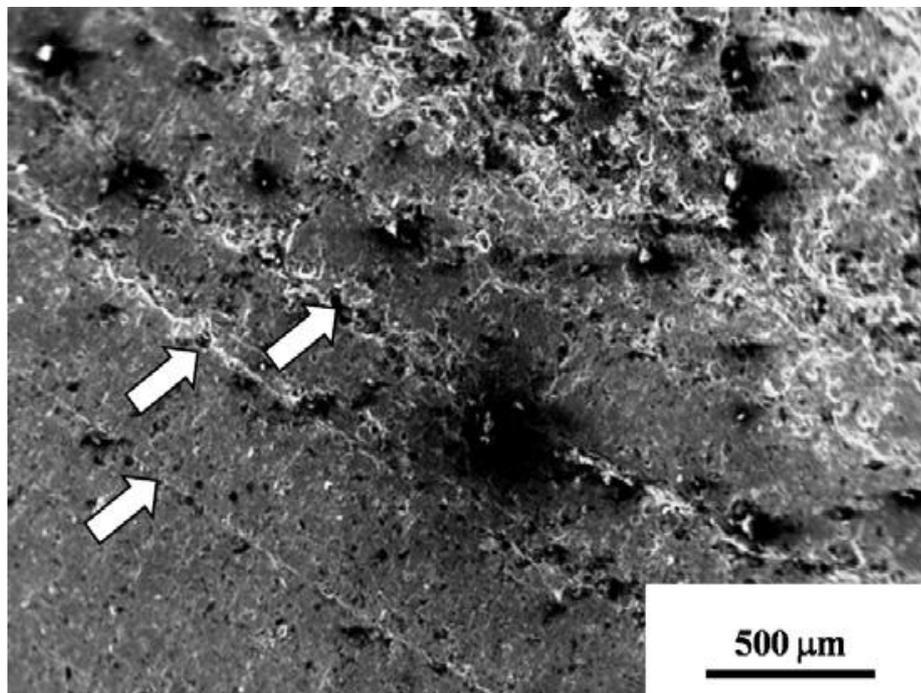
WENG *et al.* (2004) realizou estudos em amostras de AID SAF 2205 utilizando MO e verificou que a microestrutura desse aço consiste de ilhas de austenita (γ), incorporada em uma matriz ferrítica (α), para uma amostra de material sem envelhecimento, não contatando a presença de precipitados como a fase σ , como pode-se observar na figura 2.12.

Figura 2.12: MO de AID SAF 2205, com aumento de 1000x (SILVA *et al.*, 2009)



ROYCHOWDHURY et al (2012) utilizaram imagens de MEV para analisar fraturas ocorridas em um aço inoxidável austenítico de um condensador nuclear submetido a processo de soldagem.

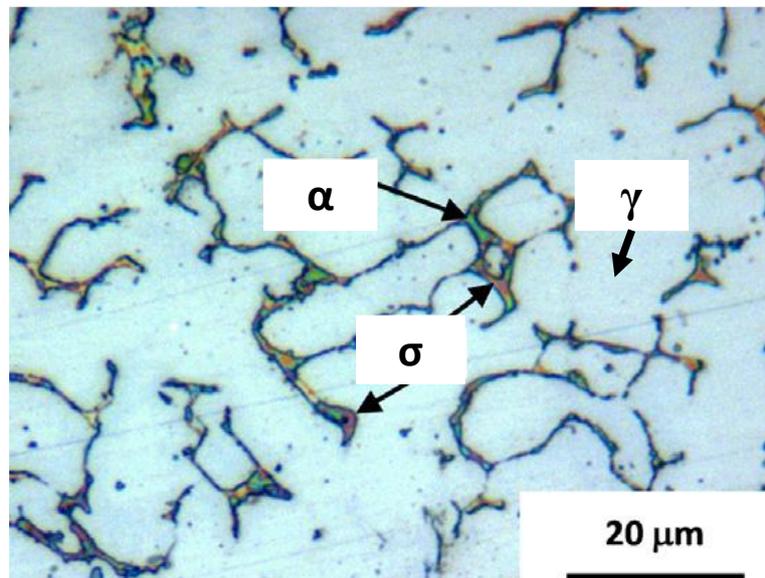
Figura 2.13: MEV de AIA submetido à soldagem (ROYCHOWDHURY et al., 2012)



Na análise da figura 2.13 observa-se a imagem da fratura e pode-se confirmar a presença de fraturas de condição frágil das fissuras e a presença de estrias, provavelmente relacionada com a presença da fase sigma precipitada após a soldagem, tornando a amostra frágil. (ROYCHOWDHURY et al., 2012)

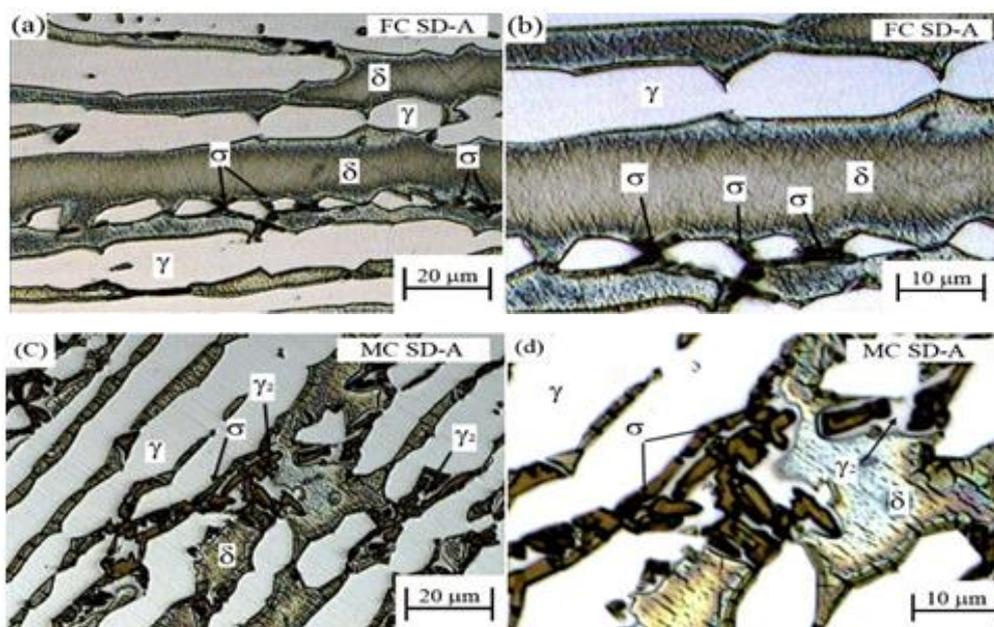
As análises mostraram que a soldagem levou a um aumento da fase ferrítica em proporção não convencional, já que se trata de um aço austenítico. Como já é do conhecimento que a fase ferrítica potencializa a formação da fase σ na presença de cromo, houve a precipitação dessa fase, comprometendo a ductilidade do material, conforme figura 2.14.

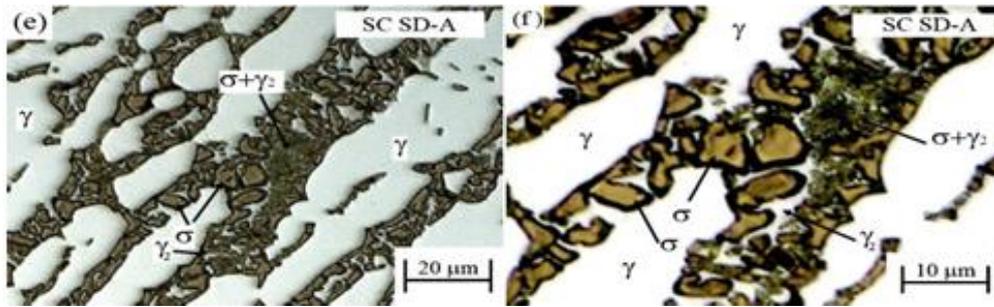
Figura 2.14: MEV de AIA submetido à soldagem, fase σ , fase α e fase γ (ROYCHOWDHURY et al., 2012)



PARDAL et al. (2012) também utilizaram MO na análise da precipitação da fases σ em AISD envelhecido a uma temperatura de 1100°C por 40 minutos, seguido de várias velocidades de resfriamento, conforme apresentado na figura 2.15.

Figura 2.15: MO de AISD envelhecido em temperatura de 1100°C por 40 minutos: (a) e (b) resfriamento rápido (FC); (c) e (d) moderado (MC); (e) e (f) resfriamento lento (SC) (PARDAL et al, 2010)





TAVARES (2010), utilizando microscopia, identificou diferentes quantidades de fase σ precipitadas por tratamentos térmicos em um aço inoxidável UNS S31803. As amostras foram atacadas com solução eletrolítica de 10% de KOH utilizando uma tensão de 3V durante 15 segundos, oxidando a fase σ e facilitando a sua visualização. Algumas amostras foram laminadas a frio, a fim de avaliar o efeito da deformação sobre as medições das propriedades magnéticas. A quantidade de fase σ foi determinada precisamente pela análise da imagem microscópica para cada uma das condições de tratamento térmico. As micrografias são apresentadas na figura 2.16 (a) até 2.16 (d), e os valores percentuais de fase σ na tabela 2.3.

Figura 2.16: MO de AID envelhecido em temperaturas de 800 e de 1050°C: (a) 850°C e 10 minutos; (b) 850°C e 15 minutos resfriamento; (c) 850°C e 30 minutos e (d) 1050 °C resfriado no forno (TAVARES et al, 2010)

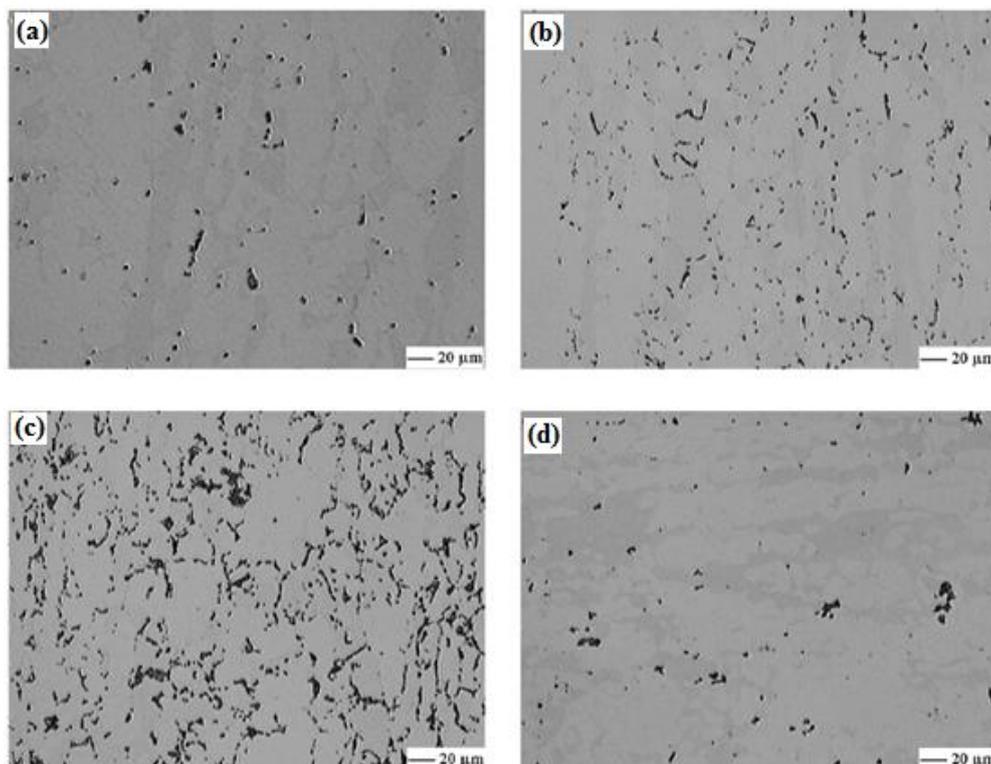


Tabela 2.3: Percentual de fase σ obtidos por análise de imagem para AID UNS S31803 tratado nas temperaturas de 800°C e 1050°C (TAVARES, 2010)

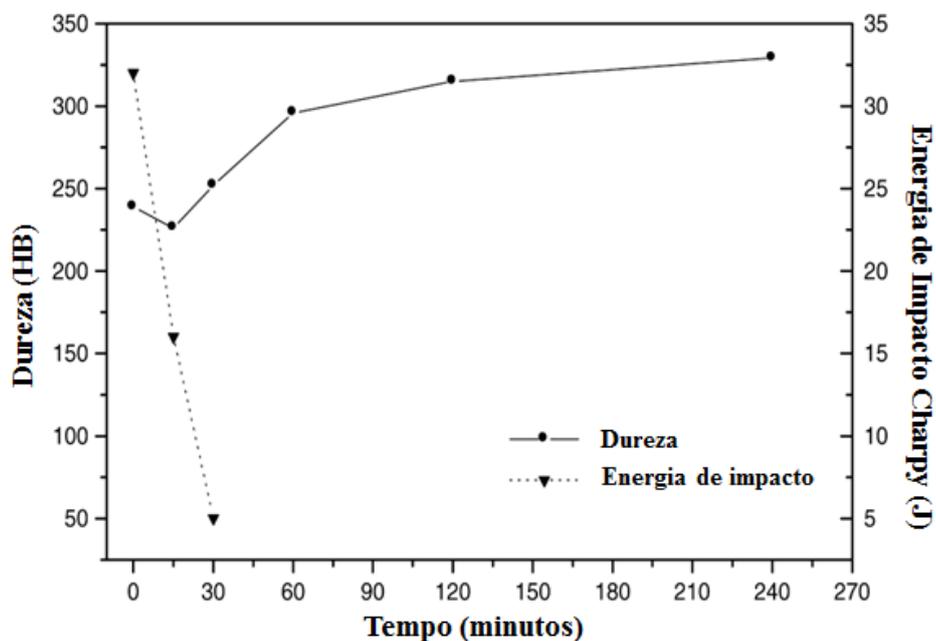
Amostras deformadas	
ST – Solubilizada	0
ST-800-5	0.2 ± 0.1
ST-800-10	1.3 ± 0.3
ST-800-15	2.6 ± 0.4
ST-800-20	4.8 ± 0.9
ST-800-30	10.9 ± 1.6
ST-1050-F	2.8 ± 0.5

A Tabela 2.3 foi composta usando os dados das microscopias ópticas de AID envelhecido em diferentes temperaturas, usando para sua quantificação a análise de imagem, expresso em percentuais volumétricos.

2.4.1.2 Ensaio de impacto e dureza

Por ser uma fase extremamente dura, com dureza variando entre 900 e 1000 HV, o efeito da fase σ nas propriedades mecânicas de resistência ao impacto e tenacidade têm sido avaliado por ensaios de impacto e dureza, para verificar o quanto essas propriedades são prejudicadas com a sua presença. TAVARES et al. (2010) utilizou esses ensaios para verificar a relação entre a tenacidade e o percentual de fase σ encontrada em amostras de AID SAF 2205 e comprovar a característica fragilizante dessa fase. As amostras foram submetidas a um tratamento de envelhecimento em uma temperatura de 800 °C por diferentes tempos. Os resultados são apresentados na figura 2.17.

Figura 2.17: Medidas de dureza e de tenacidade em um AID UNS-S31803, submetido a temperatura de 800 °C por diferentes tempos (adaptado de TAVARES *et al.*, 2000)

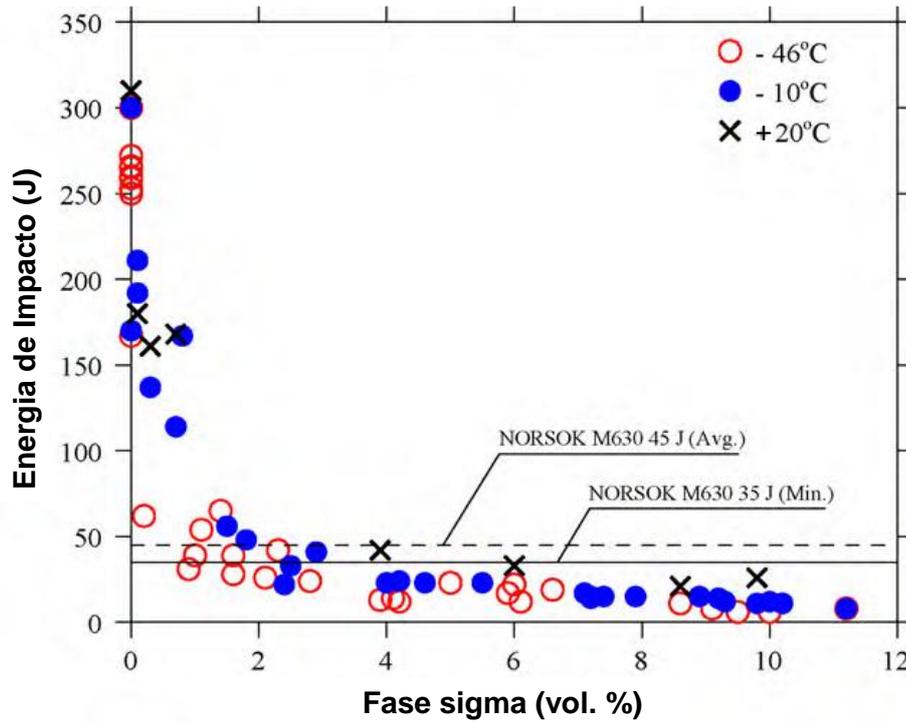


Da análise da figura 2.17 pode-se verificar que para tempos inferiores a 30 minutos não há variação significativa na dureza do aço, o que pode indicar a baixa ou nenhuma precipitação de fase σ nestas condições de tratamento. Isso estaria em consonância com os resultados apresentados por ROMANA (2009) para o aço SAF 2507 tratado em mesma temperatura e tempo (Tabela 2.2), onde não houve para algumas faixas de temperatura precipitação de fase σ abaixo de 30 minutos. Porém a energia ao impacto é significativamente reduzida para o tempo de envelhecimento ainda muito baixo, o que indica a presença de fase σ , ainda que em pequeno percentual.

BORVIK (2010), analisando um AID SAF 2205 tratado termicamente, com percentuais diferentes de fase σ , verificou uma queda significativa de sua energia ao impacto para percentuais ainda muito pequenos dessa fase, conforme apresentado na figura 2.18. De sua análise pode-se ver que percentuais menores que 1% de fase σ reduzem drasticamente a energia ao impacto, evidenciando sua capacidade de fragilização. Esse efeito foi constatado para temperaturas de -46°C, -10°C e 20°C, de onde conclui-se que a variação de temperatura de ensaio neste intervalo influencia significativamente os valores de energia ao impacto. Observa-se no gráfico que para temperatura de 20°C o qual percentuais de fase σ até 4%, apresenta-se no limite da linha de Norsok, onde para temperaturas de -46°C e -10°C

esse limite é atingido para valores de fase sigma inferiores, comprovando que tanto a influência da fase σ quanto a faixa de temperatura influencia na diminuição da energia ao impacto.

Figura 2.18: Energia ao impacto em aços AID SAF 2205 com diferentes % de fase σ (BORVIK, 2010)



2.4.2 Métodos não destrutivos para detecção da fase σ

Vários métodos não destrutivos podem ser utilizados para analisar a integridade de materiais ferrosos. Dentre estes é possível citar ultrassom, correntes parasitas, efeito backhausen, radiografia industrial, infravermelho, exames termográficos, entre outras (ABENDI, 2012).

Entre as técnicas citadas anteriormente poucas são capazes de determinar as variações microestruturais que ocorrem em alguns materiais, as quais podem afetar a qualidade e confiabilidade de máquinas, equipamentos e peças que exigem grande responsabilidade.

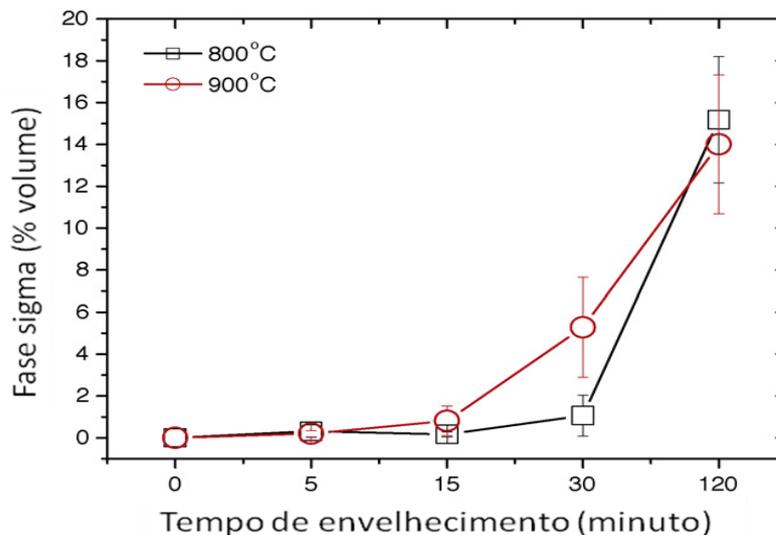
Esses métodos de inspeção de materiais que preservam suas características originais são conhecidos como Ensaios Não Destrutivos (END), pois não provocam danos aos materiais testados e podem diminuir os custos de manutenção industrial (BRAY, 2000).

2.4.2.1 Técnica de Ultrassom

A técnica de ultrassom consiste na aplicação e captação de ondas acústicas ultrassônicas no material (0,5 a 25 Mhz). As ondas refletidas sofrem alterações devido mudanças na microestrutura, trincas ou quaisquer outras descontinuidades. Trata-se de uma técnica bastante utilizada na análise de soldas, processos de conformação, medições de espessura e grau de corrosão, e atualmente, na análise da precipitação de fases desejáveis e indesejáveis em diversos materiais de uso metalúrgico.

NORMANDO *et al.* (2010) estudaram o efeito da precipitação de fase σ em um AID UNS-S31803 submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 800 e 900°C com diferentes tempos de envelhecimento. O percentual de fase σ precipitado com o tempo de envelhecimento é apresentado na figura 2.19 e variação de velocidade sônica na figura 2.20.

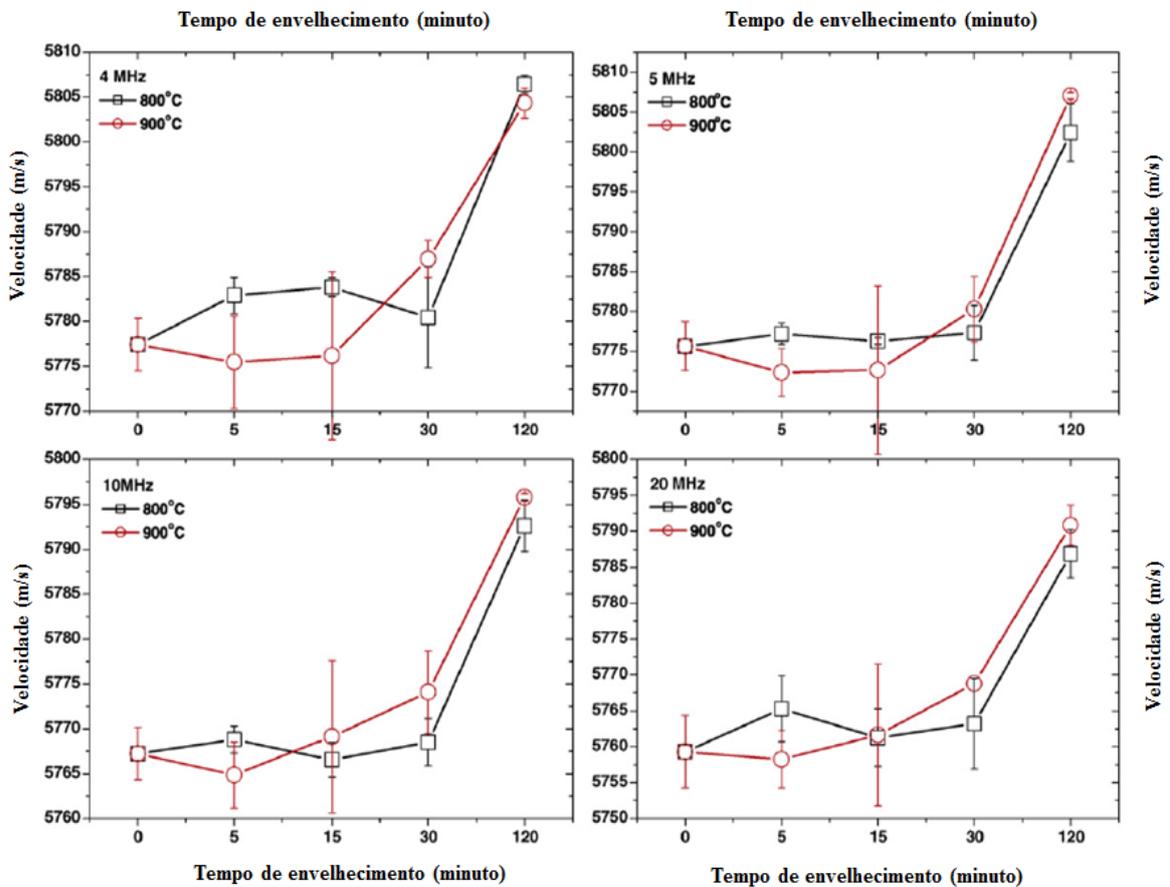
Figura 2.19: Percentual de precipitação de fase σ em um AID UNS S31803 envelhecido a 800 e 900°C por diferentes tempos (adaptado de NORMANDO *et al.*, 2010)



Da análise da figura 2.19 constata-se ver que os tratamentos térmicos de envelhecimento acarretaram na precipitação de fase σ . Para tempos de envelhecimento

baixos, até 15 minutos, o percentual precipitado foi aproximadamente igual nas temperaturas de 800 e 900°C, havendo uma tendência, a partir deste tempo, de maior precipitação dessa fase. O efeito dessa precipitação foi estudado através da variação da velocidade ultrassônica para frequências de 4, 5, 10 e 20 MHz (figura 2.20), tendo-se visto que para tempos de envelhecimento pequenos de até 15 minutos, onde a precipitação de fase σ foi igualmente pequena, em torno de 1,5%, não houve variação significativa na velocidade ultrassônica. Porém, para tempos maiores, a partir de 15 minutos, houve uma variação significativa mostrando uma tendencia de crescimento da curva de velocidade ultassônica a medida que o material se tornou mais frágil, mostrando a eficácia de utilização desta técnica, principalmente para altos tempos de envelhecimento.

Figura 2.20: Velocidade ultrassônica para envelhecimento de AID UNS S31803 envelhecido a 800 e 900°C (adaptado de NORMANDO *et al.*, 2010)



2.4.2.2 *Ruído Barkhausen*

O ensaio não destrutivo de ruído Barkhausen se baseia na capacidade de interação que ocorrem entre os domínios magnéticos e as microestruturas ou heterogeneidades estruturais existentes durante a magnetização de um material ferromagnético. Esse efeito é associado a mudança de magnetização em um ciclo de histerese, tendo sua origem associado as reordenações dos domínios magnéticos quando se movem ou rotacionam.

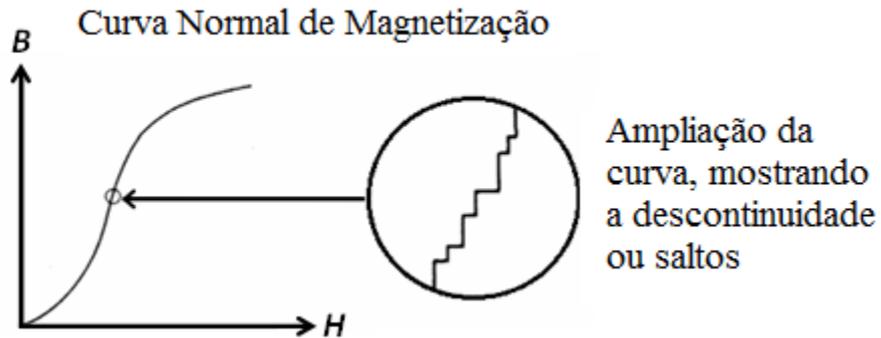
Os efeitos magnéticos em materiais ferromagnéticos se dão em virtude das propriedades magnéticas dos materiais a nível atômico, ou seja, do momento magnético resultante dos movimentos de spin dos elétrons. Portanto, o momento magnético resultante de cada átomo inclui a soma do momento magnético de seus elétrons, incluindo os seus spins. Assim, cada átomo se comporta como pequenos ímãs compostos de polo norte e sul. Esses momentos de dipolos magnéticos estão perfeitamente alinhados em uma mesma direção em pequenos volumes, que se denominam de domínios (CALLISTER, 2009).

O efeito Barkhausen pode ser atribuído a saltos das paredes dos domínios de Weiss Jiles (1988) identificaram pelo menos cinco razões para ocorrência do ruído Barkhausen: movimento descontínuo da parede do domínio; rotação descontínua dentro do domínio; aparecimento e desaparecimento das agulhas de Neel; inversão de magnetização em partículas monodomínio e deslocamento de Bloch ou Neel em duas linhas de 180° com paredes opostas.

Essa movimentação das paredes de domínio magnético não ocorre de maneira linear como se pensa, e sim aos saltos, fenômeno esse que pode ser observado ampliando-se a curva de magnetização, conforme pode ser visto na figura 2.20. Esses saltos são conhecidos na literatura como ruído Barkhausen.

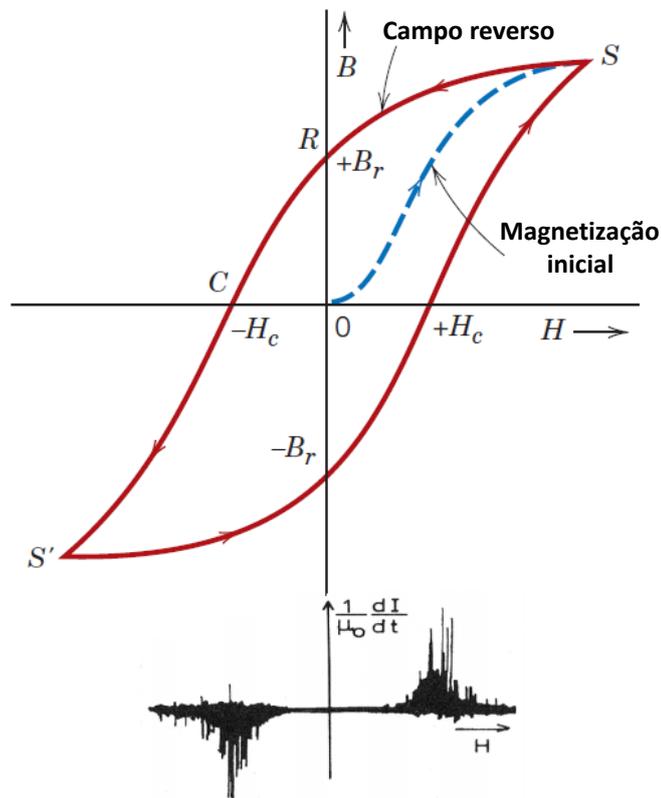
O ruído Barkhausen pode ser utilizado para analisar: variações na dureza, alteração microestrutural, controle de qualidade em tratamentos de superfícies, em processos de usinagem e conformação mecânica, textura e anisotropia e vida residual de fadiga (CAVALCANTE, 2013).

Figura 2.21: Ruído Barkhausen (Adaptada de JILES, 1998)



As descontinuidades mostradas na figura 2.21 representam a movimentação dos domínios magnéticos pelas barreiras microestruturais promovendo mudanças repentinas do fluxo magnético, podendo ser detectado um ruído por meio de um sensor. As linhas horizontais nos saltos, representam o tempo de espera antes da movimentação do domínio, enquanto as linhas verticais vistas na ampliação representa o movimento de um conjunto de paredes de domínio, (AMARAL, 2010).

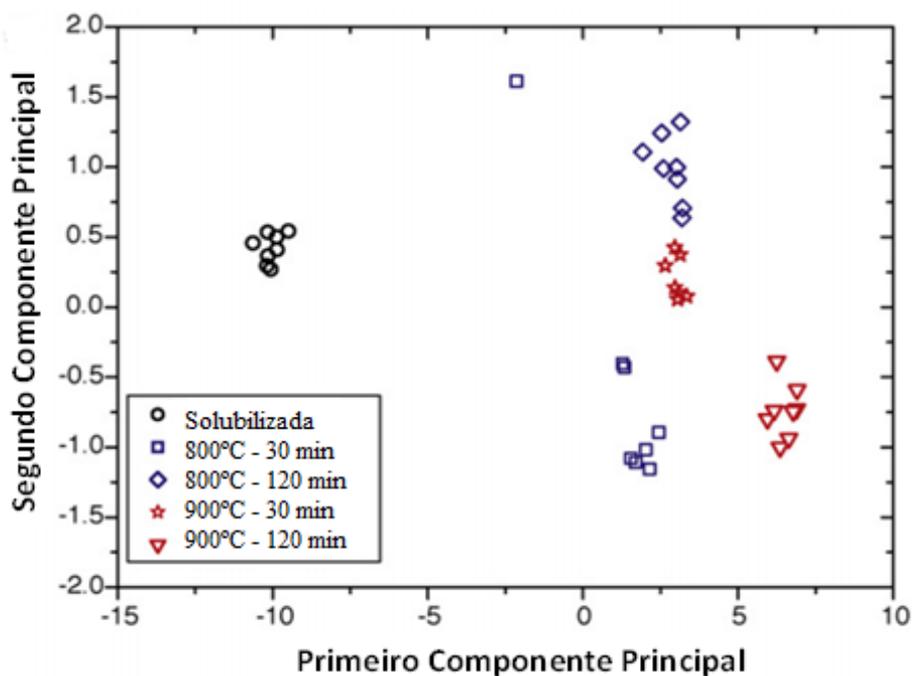
Figura 2.22: Curva de histerese (acima) e correspondente ruído Barkhausen (abaixo). (Adaptada do CALLISTER, 2009 e WIEGMAN, 1979 apud AMARAL, 2010).



Observando a figura 2.22 percebe-se que o máximo ruído Barkhausen ocorre próximo ao campo coercivo $+H_c$ e $-H_c$ exatamente quando a densidade de fluxo no material é zero, Costa (2009).

NORMANDO *et al.* (2010), usando a técnica de ruído Barkhausen e tratando os dados através da técnica matemática de análise de componente principal (PCA), foi capaz de distinguir amostras de materiais tratados termicamente e consequentemente com diferentes percentuais de fase σ , conforme indica a figura 2.23. Verifica-se a partir da análise da figura 2.23 que amostras de materiais com o mesmo percentual de fase σ , ou seja, que receberam o mesmo tratamento térmico, tendem a se localizar em uma mesma região do gráfico, de forma que, é possível, dividindo o mesmo em quadrantes, identificar o percentual dessa fase presente.

Figura 2.23: PCA de ruído Barkhausen para amostras de AID UNS S31803 tratadas termicamente (adaptado de NORMANDO *et al.*, 2010)



Capó-Sánchez *et al.* (2007) usaram o ruído Barkhausen para determinar a localização da deformação plástica homogênea, para um aço ANSI 1050, ao longo da orientação no sentido transversal a laminação. O efeito Barkhausen mostrou a formação de bandas de Luders assim como os deslocamentos na zona de deformação do material.

Martínez-Ortiz et al. (2015) desenvolveram um método para a determinação do eixo magnético da anisotropia magnética em aços API-5L. O método baseia-se no fato em que a dependência angular da energia correspondente para o pico principal do sinal do ruído magnético Barkhausen apresenta anisotropia uniaxial com o seu eixo paralelo a direção de rolamento.

AMARI et al. (2014) descrevem o comportamento micromagnético de amostras de aço não deformadas e pré-deformadas plasticamente sob tensão aplicada através de diferentes métodos não destrutivos magnéticos, como análise magnética do ruído Barkhausen e medições de histerese. Verificou-se que a amplitude máxima de ruído Barkhausen aumenta com a tensão aplicada, até um certo ponto e, em seguida, diminui.

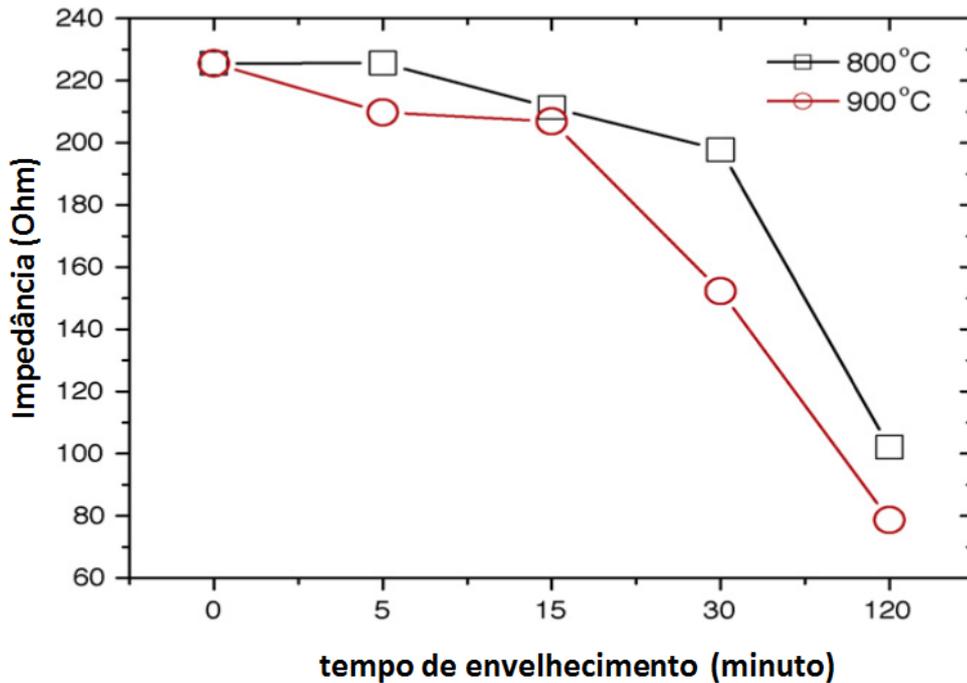
2.4.2.3 *Correntes parasitas*

O ensaio não destrutivo denominado de correntes parasitas (corrente de Foucault), tem como princípio básico a indução magnética. É bastante aplicado para verificação de descontinuidades, na verificação da espessura de camadas, condutibilidade elétrica e permeabilidade magnética (PEREIRA, 2007),

A técnica de ensaio por correntes parasitas consiste na criação e aplicação de um campo magnético gerado por uma bobina alimentada por uma fonte elétrica alternada. Essa bobina, quando aproximada de uma amostra de material ferromagnético qualquer, gera nesta uma corrente elétrica chamada parasita. Essa corrente sofre perturbações quando encontra alguma descontinuidade no material, seja uma trinca, uma porosidade, uma deformação ou uma mudança microestrutural, criando uma interferência no fluxo magnético gerado, e por conseguinte, na impedância da bobina. Essa impedância é medida e seus valores são comparados para as diferentes situações estudadas.

NORMANDO et al (2010), acreditando ser este método sensível a mudanças nas propriedades eletromagnéticas dos materiais, na composição química, dureza, nível de conformação mecânica, dentre outros, utilizou essa técnica para detecção de fase σ em AID envelhecido termicamente nas temperaturas de 800 e 900°C, tendo detectado que com o aumento do tempo de envelhecimento, há uma tendência a redução da impedância do material (figura 2.24) .

Figura 2.24: Comportamento da impedância em amostras de AID UNS S31803 tratadas termicamente (adaptado de NORMANDO *et al.*, 2010)



Da análise da figura 2.24 vê-se que a redução da impedância da bobina é maior a partir do tempo de envelhecimento de 15 minutos, onde ocorre um acréscimo significativo do percentual de fase σ nas amostras (figura 2.18). A queda discreta da impedância de 0 a 15 minutos pode ter se dado em virtude da formação de fase γ_2 (NORMANDO *et al.*, 2010).

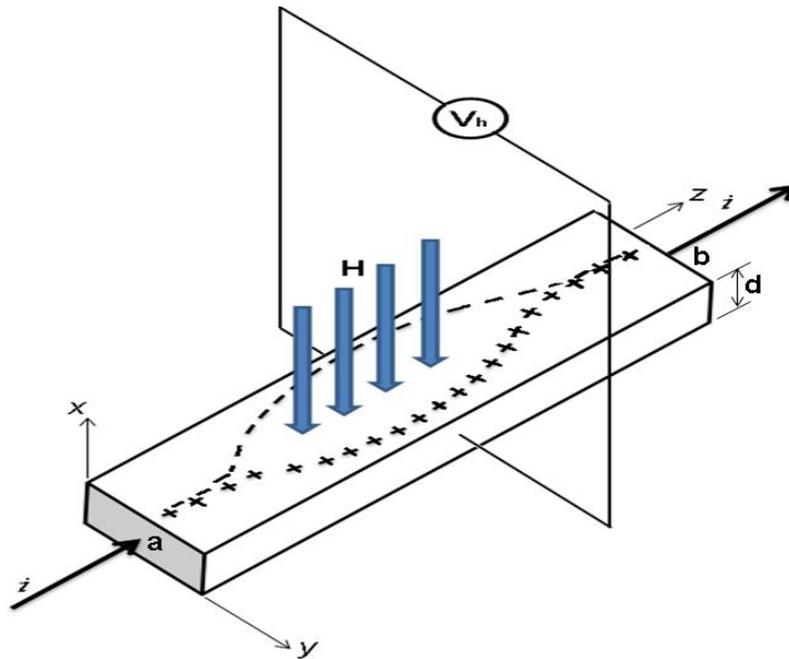
2.5 EFEITO HALL

Edwin Herbert Hall em 1897 durante experiências feitas para se medir diretamente o sinal dos portadores de carga em um condutor, percebeu o surgimento de uma alteração no movimento das cargas elétricas presente no condutor. O fenômeno observado é resultado da aplicação do campo magnético perpendicular à direção do movimento das cargas elétricas exercendo uma força perpendicular tanto na direção do campo magnético quanto na direção do movimento da partícula (CALLISTER, 2009).

Edwin Hall tentou verificar a teoria de fluxo de elétrons proposta por Kelvin e observou que ao aplicar um campo magnético perpendicular a uma placa metálica, submetida a uma tensão qualquer, quando ao aproximar um fluxo magnético perpendicular ao fluxo de corrente, ocorre o surgimento de uma diferença de potencial no lado oposto,

resultante do acúmulo de cargas elétricas negativa e positiva nas extremidades opostas. Na figura 2.25 é possível visualizar uma representação da experiência de Hall.

Figura 2.25: Esquema da experiência de efeito Hall (Fonte: próprio autor)



Supondo uma placa metálica como a apresentada na figura 2.25, quando submetida a uma tensão V_{ab} , cria-se um fluxo de corrente i na mesma direção z ao longo de toda placa. Quando um campo magnético (H) perpendicular à direção da corrente elétrica é imposto na direção negativa de x , a força criada fará com que o movimento dos elétrons seja desviado. Com o tempo, cargas negativas acumulam-se em uma das faces laterais e cargas positivas na outra, neste caso as cargas negativas no sentido negativo de y . Esse fenômeno faz com que uma diferença de potencial ocorra na direção y , denominado de tensão Hall (V_h). A magnitude de V_h será proporcional a corrente (i) e a indução magnética (H). A magnitude desta tensão é dada por:

$$V_h = \frac{(R_h \cdot i \cdot H)}{d} \quad (2.5)$$

onde:

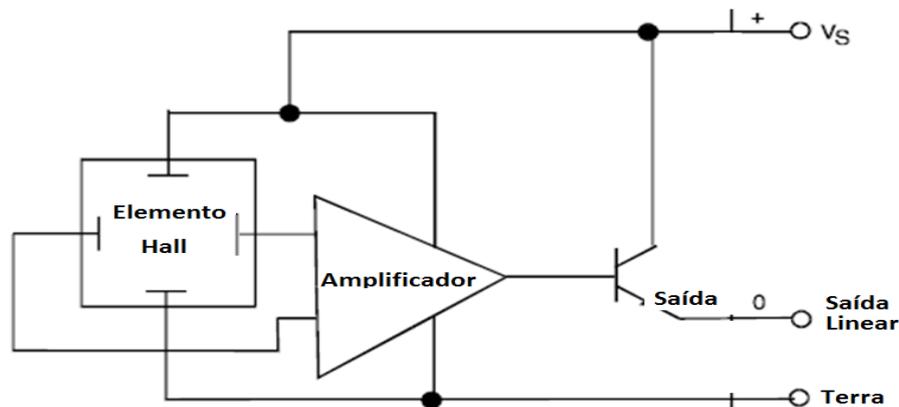
V_h = Tensão Hall;
 R_h = Constante Hall do material;
 i = corrente elétrica;
 H = campo magnético;
 d = espessura da placa.

O excesso de cargas positivas e negativas funciona como um capacitor de placas paralelas, com um campo elétrico conhecido como campo Hall ou tensão Hall.

O efeito Hall ocorre em qualquer material que conduz uma corrente elétrica e está na presença de um campo magnético transversal (Cullity, 1972).

O desvio das cargas negativas ocorrem devido a força magnética de Lorentz, que tende a se contrapor ao campo elétrico de Hall, tendo ambos a mesma intensidade (CARUSO et al, 2014). Na figura 2.26 é possível visualizar uma configuração típica do sensor Hall.

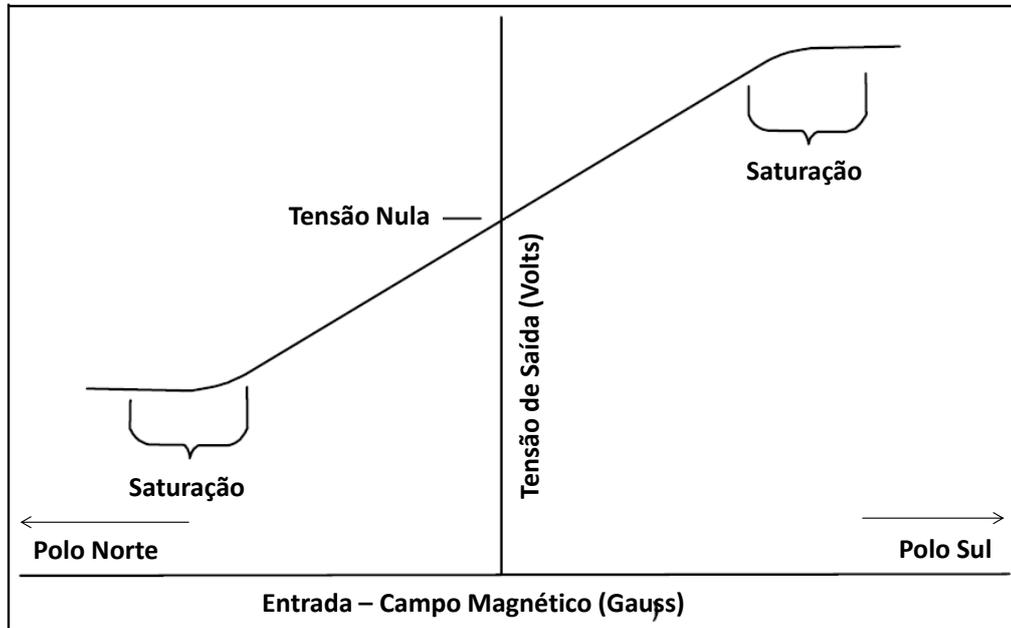
Figura 2.26: Configuração típica dos sensores Hall convencionais (HallBook Honeywell)



Porém, além do elemento Hall, há no sensor um circuito eletrônico formado por um filtro e um amplificador que tem por finalidade melhorar a qualidade do sinal de saída. Um esquema típico desses sensores é apresentado na figura 2.26.

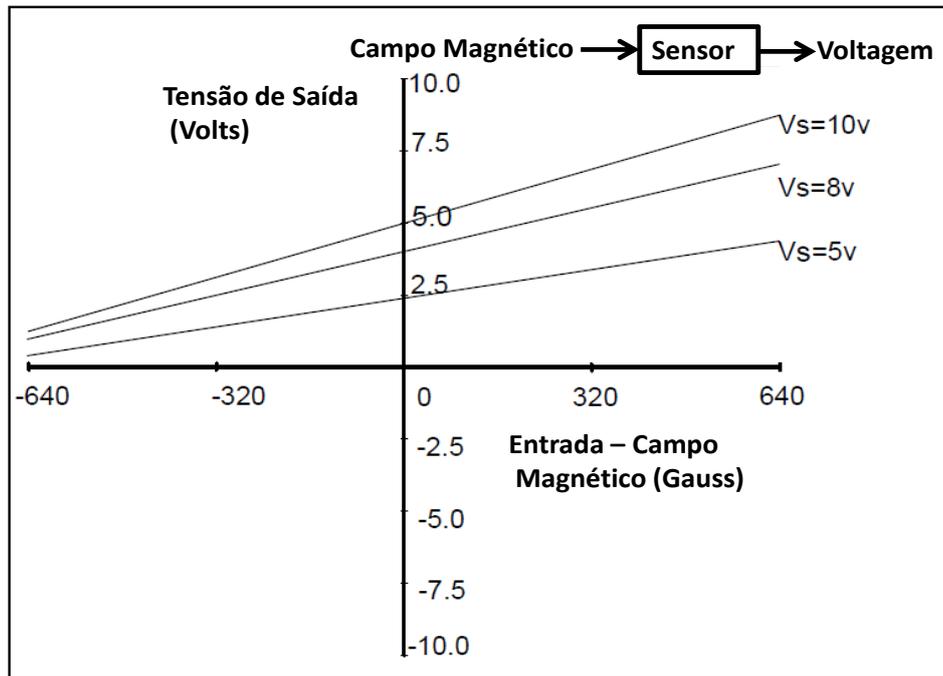
Sensores com a configuração apresentada na figura 2.26 apresentam um sinal de saída analógico, que varia linearmente com o aumento da corrente (i) ou com o campo aplicado (H), respeitando a equação 2.5. Porém, é comum se encontrar no mercado sensores Hall com saídas chaveadas (on/off), ou seja, sensores com saídas binárias. As curvas típicas de tensão de saída dos sensores do tipo analógico (figura 2.26) são apresentados nas figuras 2.27 e 2.28.

Figura 2.27: Curvas típicas dos sensores Hall analógicos convencionais (Fonte: Honeywell, 2004)



Pela análise da figura 2.27 pode-se ver que a tensão de saída destes sensores é linear até a sua saturação. Essa saturação ocorre quando é atingida a tensão de alimentação do sensor V_s , pois a saída do amplificador não pode exceder o limites impostos pela fonte de alimentação. Na verdade, o amplificador começará a saturar antes que os limites de fornecimento de tensão sejam alcançadas. De acordo com Honeywell, (2004) é importante notar que esta saturação ocorre no amplificador e não no elemento Hall. Desta forma, uma grande intensidade de campo magnético não danificará o sensor Hall, e como foi mostrado na figura 2.27, o sensor irá saturar.

Figura 2.28: Curvas típicas dos sensores Hall analógicos convencionais (Fonte: Honeywell, 2004)



A função de transferência de um dispositivo descreve a sua saída em termos da sua entrada. A função transferência observada na figura 2.28 pode ser expressa em termos de um gráfico. Para sensores de efeito Hall, a função de transferência expressa a relação entre uma entrada de campo magnético (Gauss) e uma saída de tensão. A sensibilidade é definida como a mudança na saída resultante a partir de uma dada alteração na entrada. A inclinação da função de transferência ilustrada na Figura 2.28 corresponde à sensibilidade do sensor.

O efeito Hall tem sua aplicação bastante difundida na indústria automobilística para medir rotação, usado em tacômetros. O seu uso é feito em instrumentos para medir posição, inclinação, nível, pressão, espessura, corrente, tensão, campo magnético, detectores de acionamento mecânico, sensores de dentes de engrenagem, entre outros. Na indústria de aviação, utilizados em avaliações não destrutivas, detectando trincas em materiais (KOSMAS, 2005)

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

Neste capítulo há uma descrição detalhada dos procedimentos metodológicos utilizados no desenvolvimento de uma técnica de ensaio END capaz de determinar a influência da fase σ na fragilização dos AID.

3.1 MATERIAL

Para este trabalho foi utilizado um AID UNS- S31803, adquirido em formato de chapa retangular com as dimensões iniciais de (8 x 400 x 400) milímetros, de composição química apresentada na tabela 3.1.

Tabela 3.1: Composição do AID UNS-S31803, como recebido, em percentual de peso (Espectrômetro PDA 7000 *Shimadzu* – CTGÁS/RN)

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

3.2 OBTENÇÕES DAS AMOSTRAS COM DIFERENTES QUANTIDADES DE FASE σ

3.2.1 Tratamento térmico a 800°C e 900°C para obtenção da fase σ

A metodologia consistiu, inicialmente, no preparo de amostras de AID UNS-S31803 com dimensões de 5x10x10 milímetros, que posteriormente, foram submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento nas temperaturas de 800°C e 900°C e tempo de

permanência de 15, 60 e 120 minutos, seguidas de resfriamento em água na temperatura ambiente.

O tratamento térmico ocorreu em forno do tipo Mufla Jung, com temperatura máxima de operação de 1200°C e controle programável de temperatura e tempo.

3.2.2 Determinação da quantidade de fase σ por microscopia óptica e de varredura

As amostras a serem submetidas à microscopia foram preparadas no laboratório de metalografia do IFPB, onde foram submetidas a ataque químico com solução eletrolítica de 10% de KOH (Hidróxido de potássio) utilizando uma tensão de 3V durante 15 segundos, oxidando a fase σ e facilitando a sua visualização.

Em seguida, foram realizadas análises microscopia óptica utilizando um microscópio NIKON FX 35XD com câmera acoplada e aumento máximo de 200x. As imagens obtidas foram capturadas e tratadas por um programa de aquisição de imagens, obtendo-se o percentual de fase σ presente.

Por fim, os valores obtidos por MO foram comparados com imagens adquiridas através de MEV. Utilizando o equipamento Shimadzu Superscan (scanning electron microscope) SSX-550 SEM-EDX, do CTGÁS, setor 09 – LABEMAT.

3.2.3 Determinação da quantidade de fase σ por difractograma de raios X

Os ensaios de difração de raios X foram realizados no CTGÁS, setor 09 – LABEMAT, utilizando radiação $K\alpha$ de cobre, com tensão de 40 kV e corrente de 30 mA, passo de 0,02°, com tempo por passo igual a 9,6 s adotando um ângulo de varredura (2θ) variando de 41 a 53°.

Após a obtenção dos difratogramas, as áreas formadas pelas curvas de cada pico foram diferenciadas utilizando cores específicas, com o objetivo de se calcular as frações volumétricas e se obter o percentual da fase σ , para em seguida, obter a quantificação através de um programa de tratamento de imagem.

3.3 CORRELAÇÃO DA QUANTIDADE DE FASE σ COM A FRAGILIZAÇÃO DO MATERIAL

3.3.1 Variação de medidas de energia de impacto através do ensaio de Charpy

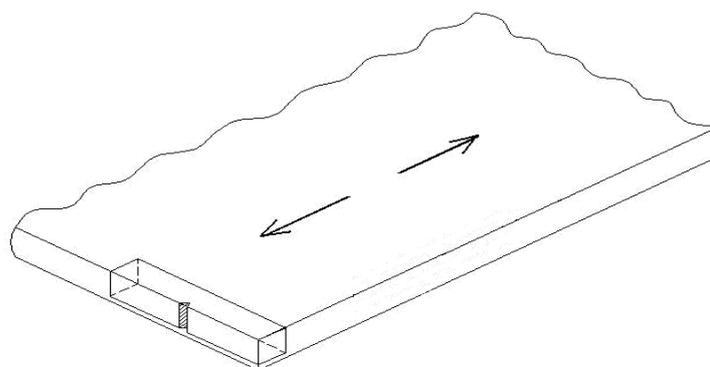
Para esse procedimento foi utilizada a máquina universal para ensaios de materiais da Wolperp/Amsler, modelo PW30/15K pertencente ao laboratório de ensaios do Instituto Federal da Paraíba (IFPB) do campus de João pessoa, PB.

Inicialmente as amostras foram confeccionadas utilizando a máquina de eletroerosão a fio Electrocut, modelo AR 8300, da oficina mecânica da UFPB, campus João Pessoa. Todas as amostras foram confeccionadas seguindo a norma NBR 6157/1980 da ABNT para amostras de 55 x 10 x 5mm.

Após o corte, foram realizados os entalhes em “V” por fresagem, utilizando fresa Indufresa – Indaço para ensaios de impacto, com ângulo de 45° e raio de ponta de 0,25mm. Os corpos de prova foram cortados verificando-se a posição de entalhe mostrado no esboço apresentado na Figura 3.1, totalizando 21 corpos de prova.

A qualidade do ângulo e altura do entalhe foi aferida usando um micrômetro com resolução de 0,001 mm e um projetor de perfil, para determinar o ângulo e altura.

Figura 3.1: Posição do entalhe e retirada do corpo de prova em relação à laminação da chapa (FRANÇA NETO, 2011)



3.3.2 Análise das superfícies de fratura

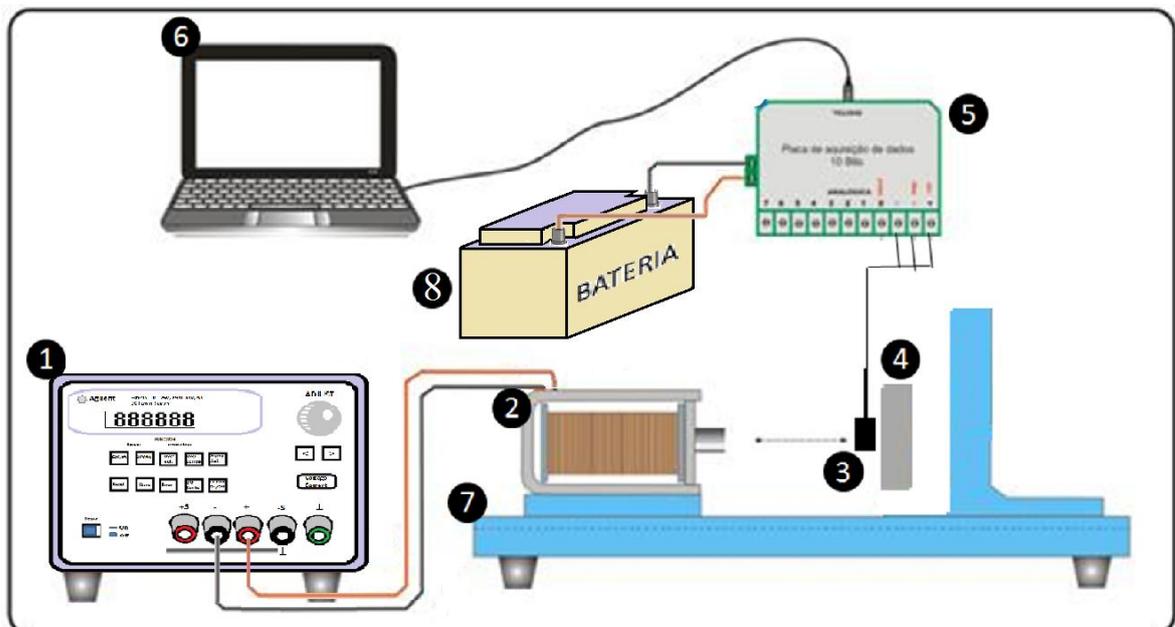
A análise das superfícies de fratura das amostras envelhecidas a 15, 60 e 120 minutos e como recebidas foram realizadas utilizando o MEV citado na seção 3.2.2.

3.4 DETERMINAÇÃO DO CAMPO IDEAL APLICADO (H)

3.4.1 Bancada de testes para determinar o campo (H)

A bancada de testes foi desenvolvida no laboratório do Grupo de Simulação de Comportamento de Materiais (GSCMat) do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba, Campus João Pessoa (IFPB-JP). A configuração experimental pode ser melhor compreendida a partir da Figura 3.2.

Figura 3.2: Ilustração do equipamento de Ensaio não Destrutivo (END): (1) Fonte de alimentação; (2) solenoide; (3) sensor hall; (4) amostra; (5) placa de aquisição de dados; (6) computador; (7) bancada; (8) bateria. (Adaptado de FRANÇA NETO, 2011)



No equipamento de ensaio END ficam alojados um solenoide, o sensor Hall e a amostra e funciona da seguinte maneira:

- 1- O sensor hall mede o campo magnético induzido a partir de uma variação de tensão, chamada tensão hall. Foi utilizado um sensor de efeito Hall linear modelo SS495A, da *Allegro Microsystems*, com sensibilidade de 3,125 mVolts/Gauss, dimensões de 3,00 mm x 4,00 mm x 1,57 mm e tensão de alimentação podendo variar entre 0 e 10V. Para obtenção dos dados experimentais foi utilizado uma tensão fixa para alimentar o sensor com 5V, fornecida através de uma saída regulada diretamente de uma bateria automotiva capaz de fornecer uma tensão contínua de 12 V e uma corrente de até 55 A.
- 2- A fonte de tensão alimenta um solenoide com tensão variando de zero até a saturação.
- 3- Uma amostra é colocada após o sensor Hall e causa uma variação no campo magnético induzido originalmente. O sensor hall capta essas variações;
- 4- O sinal gerado pelo sensor Hall, analógico (sinal de tensão), é captado por uma placa de aquisição, que converte esse sinal em sinal digital (bits) e envia a um computador;
- 5- O computador recebe o sinal já convertido pela placa de aquisição de dados utilizando um software hiperterminal;
- 6- O sinal é tratado a partir de outros softwares. Os softwares utilizados foram o Excel e o Origin.

3.4.2 Especificações da fonte de alimentação

Foi utilizado uma fonte de alimentação da marca Dawaer FSCC 3003D, com duas saídas de tensão contínua reguláveis de 0 a 30V. Uma das saídas foi utilizada para alimentar a solenoide.

3.4.3 Especificações do solenoide

O solenoide utilizado possui valores de N/L de 133.8, permeabilidade (μ) de 21.2567 e resistência elétrica de 72 Ω .

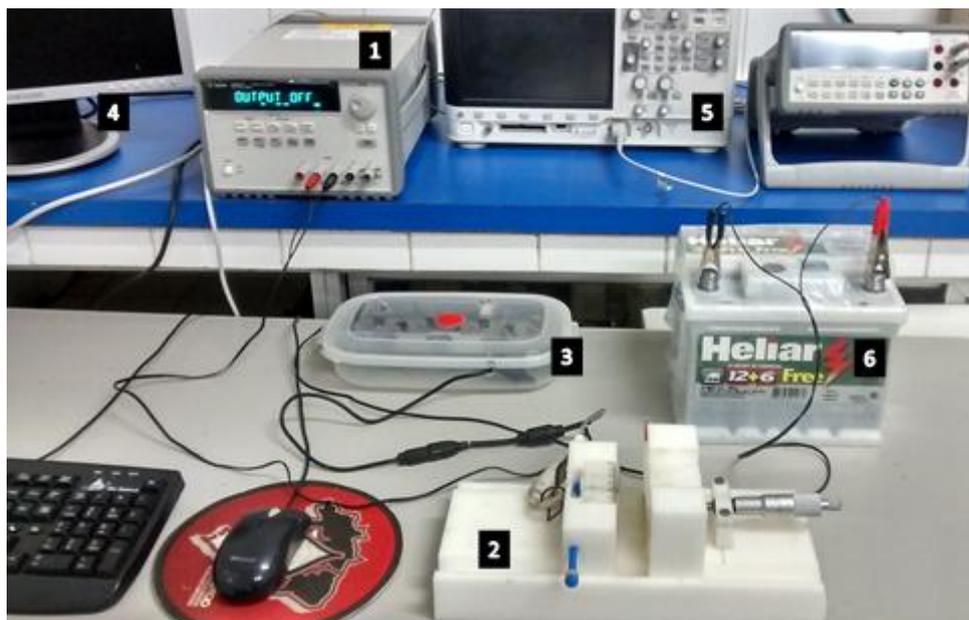
3.4.4 Especificações da placa de aquisição de dados

Foi utilizada uma placa de aquisição de dados projetada e confeccionada pelo próprio laboratório. Trata-se de uma placa multicanal com um conversor analógico-digital de 10 bits, com uma entrada USB e uma saída regulada de tensão de 5V, alimentada por uma tensão estabilizada de 12V. A saída regulada será utilizada na alimentação do sensor Hall.

3.4.5 Especificações da bancada

A bancada serve como base para fixação do solenoide e do sensor. Foi confeccionada toda em polietileno, visando reduzir a influência do material no direcionamento das linhas de campo. Uma foto do equipamento de ensaio END é apresentada na figura 3.3.

Figura 3.3: Equipamento de ensaio END (GSCMat, IFPB-JP): (1) Fonte de alimentação; (2) bancada; (3) placa de aquisição de dados; (4) computador; (5) Osciloscópio; (6) bateria (Fonte: próprio autor)



3.5 CORRELAÇÃO ENTRE O ENSAIO USANDO SENSOR HALL, ENERGIA CHARPY E A QUANTIDADE DE FASE σ

A correlação proposta neste item abrange os ensaios realizados através da bancada utilizando o sensor Hall, ensaio de impacto da energia Charpy e a análise da quantidade de fase σ utilizando o método da área formada pelos espectros adquiridos com a difração de raios X, através de tratamento de imagem.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

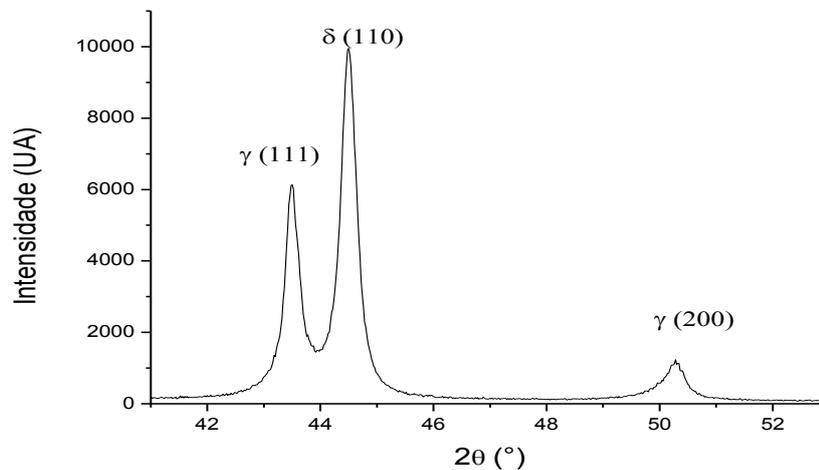
No capítulo 3 foi apresentada a metodologia utilizada nesta pesquisa. Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos e discutidos os possíveis motivos que conduziram a esses resultados.

4.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205 COMO RECEBIDO

4.1.1 Caracterização por Difração de Raios-X

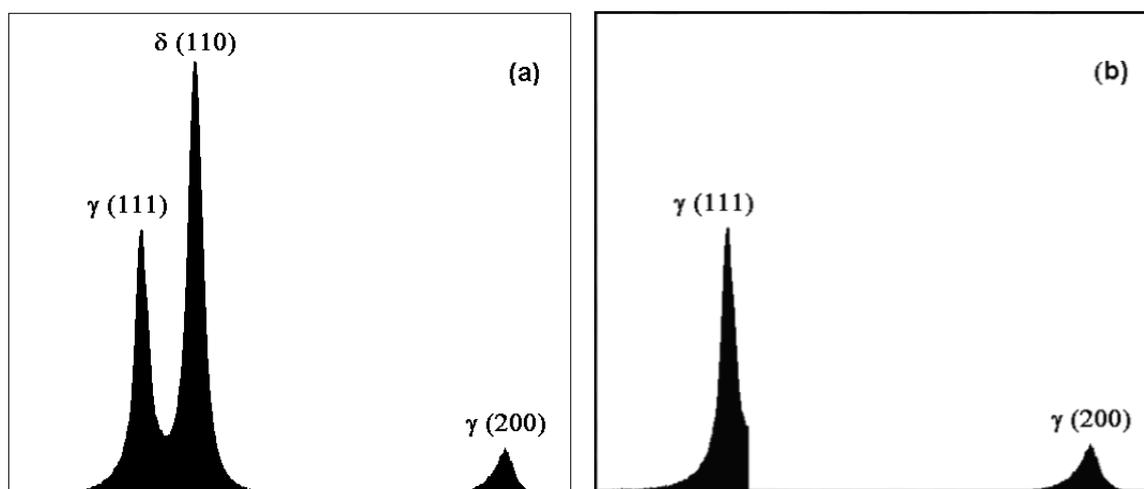
A figura 4.1 apresenta o difratograma de raios X do AID SAF 2205 no estado como recebido. No eixo das abscissas são apresentados os ângulos de incidência 2θ . No eixo das ordenadas os valores de intensidade dos picos das fases γ e δ .

Figura 4.1: Difratograma de raios X para o AID SAF 2205 como recebido



Da análise da figura 4.1 pode-se observar a ausência de picos representativos da fase σ e a presença dos picos característicos das fases γ (planos (111) e (200)) e δ (plano (110)). Para quantificar a fração volumétrica das fases apresentadas na figura 4.1 foi utilizado um programa de tratamento de imagem desenvolvido no laboratório e o resultado do tratamento é apresentado na figura 4.2. Na figura 4.2(a) a região dos picos com o contraste escuro representa a área equivalente à fração volumétrica de 100%, ou seja, de ambas as fases γ e δ . Já na figura 4.2 (b) a área dos picos com contraste escuro representa apenas a área equivalente à fração volumétrica da fase γ .

Figura 4.2: Tratamento de imagem para determinação da fase δ e γ para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 como recebida. (a) área total e (b) área da fase γ



Com as imagens em contraste obtidas nas figuras 4.2 (a) e 4.2 (b) foi possível utilizando o programa de tratamento de imagem obter as frações volumétricas de 43% e 57% para as fases γ e δ , respectivamente.

4.1.2 Caracterização por Microscopia óptica

As micrografias ópticas do AID SAF 2205 estão apresentadas nas figuras 4.3 e 4.4. Na figura 4.3 é apresentada uma imagem do material atacado com hidróxido de potássio (KOH). Na figura 4.4 é apresentada uma amostra do material atacada com Behara.

Figura 4.3: Micrografia do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO (Ataque: KOH)

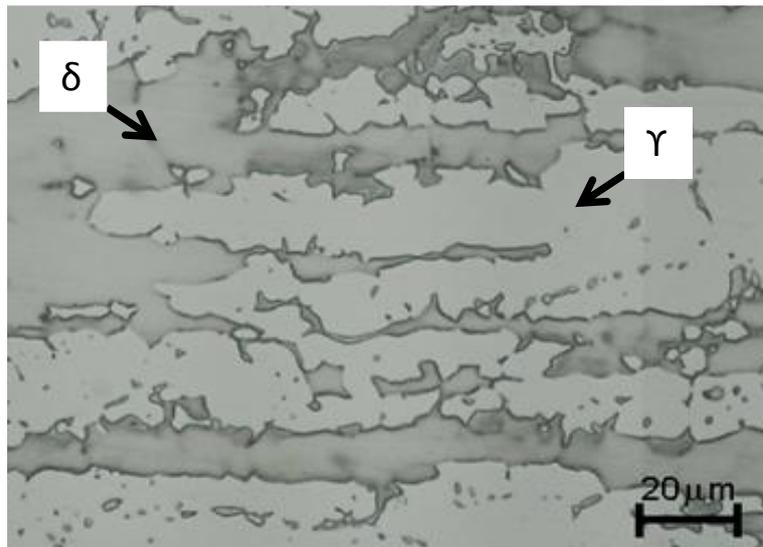
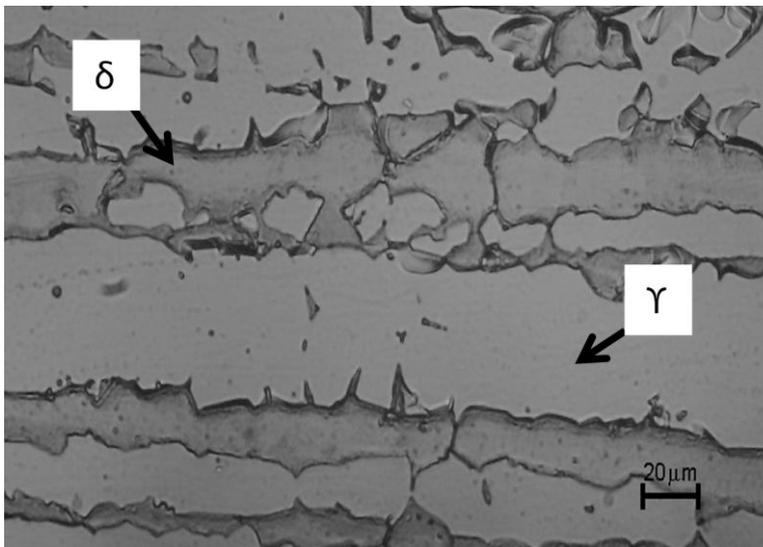


Figura 4.4: Micrografia do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO (Ataque: Behara)



Pela análise da figura 4.3 verifica-se a presença da fase ferrítica δ de tonalidade mais escura e a presença da fase austenítica γ de tonalidade mais clara. Comportamento semelhante é apresentado na figura 4.4. A presença da fase ferrítica e austenítica, como observadas, em proporções semelhantes, está em consonância com a literatura. IMO A (2009) e Pardal (2009) analisando um AID 2205 referem-se a essas fases como sendo fases bem características desse material e retrata que as mesmas são comumente encontradas em percentuais de cinquenta por cento para cada uma das fases.

4.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205 ENVELHECIDO A 800°C

4.2.1 Caracterização por Difração de Raio-X

As figuras 4.5, 4.6 e 4.7 apresentam os difratogramas das amostras do AID SAF 2205 tratadas a 800°C com os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos. No eixo das abscissas são apresentados os ângulos de incidência 2θ . No eixo das ordenadas os valores de intensidade dos picos γ e δ para o tempo de 15 minutos; γ , δ e σ para o tempo de 60 minutos e γ , δ , σ e χ para o tempo 120 minutos.

Figura 4.5: Difratograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 800°C e tempo de envelhecimento de 15 minutos

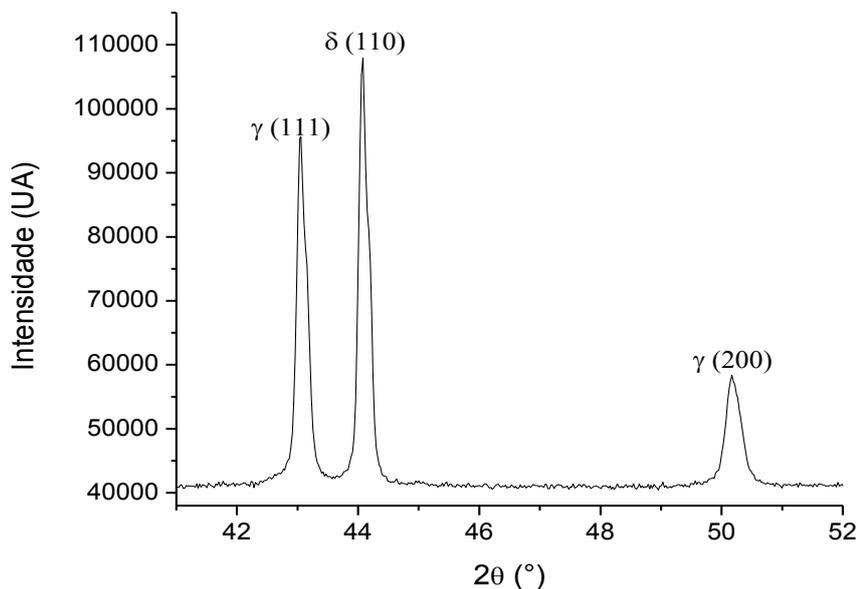


Figura 4.6: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 800°C e tempo de envelhecimento de 60 minutos

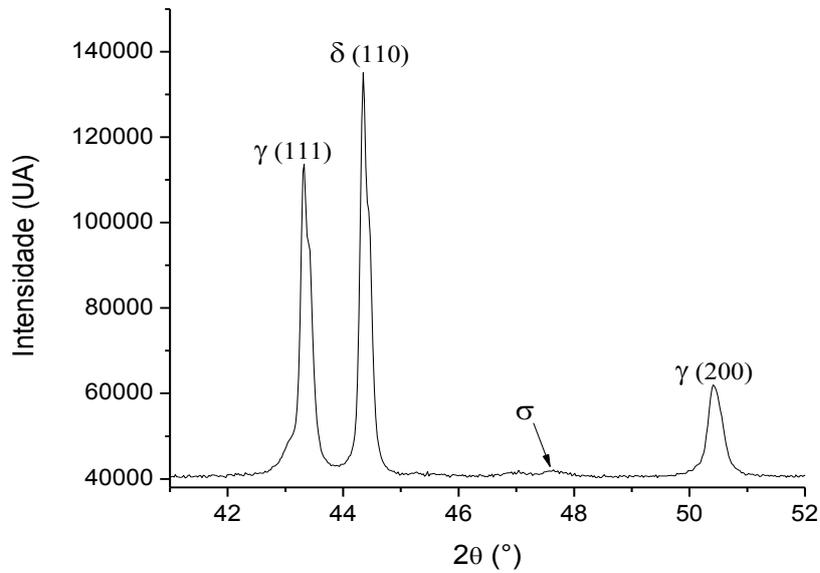
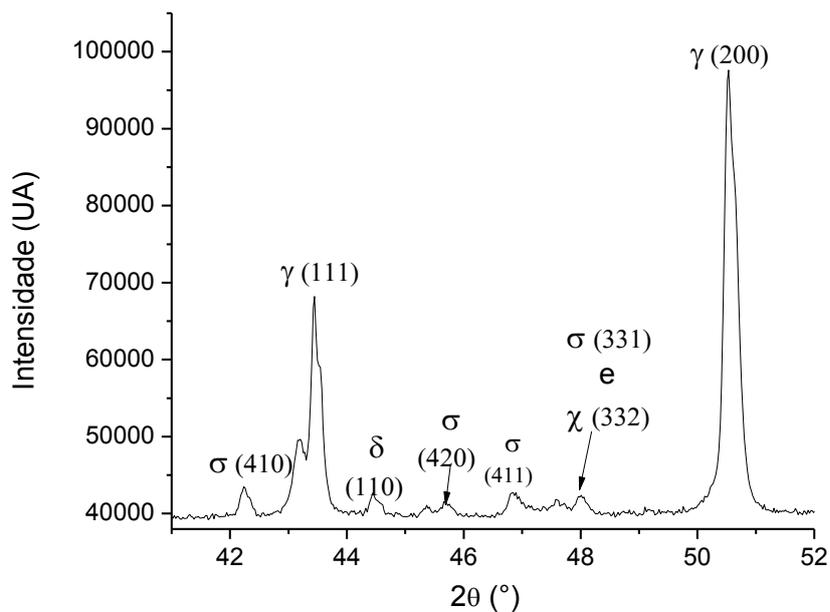


Figura 4.7: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 800°C e tempo de envelhecimento de 120 minutos



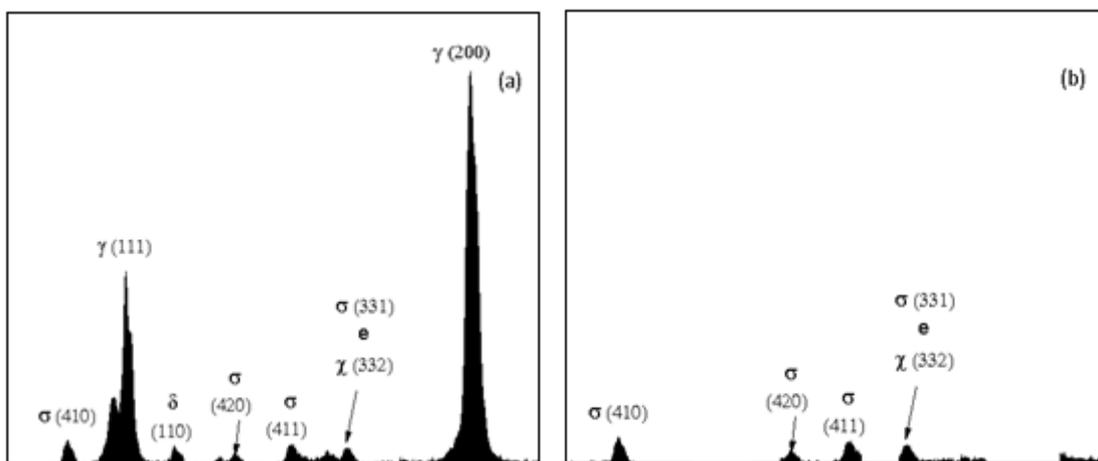
Da análise da figura 4.5 pode-se verificar que o tempo de envelhecimento de 15 minutos foi insuficiente para a precipitação da fase σ em quantidade detectável por difração de Raio-X. Utilizando-se um tempo de envelhecimento, conforme figura 4.6, de 60 minutos, foi possível a detecção de um pico de fase σ .

Da análise da figura 4.7 constata-se que o tempo de envelhecimento de 120 minutos permitiu uma maior precipitação da fase σ . Para essa temperatura e tempo, vários picos característicos da fase σ foram detectados, favorecendo a análise. Pardal (2009) também foi capaz de detectar fases fragilizantes por difração de Raio-X para aço SAF 2205 nas temperaturas de 800°C e 950°C envelhecido durante 15 minutos e 120 minutos. A condição apresentada na figura 4.7, além da fase σ , também permitiu a detecção de outra fase fragilizante, a fase χ , o que está em consonância com os resultados obtidos por PARDAL et al (2009).

DOS SANTOS (2008) usou difração de raios X para determinar a fração volumétrica das fases pelo método das intensidades integradas. Em seu trabalho inicialmente foi ajustada a área usando o programa *Microcal Origin, V 5.0*, segundo a equação de Lourentz e posteriormente foi calculado a área.

Para quantificar a fração volumétrica de cada uma das fases apresentadas na figura 4.7 foi utilizado um programa de tratamento de imagem e o resultado do tratamento é apresentado na figura 4.8 para quantificação das fases existente. Na figura 4.8(a) a região dos picos com o contraste escuro representa a área equivalente à fração volumétrica de 100%, ou seja, para as fases γ , δ , σ e χ . Já na figura 4.8 (b) a área dos picos com contraste escuro representa apenas a área equivalente à fração volumétrica das fases σ e χ .

Figura 4.8: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 800°C por 120 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ



Com as imagens em contraste obtidas nas figuras 4.8 (a) e 4.8 (b) foi possível utilizando o programa de tratamento de imagem obter a fração volumétrica das fases σ e χ indissociadas, cujo valor foi de 8,5% para amostra a 800°C e 120 minutos.

4.2.2 Caracterização por Microscopia Óptica.

As micrografias ópticas e eletrônicas de varredura do AID SAF 2205 para a condição de tratamento de 800°C e 15 minutos estão apresentadas nas figuras 4.9 e 4.10. Na figura 4.9 é apresentada uma imagem do material atacado com hidróxido de potássio (KOH). Na figura 4.10 é apresentada uma amostra do material atacada com Behara.

Figura 4.9: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 15 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)

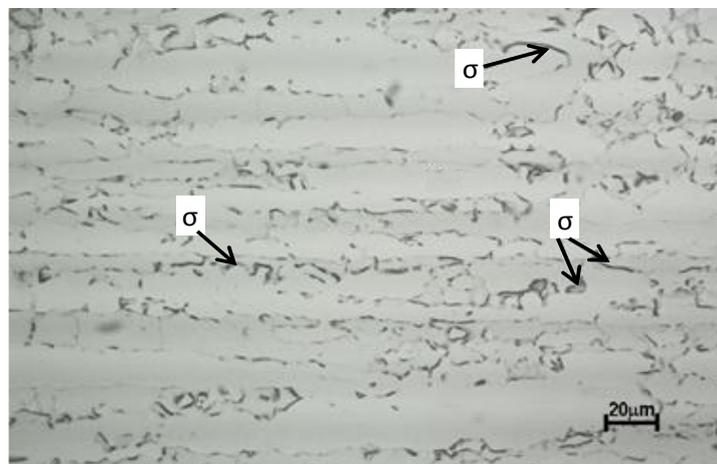
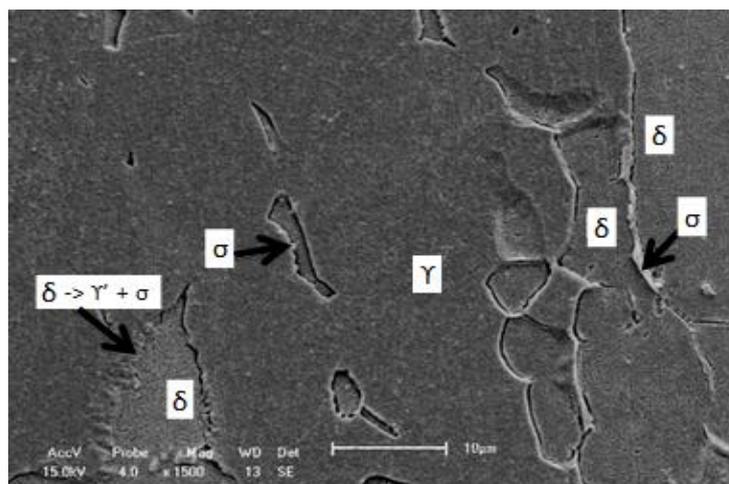


Figura 4.10: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 15 minutos obtida por MEV Eletrons Secundarios (SE) (Ataque: Behara)



Pela análise da figura 4.9 constata-se a presença da fase σ , não observada em raios X. Essa fase Segundo KINGTON (1991), MAGNABOSCO (2001), CHEN (2002) e TAVARES (2010) precipita nos contornos de grão entre as fases δ e γ , sendo a única revelada pelo ataque eletrolítico com KOH (CHEN, 2002; TAVARES, 2010). CHEN (2002), ESCRIBA (2009) e TAVARES (2010) também relatam ser possível sua precipitação na interface dos grãos δ/δ , o que pode ser visto na condição de ataque apresentada na figura 4.10, onde ocorreu precipitação da fase σ tanto na interface de grãos de δ e γ como na interface de grãos δ e δ .

Ainda da análise da figura 4.10 observa-se a formação da fase σ a partir da reação $\delta \rightarrow \sigma + \gamma'$, o que está de acordo com os resultados obtidos por MÉSZÁROS (2005), ESCRIBA (2009) e TAVARES (2010).

As micrografias ópticas e eletrônicas do AID SAF 2205 para a condição de tratamento de 800°C e 60 minutos estão apresentadas nas figuras 4.11 e 4.12. Na figura 4.11 é apresentada uma imagem do material atacado com hidróxido de potássio (KOH). Na figura 4.12 é apresentada uma amostra do material atacada com Behara.

Figura 4.11: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 60 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)

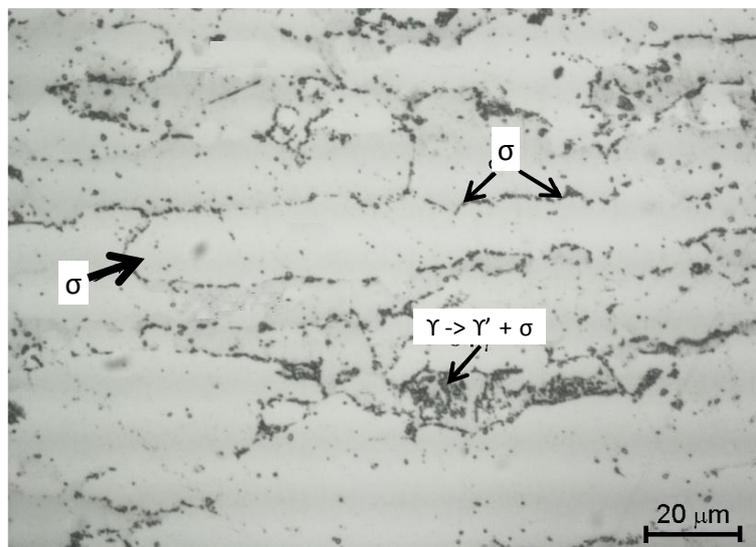
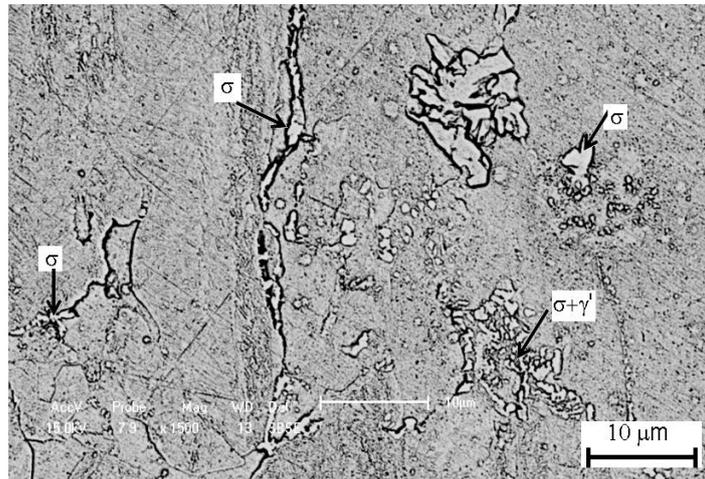


Figura 4.12: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 60 minutos obtida por MEV Eletrons retroespalhados (BSE) (Ataque: Behara)



Pela análise da figura 4.11 também é possível verificar a presença da fase σ de tonalidade mais escura nos contornos de grão, não sendo possível distinguir as fases δ e γ . Comportamento diferente é apresentado na figura 4.12, pois nessa condição de ataque foi possível visualizar todas as fases presentes. Os grãos de fase σ se apresentam com tonalidade mais clara. As micrografias ópticas e eletrônicas do AID SAF 2205 para a condição de tratamento de 800°C e 120 minutos estão apresentadas nas figuras 4.13 e 4.14. Na figura 4.13 é apresentada uma imagem do material atacado com hidróxido de potássio (KOH). Na figura 4.14 é apresentada uma amostra do material atacada com Behara.

Figura 4.13: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 120 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)

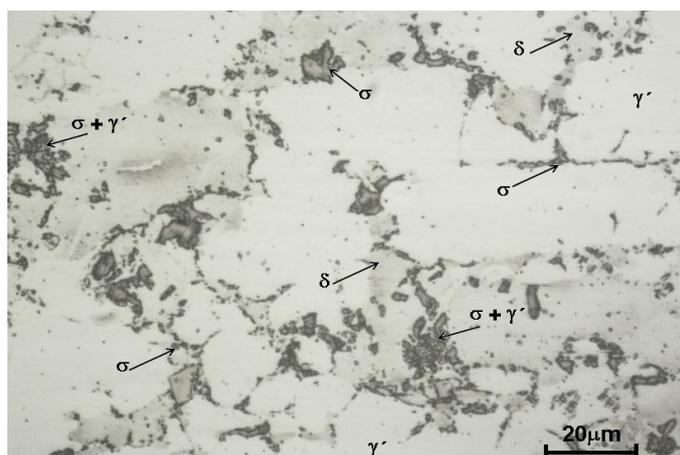
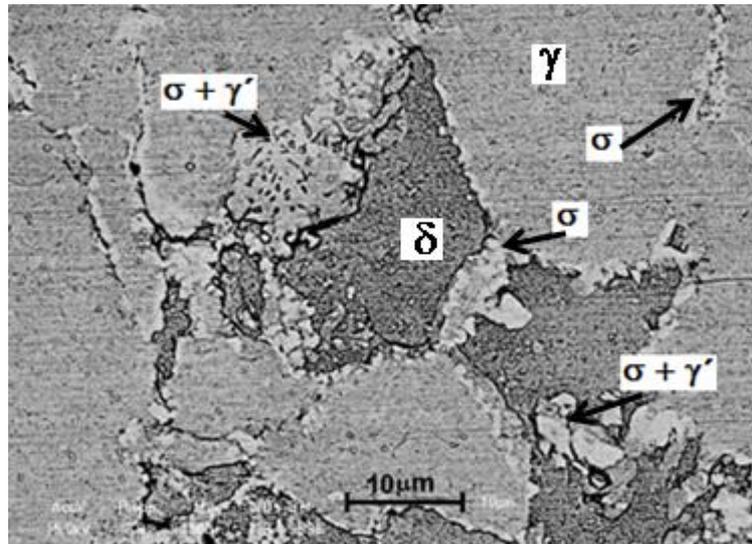


Figura 4.14: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 120 minutos obtida por MEV- SE (Ataque: Behara)

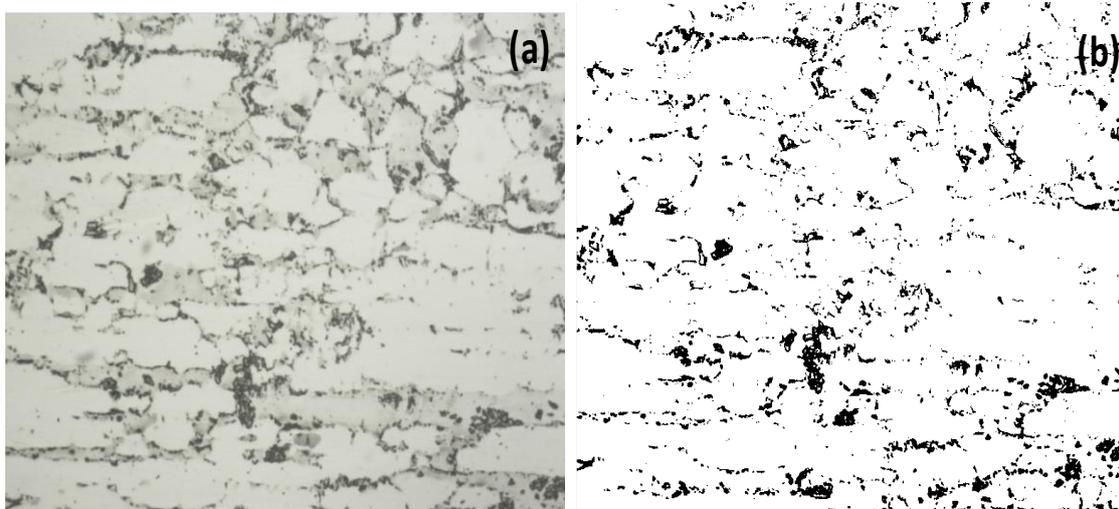


Pela análise da figura 4.13 é possível verificar a presença da fase σ de tonalidade mais escura. Já na figura 4.14, a fase σ se apresenta com uma tonalidade mais clara quando atacada com Behara, além das fases δ , γ e $\sigma + \gamma'$ indicadas na figura.

Ainda da análise das figuras 4.13 e 4.14 nota-se que com o tratamento de envelhecimento a 800°C por 120 minutos, a precipitação da fase σ e a reação eutetoide $\sigma + \gamma'$ ocorreram em maior quantidade. MOREIRA (2010) estudando o mesmo aço verificou que além da precipitação da fase σ nos contornos dos grãos δ/γ a mesma também precipita a partir da própria ferrita δ . Na figura 4.14 observou-se que houve a formação da fase σ tanto nos contornos dos grãos de δ/δ quanto entre as fases δ/γ , o que está de acordo com os resultados obtidos por MOREIRA (2010).

Para quantificar a fração volumétrica de cada uma das fases e comparar os valores com os obtidos por Difração de Raios-X foi utilizado um programa para tratamento das imagens obtidas por MO para o AID SAF 2205 tratado a 800°C por 120 minutos. As imagens do material sem e com o tratamento de imagem são apresentadas na figura 4.15. Na figura 4.15 (a) é apresentada a imagem de MO sem tratamento de imagem, sendo visualizada fase com o contraste escuro que representa a fase σ . Já na figura 4.15 (b) é apresentada a imagem de MO segmentada por tratamento de imagem, sendo visualizada a fase σ em contraste escuro.

Figura 4.15: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 800°C por 120 minutos obtida por MO. (a) sem tratamento de imagem. (b) segmentada por tratamento de imagem. (Ataque: KOH)



Calculando-se o percentual da área escura da figura 4.15 obteve-se um valor de fração volumétrica da fase fragilizante σ de aproximadamente 7,53% utilizando-se a análise por MO. O resultado obtido por análise do difratograma de raios X foi de 8,5%. Os percentuais da fase σ também foram calculados para o AID envelhecido a 800°C nos tempos de 15 minutos e 60 minutos por MO, obtendo um valor de 2,28% e 2,84% de fase σ , respectivamente.

4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2205 ENVELHECIDO A 900°C

4.3.1 Caracterização por Difração de Raios-X

As figuras 4.16, 4.17 e 4.18 apresentam os difratogramas das amostras do AID SAF 2205 tratadas a 900°C com tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos. No eixo das abscissas são apresentados os ângulos de incidência 2θ . No eixo das ordenadas os valores de intensidade dos picos γ , δ , σ e χ para os tempos de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.

Figura 4.16: Difratograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 900°C e tempo de envelhecimento de 15 minutos

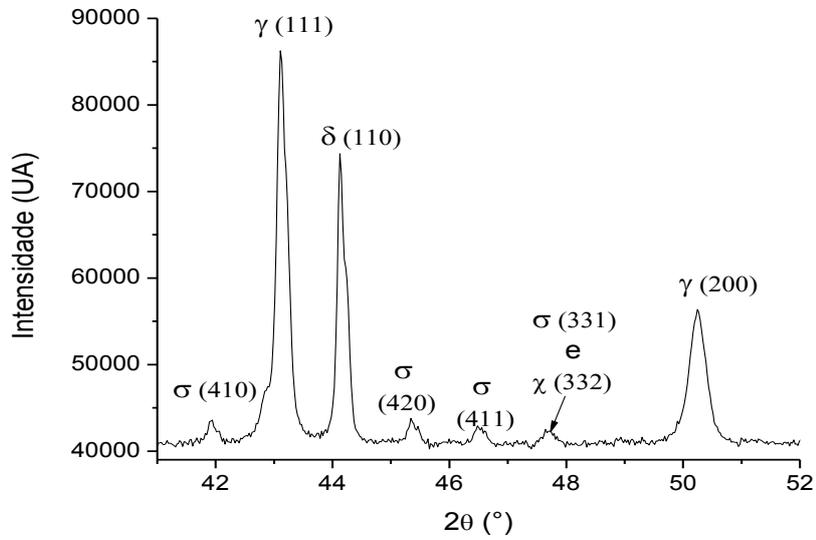


Figura 4.17: Difratograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 900°C e tempo de envelhecimento de 60 minutos

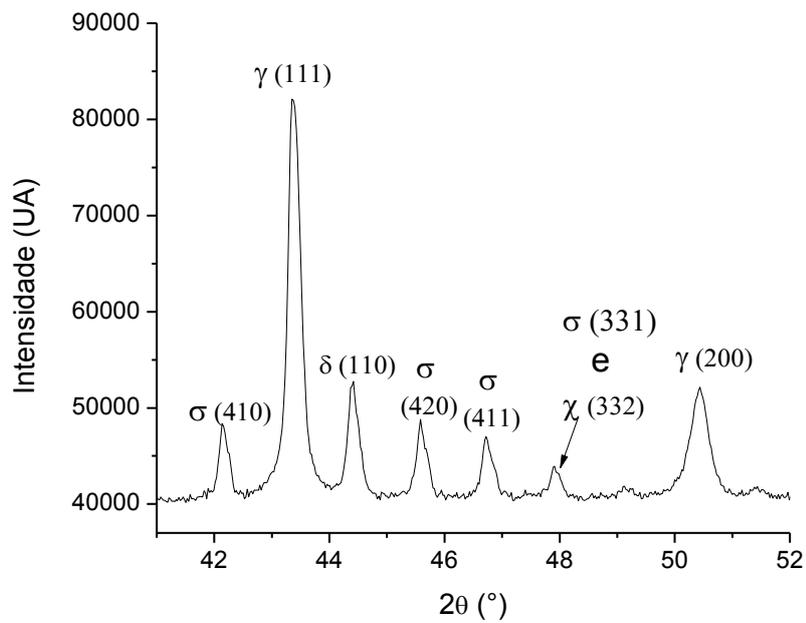
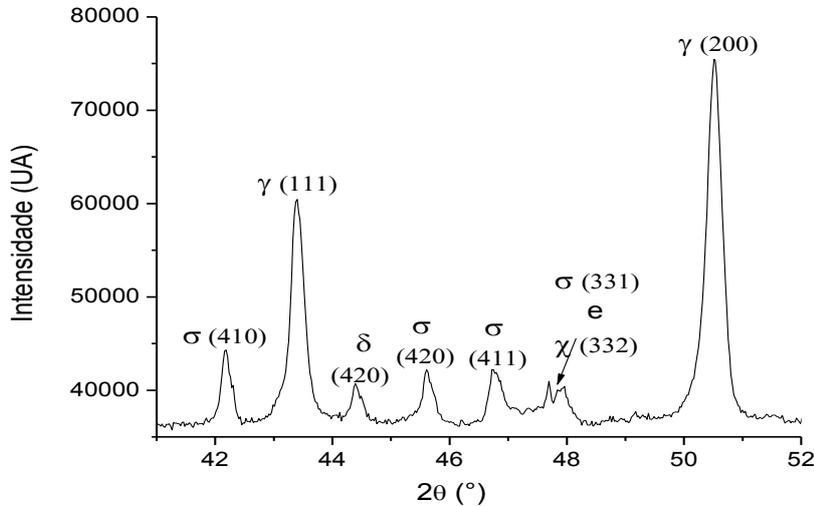


Figura 4.18: Difratoograma para o AID SAF 2205 da amostra tratada a 900°C e tempo de envelhecimento de 120 minutos

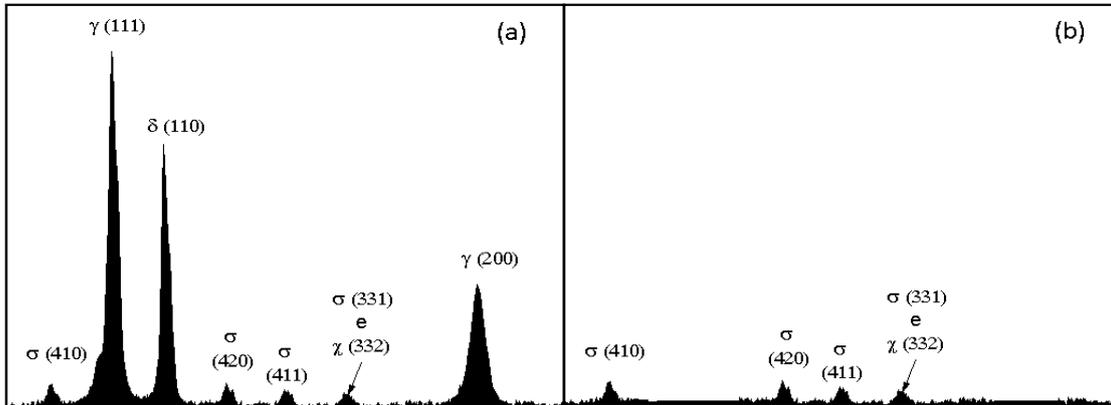


Da análise da figura 4.16 nota-se que o tempo de envelhecimento de 15 minutos foi suficiente para a precipitação da fase σ em quantidade detectável por difração de Raios-X. Continuando-se a aumentar o tempo de envelhecimento, conforme figura 4.17, no tempo de envelhecimento de 60 minutos já foi possível a detecção de picos de fase σ de maior intensidade o mesmo ocorrendo para o tempo de envelhecimento de 120 minutos.

Para a temperatura de 900°C, comparada à de 800°C, nos mesmos tempos de envelhecimento, a fase σ surgiu para tempos menores em maiores quantidades. O mesmo ocorreu com a fase χ . Conforme MICHALSKA e SOZANSKA (2006) e TAVARES (2010) a fase χ surge derivada da fase δ sendo uma fase metaestável e posteriormente com o aumento do tempo de envelhecimento, transforma-se na fase σ . Vários picos característicos da fase σ foram detectados, favorecendo a análise nesta condição de tratamento. Nota-se também que o aumento da intensidade das fases σ e χ desencadearam a redução das fases δ e γ , o que está em consonância com os resultados obtidos por PARDAL (2009).

Para quantificar a fração volumétrica de cada uma das fases obtidas na figura 4.16 foi utilizado um programa de tratamento de imagem e o resultado do tratamento é apresentado na figura 4.19. Na figura 4.19 (a) a região dos picos com o contraste escuro representa a área equivalente à fração volumétrica de 100%, ou seja, para as fases γ , δ , σ e χ . Já na figura 4.19 (b) a área dos picos com contraste escuro representa apenas a área equivalente à fração volumétrica das fases σ e χ .

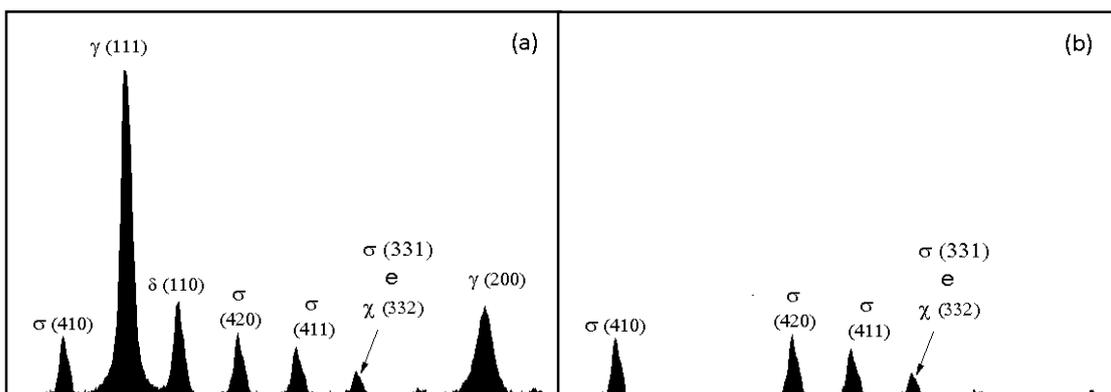
Figura 4.19: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 900°C por 15 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ



Com as imagens em contraste obtidas nas figuras 4.19 (a) e 4.19 (b) foi possível utilizando o programa de tratamento de imagem obter a fração volumétrica das fases σ e χ indissociadas, cujo valor foi de 6,5% para amostra a 900°C e 15 minutos.

Para quantificar a fração volumétrica de cada uma das fases obtidas na figura 4.17 foi utilizado um programa de tratamento de imagem e o resultado do tratamento é apresentado na figura 4.20. Na figura 4.20 (a) a região dos picos com o contraste escuro representa a área equivalente à fração volumétrica de 100%, ou seja, para as fases γ , δ , σ e χ . Já na figura 4.20 (b) a área dos picos com contraste escuro representa apenas a área equivalente à fração volumétrica das fases σ e χ .

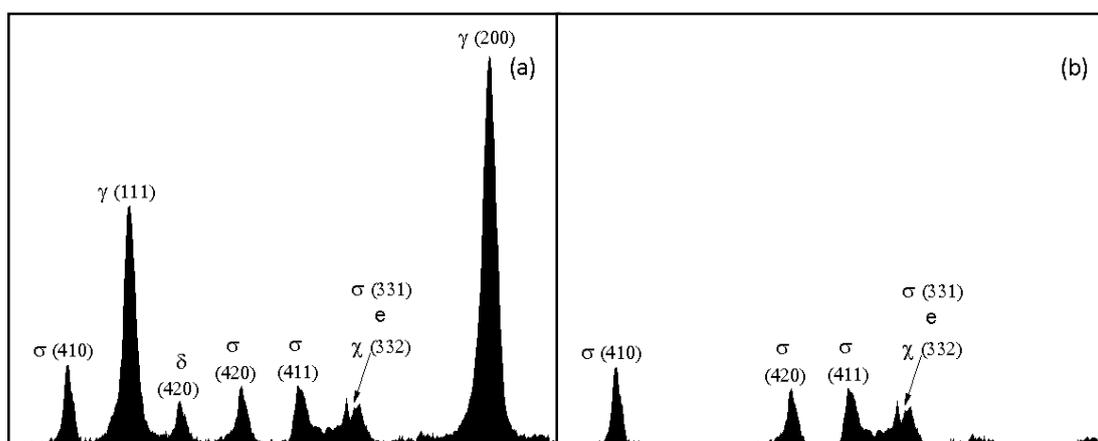
Figura 4.20: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 900°C por 60 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ



Com as imagens em contraste obtidas nas figuras 4.20 (a) e 4.20 (b) foi possível utilizando o programa de tratamento de imagem obter a fração volumétrica das fases σ e χ indissociadas, cujo valor foi de 17,4% para amostra a 900°C e 60 minutos.

Para quantificar a fração volumétrica de cada uma das fases obtidas na figura 4.18 foi utilizado um programa de tratamento de imagem e o resultado do tratamento é apresentado na figura 4.21. Na figura 4.21 (a) a região dos picos com o contraste escuro representa a área equivalente à fração volumétrica de 100%, ou seja, para as fases γ , δ , σ e χ . Já na figura 4.21 (b) a área dos picos com contraste escuro representa apenas a área equivalente à fração volumétrica das fases σ e χ .

Figura 4.21: Tratamento de imagem para determinação das fases σ e χ indissociadas para 2θ entre 40° e 52° da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 900°C por 120 minutos. (a) área total e (b) área das fases σ e χ



Com as imagens em contraste obtidas nas figuras 4.21 (a) e 4.21 (b) foi possível utilizando o programa de tratamento de imagem obter a fração volumétrica das fases σ e χ indissociadas, cujo valor foi de 19,0% para amostra a 900°C e 120 minutos.

4.3.2 Caracterização por Microscopia

As micrografias ópticas do AID SAF 2205 para a condição de tratamento de 900°C e 15 minutos estão apresentadas nas figuras 4.22 e 4.23. Na figura 4.22 é apresentada uma imagem do material atacado com hidróxido de potássio (KOH). Na figura 4.23 é apresentada uma amostra do material atacada com Behara.

Figura 4.22: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 15 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)

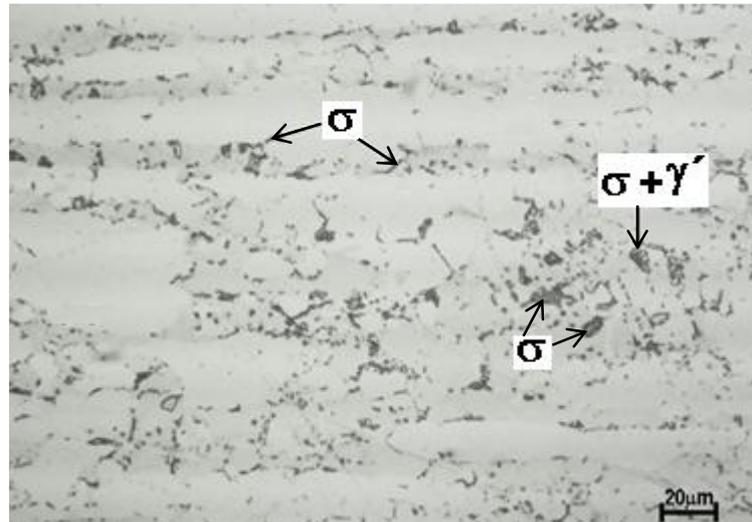
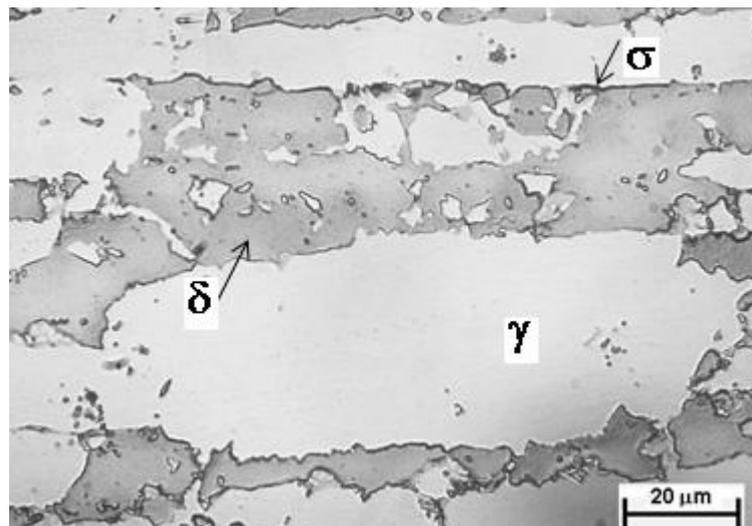


Figura 4.23: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 15 minutos obtida por MO (Ataque: Behara)



Pela análise da figura 4.22 pode-se verificar a presença da fase σ de tonalidade escura. A fase σ é observada pela MO na figura 4.23, numa tonalidade mais escura quando atacada com Behara, além das fases δ na tonalidade de cinza escura e a fase γ de tonalidade cinza clara.

As micrografias ópticas do AID SAF 2205 para a condição de tratamento de 900°C e 60 minutos estão apresentadas nas figuras 4.24 e 4.25. Na figura 4.24 é apresentada uma imagem do material atacado com hidróxido de potássio (KOH). Na figura 4.25 é apresentada uma amostra do material atacada com Behara.

Figura 4.24: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 60 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)

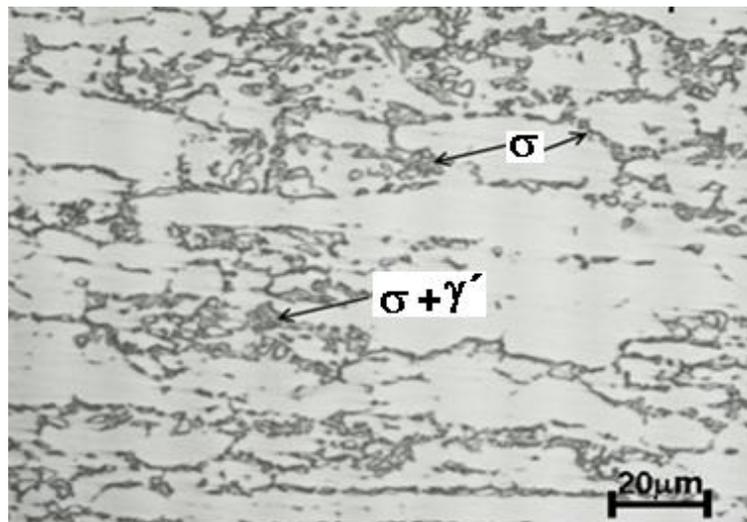
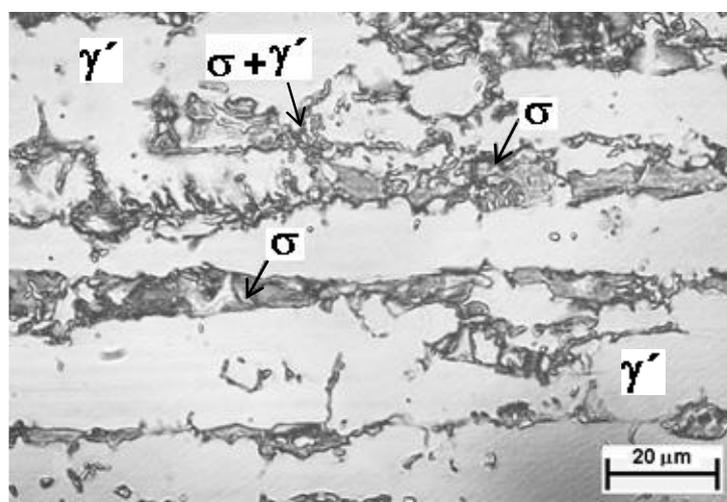


Figura 4.25: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 60 minutos obtida por MO (Ataque: Behara)



Pela análise da figura 4.24 pode-se verificar a presença da fase σ de tonalidade escura nos contornos de grãos da fase δ , o que está de acordo com os resultados obtidos por

DENG (2010), que verificou a precipitação da fase σ nos contornos de grãos de ferrita δ quando estudando um AID LDX2101. Com o aumento do tempo de envelhecimento para 120 minutos houve um aumento ainda maior na quantidade de precipitados de fase σ , que precipitou tanto nos contornos dos grãos de (δ/δ) quanto entre as fases (δ/γ). Resultados semelhantes foram obtidos por CHEN (2002), ESCRIBA (2009) e TAVARES (2010).

As micrografias ópticas e eletrônicas do AID SAF 2205 para a condição de tratamento de 900°C e 120 minutos estão apresentadas nas figuras 4.26 e 4.27. Na figura 4.26 é apresentada uma imagem do material atacado com hidróxido de potássio (KOH). Na figura 4.27 é apresentada uma amostra do material atacada com Behara.

Figura 4.26: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 minutos obtida por MO (Ataque: KOH)

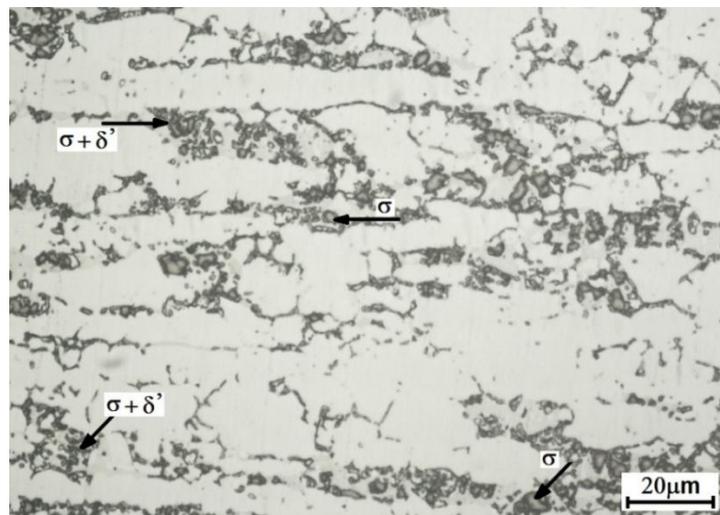
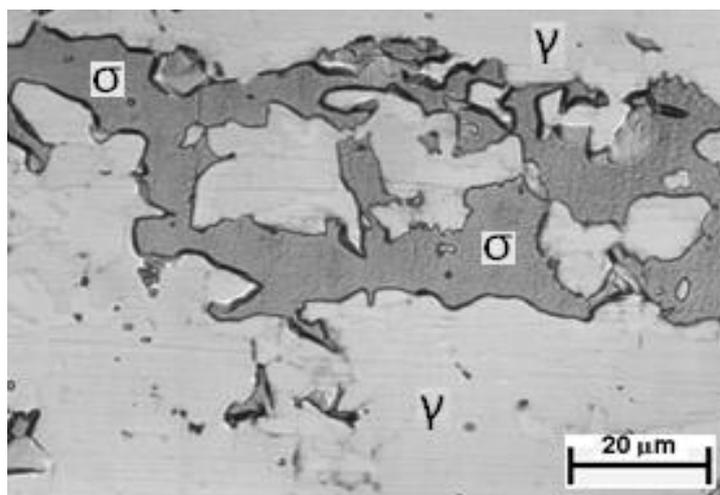
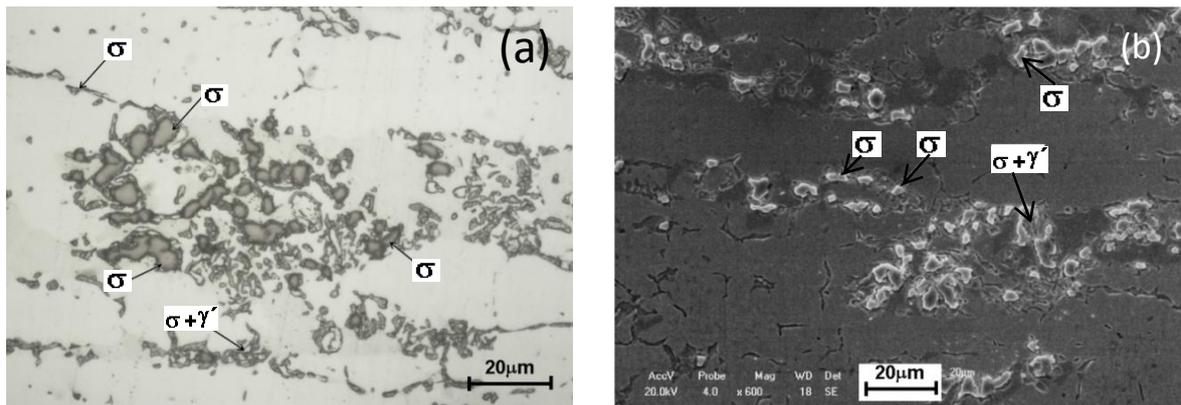


Figura 4.27: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 minutos obtida por MO (Ataque: Behara)



Pela análise da figura 4.26 pode-se verificar a presença da fase σ de tonalidade mais escura e a presença da fase austenítica γ de tonalidade mais clara. Um comparativo entre imagens de MO e MEV para a condição de envelhecimento de 900°C e 120 minutos é apresentado na figura 4.28. Na figura 4.28 (a) é apresentada a imagem por MO. Na figura 4.28 (b) é apresentada a imagem de MEV. Em ambos os casos foi utilizado o reagente KOH.

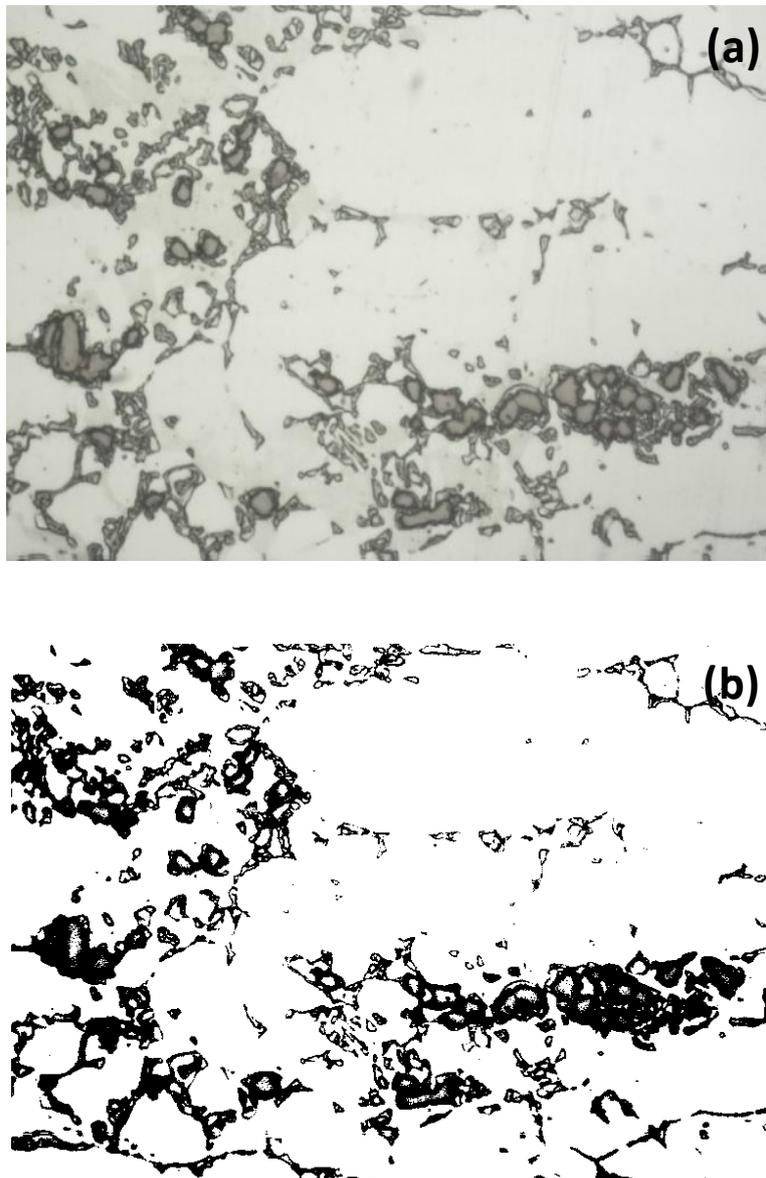
Figura 4.28: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 minutos obtida por MEV. (a) imagem de MO. (b) imagem de MEV. (Ataque: KOH)



Da análise das figuras 4.28 (a) e 4.28 (b) pode-se verificar a formação dos precipitados σ e $\sigma + \gamma'$ tanto utilizando-se MO como MEV quando atacada eletroliticamente com reagente KOH, revelando a fase σ com uma tonalidade mais escura na imagem obtida por MO e mais clara na imagem obtida por MEV. Segundo Ravindranath e Malhotra (1995) a corrosão é maior nas amostras com maior percentual de fases intermetálica entre elas a fase σ , do que pode-se concluir que nesta condição de tratamento houve um maior ataque do reagente KOH na fase σ .

Para quantificar a fração volumétrica de cada uma das fases e comparar os valores com os obtidos por difração de Raio-X foi utilizado um programa para tratamento das imagens obtidas por MO para o AID SAF 2205 tratado a 900°C por 120 minutos. As imagens do material sem e com o tratamento de imagem são apresentadas na figura 4.29. Na figura 4.29 (a) é apresentada a imagem de MO sem o tratamento de imagem. Já na figura 4.29 (b) é apresentada a imagem de MO com o tratamento de imagem de segmentação.

Figura 4.29: Micrografia do AID SAF 2205 tratada a 900°C por 120 obtida por MO. (a) sem tratamento de imagem. (b) com tratamento de imagem. (Ataque: KOH)



Pela análise da figura 4.29 (a), imagem de MO sem tratamento de imagem, pode-se verificar a dificuldade em separar a fase σ das demais fases presentes. Já na figura 4.29 (b), imagem de MO com tratamento de imagem, se torna facilmente verificável a fase σ , apresentada com a tonalidade escura, entretanto pode haver pequenos percentuais de fase γ' indissociáveis da fase σ . Calculando-se o percentual da área escura da figura 4.29 (b) obteve-se um valor de fração volumétrica da fase fragilizante σ e $\sigma + \gamma'$ de aproximadamente 17,9%. O resultado obtido por análise do difratograma foi de 19,0%. Os percentuais das fases σ e σ

+ γ' também foram calculados para o AID envelhecido a 900°C nos tempos de 15 minutos e 60 minutos por MO, obtendo um valor de 3,2% e 15,9% , respectivamente.

4.4 COMPARAÇÃO DOS VALORES DE FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DAS FASES PRESENTES NO AID SAF 2205 NAS TEMPERATURAS DE 800°C E 900°C OBTIDOS POR MO E DRX

Na tabela 4.1 são apresentados os valores de fração volumétrica das fases $\sigma+\gamma'$ e σ utilizando o método de quantificação por MO e DRX para as amostras envelhecidas nas temperaturas de 800°C e 900°C com tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.

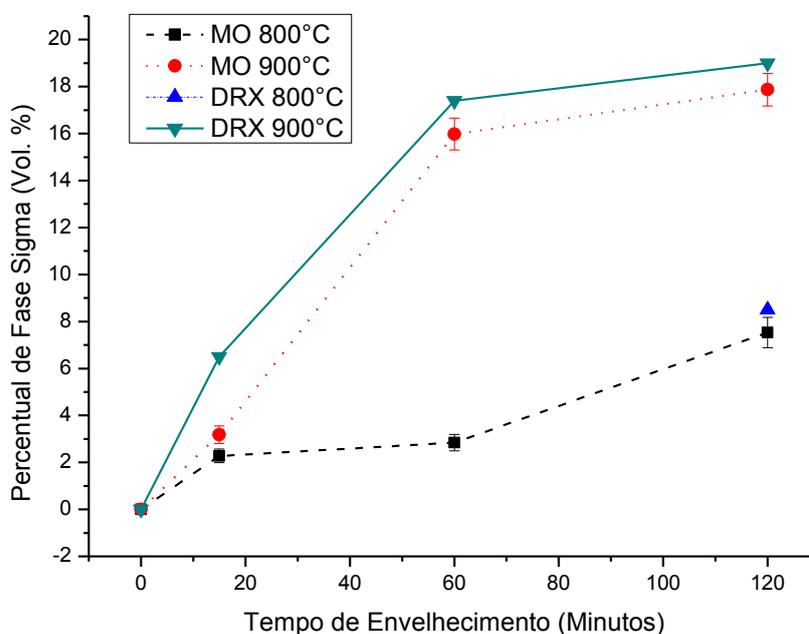
Tabela 4.1: Quantidades de fase $\sigma+\gamma'$ obtidas por MO e fase σ obtida através de DRX

		σ
MO 800°C	15 minutos	2,28% \pm 0,29
	60 minutos	2,84% \pm 0,35
	120 minutos	7,53% \pm 0,65
MO 900°C	15 minutos	3,18% \pm 0,37
	60 minutos	15,98% \pm 0,68
	120 minutos	17,87% \pm 0,69
DRX 800°C	15 minutos	Não foi calculado
	60 minutos	Não foi calculado
	120 minutos	8,5%
DRX 900°C	15 minutos	6,5%
	60 minutos	17,4%
	120 minutos	19,0%

Da análise da tabela 4.1 pode-se verificar que no estudo por MO das amostras envelhecidas a 800°C foi eficiente para revelar a fração volumétrica da fase σ mesmo para pequenos percentuais presentes nos tempos de envelhecimento analisados. Já na análise por DRX não foi possível para os tempos de envelhecimento de 15 minutos e 60 minutos, devido a pequena intensidade dos picos de fase σ . O ataque com o reagente KOH foi eficiente para revelar a fase σ , mesmo ela sendo formada junta com γ . A fração volumétrica observada por MO apresenta valores dentro dos encontrados nas análise por DRX.

Ainda da análise da tabela 4.1, comparando-se as condições onde foi possível quantificar a fração volumétrica das fases presentes, os valores obtidos ficaram próximos, apesar do ataque com o KOH não mostrar exclusivamente a fase σ , sendo assim os valores obtidos para tempos de envelhecimento menores podem ser confirmados na análise com o ataque com o KOH. Também foi possível verificar que a fração volumétrica da fase σ aumentou com o aumento do tempo de envelhecimento e com a temperatura. Para melhor visualizar esse comportamento foi construído um gráfico comparativo das duas condições estudadas, com os dados da tabela 4.1, conforme apresentado na figura 4.30.

Figura 4.30: Evolução da fração volumétrica da fase σ nas condições de tratamento térmico de 800°C e 900°C para tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos



4.5 ANÁLISE QUALITATIVA E SEMIQUANTITATIVA DOS MICROCONSTITUINTES DO AID SAF 2205

Para a análise qualitativa e semiquantitativa do AID SAF 2205 foram utilizadas três amostras do aço envelhecidas à 900°C e 800°C por 120 e 60 minutos. A amostra foi analisada utilizando-se um MEV com EDS acoplado. Os pontos de aplicação do EDS são apresentados nas imagens de MEV da figura 4.31. Os valores dos constituintes encontrados são apresentados na tabela 4.2 e 4.3.

Figura 4.31: Imagem de MEV do AID SAF 2205 envelhecido a 900°C por 120 minutos com pontos de aplicação de EDS. (a) Espectros de 1 até 4. (b) Espectros de 21 até 26. (c) Espectros de 15 até 20.

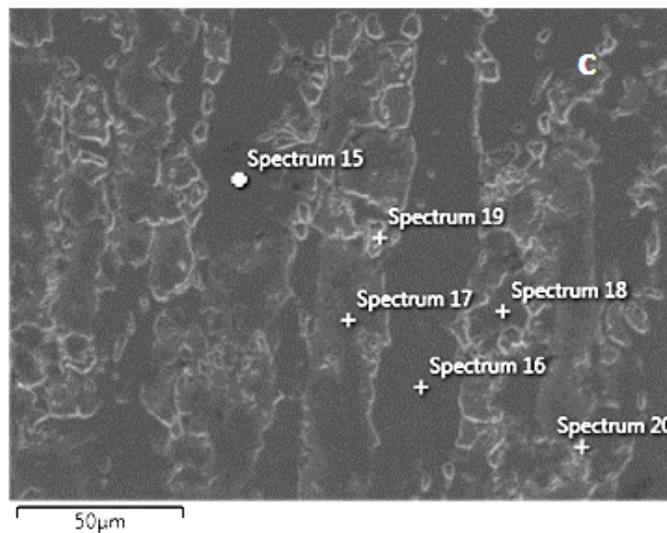
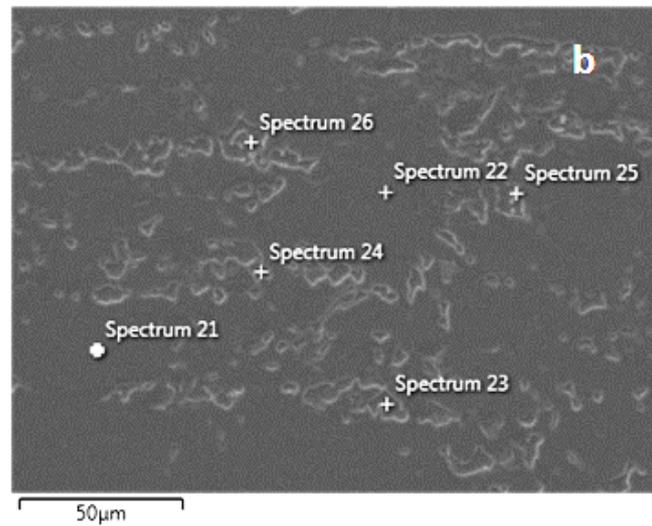
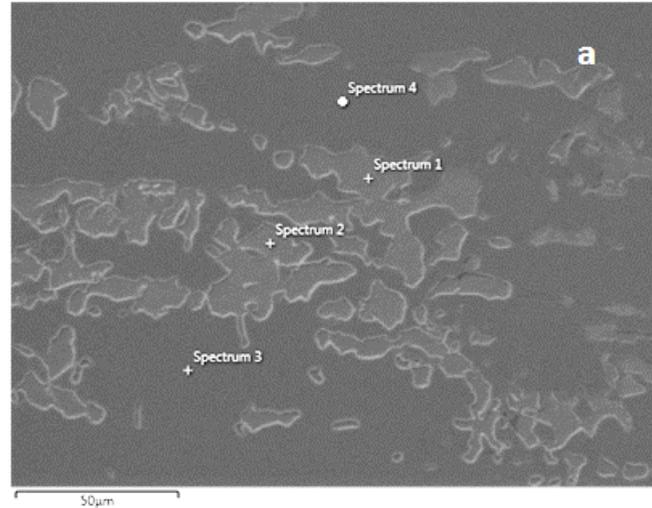


Tabela 4.2: Percentual dos microconstituintes das amostras de AID SAF 2205 envelhecidas a 900°C por 120 e 60 minutos analisada por MEV com EDS acoplado

Elementos	900°C envelhecido por 120 minutos (amostra 01)				900°C envelhecido por 60 minutos (amostra 03)					
	spectro 1	spectro 2	spectro 3	spectro 4	spectro 21	spectro 22	spectro 23	spectro 24	spectro 25	spectro 26
Ferro	44,59%	48,64%	49,69%	49,57%	49,89%	49,04%	47,65%	46,76%	48,53	49,83
Cr	17,52%	19,64%	16,8%	16,93%	16,49%	17,01%	19,44%	19,33%	17,7	16,89
Ni	2,45%	2,65%	4,75%	5,1%	4,92%	4,62%	3,25%	2,88%	3,96	4,82
Mo	2,51%	3,08%	2,16%	1,87%	2,10%	2,58%	3,66%	3,79%	3,01	1,88%

Tabela 4.3: Percentual dos microconstituintes da amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 800°C por 120 minutos analisada por MEV com EDS acoplado

Elementos	800°C envelhecido por 120 minutos (amostra 04)					
	spectro 15	spectro 16	spectro 17	spectro 18	spectro 19	spectro 20
Ferro	48,75%	49,36%	43,29%	48,10%	48,20%	48,92%
Cr	17,28%	17,04%	17,47%	17,42%	17,88%	17,27%
Ni	4,32%	4,54%	2,48%	4,19%	3,63	4,35%
Mo	2,74%	2,35%	2,83	3,13	3,30	2,64%

As imagens observadas na figura 4.31 (a), 4.31 (b) e 4.31 (c) evidenciam a presença da fase σ e γ_2 , como também citado por PARDAL et al. (2012) e KARAHAN (2014). Os resultados de EDS dessas imagens em alguns pontos preestabelecidos e gerando valores dos espectros característicos da fase σ , mostram que no espectro 1, os elementos constituintes apresentam as seguintes quantidades de Fe (44,59%), Cr (17,52%), Ni (2,45%) e Mo (2,51%). PARDAL et al. (2009) afirma que a fase σ para temperaturas de 240°C com envelhecimento de 240 minutos apresenta elementos como o de Fe (56,36%) Cr (32,12%), Ni (3,84%) e Mo (6,85%). JACKSON (1993) estudou a composição da fase σ precipitada na condição de envelhecimento de 850°C e tempos de envelhecimento de 10 a 30 minutos para um AID SAF 2205, tendo obtido os elementos Cr (29%), Ni (3%) e Mo (10%). Vê-se então que os resultados obtidos nesta pesquisa, nas pesquisas de PARDAL et al. (2009) e JACKSON (1993) são diferentes, do que pode-se concluir que a composição da fase σ variará com as condições de tratamento do AID. MAGNABOSCO (2001), afirma que dependendo da composição, temperatura e tempo de envelhecimento a composição da fase σ pode ser modificada.

No entanto, para as condições de tratamento estabelecidas e apresentadas nas tabelas 4.2 e 4.3, verifica-se que a quantificação dos elementos apresentam características semelhantes em relação as fases presentes. Verifica-se uma diminuição do Ni e Fe, e aumento da quantidade de Cr e Mo, as regiões onde apresentam características de fase σ foram marcadas na figura 4.31 (a) e (b), atacadas com o reagente KOH, e identificadas pelos pontos: 1, 2, 23, 24 e 25, os outros pontos identificados possuem características de fase γ_2 .

Na figura 4.31 (c) por ser um tratamento com uma temperatura de 800°C e 120 minuto, apresenta na sua composição um percentual de fase σ menor, dificultando a quantificação através do EDS, nos pontos 15, 16 e 17 são provavelmente fase γ_2 , os demais característicos da fase σ , por apresentar uma formação em fase inicial, o EDS varre uma área abrangendo outras fase mascarando a leitura.

4.6 DETERMINAÇÃO DA ENERGIA ABSORVIDA PELO AID SAF 2205 ATRAVÉS DO ENSAIO DE IMPACTO E ANÁLISE DA FRATURA

4.6.1 Cálculo da energia absorvida pelo AID SAF 2205

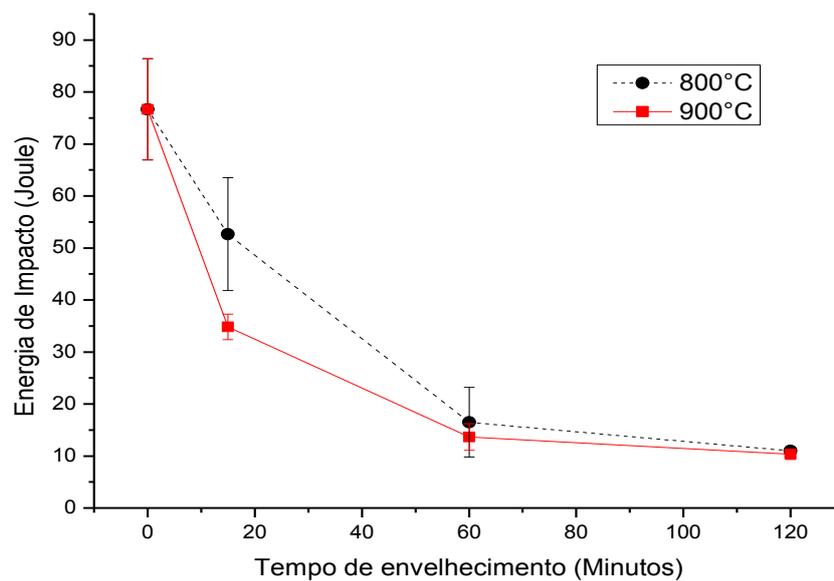
As amostras envelhecidas nas temperaturas de 800°C e 900°C, com tempos de envelhecimento de 15, 60 e 120 minutos foram submetidas a ensaio de impacto, inclusive o material como recebido (condição inicial). Os resultados obtidos são apresentados na tabela 4.4.

Tabela 4.4: Energia absorvida pelo ensaio de impacto das amostras de AID SAF 2205 envelhecidas nas temperaturas de 800°C e 900°C, com tempos de envelhecimento de 15, 60 e 120 minutos

	Tempo (minutos)	Energia Charpy (J)			Média	Estado final
	0	80,0	70,0	80,0	76,67	Não rompeu
800°C	15	50,0	60,0	48,0	52,67	Rompeu
	60	18,0	12,0	19,5	16,50	Rompeu
	120	11,0	11,0	11,0	11,00	Rompeu
	15	36,5	34,0	34,0	34,83	Rompeu
900°C	60	12,0	14,0	15,0	13,67	Rompeu
	120	10,0	11,0	10,0	10,33	Rompeu

Pela análise da tabela 4.3 pode-se verificar que a energia média absorvida variou entre 10 J e 80 J. O menor valor de energia absorvida se deu para a condição de envelhecimento mais severa, ou seja, a 900°C e 120 minutos. Nessa condição ocorreram os maiores valores de precipitação da fase σ . Já o maior valor de energia absorvida ocorreu no material como recebido, devido a não presença de fases fragilizantes nessa condição. Para melhor visualizar o comportamento da variação da capacidade de absorção de energia com o envelhecimento dos materiais foram construídos gráficos relacionando energia absorvida com o tempo de envelhecimento para as duas condições de temperatura estudadas, conforme apresentado na figura 4.32. No eixo das abscissas são apresentados os tempos de envelhecimento (em minutos). No eixo das ordenadas são apresentados os valores de Energia de Impacto Charpy (em Joule).

Figura 4.32: Acompanhamento da Energia de Impacto Charpy para o AID SAF 2205 envelhecido na temperatura de 800°C e 900°C para os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos



Da análise da figura 4.32 verifica-se que o comportamento da energia Charpy é o mesmo em ambas as condições de temperatura de envelhecimento, ou seja, a energia absorvida decresce com o aumento do tempo de envelhecimento. Isso se dá devido ao aumento da precipitação de fases fragilizantes, principalmente da fase σ , que precipita nessa faixa de temperatura. DOS SANTOS (2008) afirma que a formação desta fase acarreta

variações na tenacidade e resistência mecânica do material. FARGAS et al. (2009) afirmam que valores de fase σ superiores a 4% reduzem em até 70% a resistência ao impacto do aço. No gráfico da figura 4.32 verifica-se que na temperatura de 800°C envelhecido por 60 minutos onde tem aproximadamente 3% de fase σ , verifica-se uma redução da energia de 79%, para 900 °C envelhecido por 60 minutos com aproximadamente 15% de fase σ a tenacidade reduz em 82%.

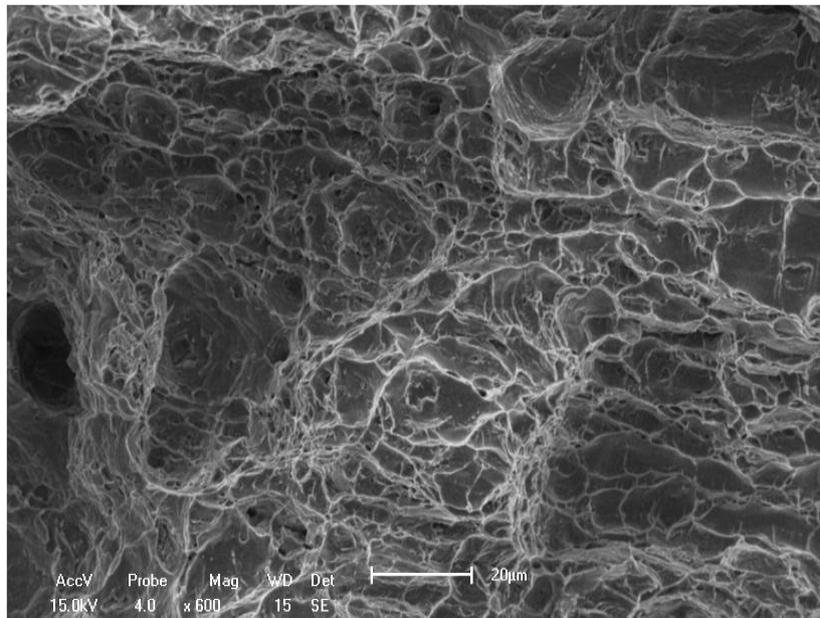
4.6.2 Estudo da superfície de fratura do material

WENG (2004) e PARDAL (2009) investigaram as microestruturas das superfícies de fraturas obtidas por ensaio de impacto para relacionar a fragilidade e ductilidade de um AID SAF 2205 com a quantidade de fases fragilizantes presentes. Com o mesmo objetivo foi realizado estudo do perfil de fratura do AID SAF 2205 utilizado nesta pesquisa a partir de ensaio de Impacto Charpy para a amostra como recebida e todas as demais condições de tratamento. Nas figuras 4.33 e 4.34 são apresentadas imagens de fratura do material como recebido. A imagem da figura 4.33 foi obtida por MO. A imagem da figura 4.34 foi obtida por MEV.

Figura 4.33: Imagem da amostra do AID SAF 2205 como recebido obtida por MO após ensaio de impacto



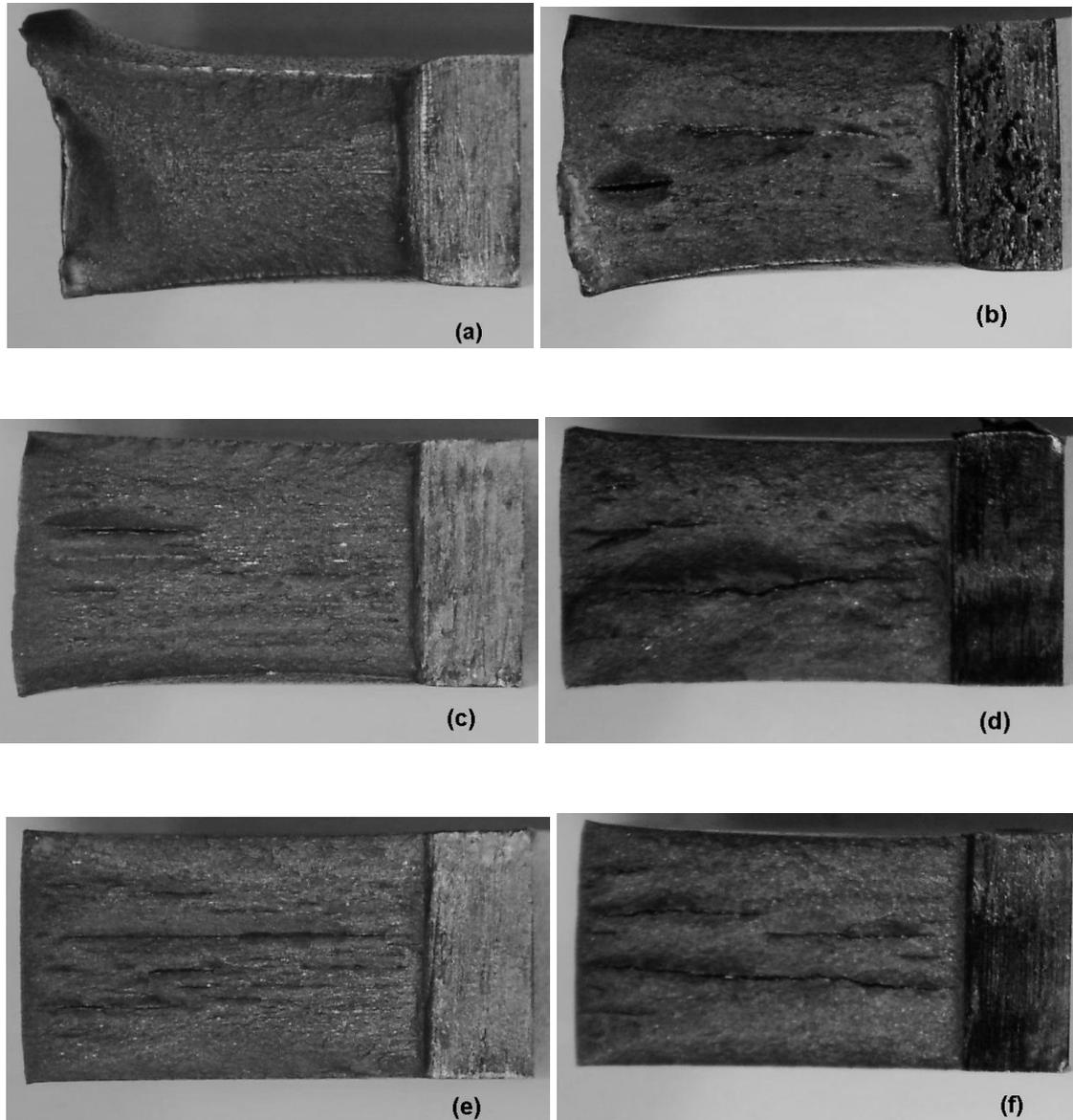
Figura 4.34: Imagem da amostra do AID SAF 2205 como recebido obtida por MEV após ensaio de impacto



Da análise da figura 4.33 pode-se verificar uma superfície de fratura característica de um material dúctil. Na condição inicial (material como recebido) não houve rompimento total do corpo de prova, havendo uma deformação plástica na face oposta a do chanfro. Na figura 4.34 é capaz de observar o comportamento dúctil da fratura devido a presença de alvéolos (dimples) em toda superfície de fratura, em forma de inúmeras microcavidades, característica de fratura dúctil.

Para verificar uma possível modificação no perfil de fratura do material envelhecido foram realizadas imagens das superfícies de fratura dos materiais nas demais condições de tratamento. Na figura 4.35 são apresentadas imagens de MO das superfícies da fratura do material como recebido e para as condições de tratamento térmico de 800°C e 900°C .

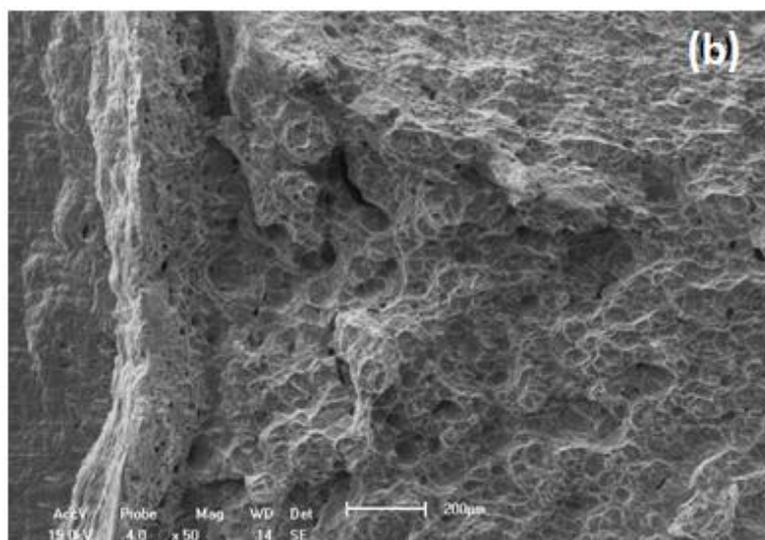
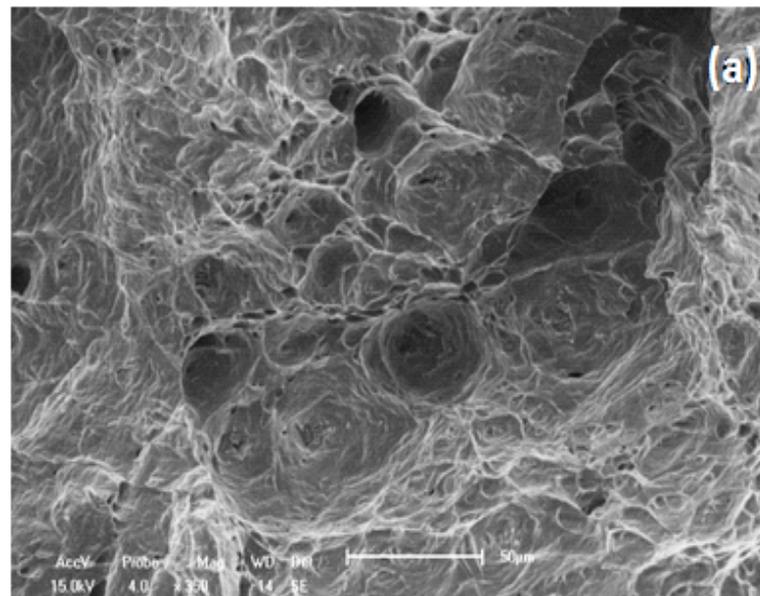
Figura 4.35: Imagem das amostras do AID SAF 2205 em todas as condições de tratamento após ensaio de impacto. (a) tratamento a 800°C por 15 minutos; (b) 900°C por 15 minutos; (c) 800°C por 60 minutos; (d) 900°C por 60 minutos; (e) 800°C por 120 minutos e (f) 900°C por 120 minutos



Da análise da figura 4.35 pode-se verificar que com o aumento da temperatura e o tempo de envelhecimento houve um menor alongamento da face oposta ao chanfro. Também pode-se constatar que diferentemente do que ocorreu com o material como recebido, já houve ruptura total a partir da condição de envelhecimento menos severa, ou seja, 800°C e 15 minutos (figura 4.35 (a)). Ainda da análise da figura 4.35 pode-se verificar que houve o aparecimento de trincas a partir da temperatura de 800°C e 60 minutos (figura 4.35 (c)).

Segundo Fargas (2009) a medida que aumenta a precipitação da fase σ , há um aumento no surgimento de trincas, o que é determinante para o aumento da fragilidade do material. Estas trincas ocorrem preferencialmente nos contornos das partículas de fase σ , orientadas na direção de laminação. Para melhor visualizar o perfil da superfície de fratura imagens de MEV foram realizadas para todas as condições de envelhecimento, conforme apresentado nas figuras 4.36 a 4.41. Na figura 4.36 é apresentada a imagem de MEV na condição de tratamento de 800°C e 15 minutos.

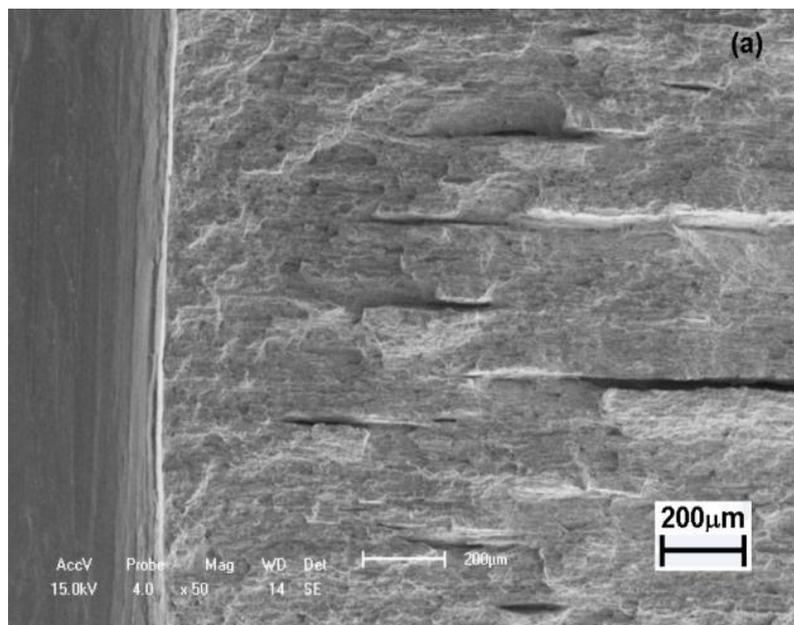
Figura 4.36: Imagem da superfícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 800°C por 15 minutos (a) formação de dimples e (b) imagem da borda da amostra proximo ao entalhe (imagens obtida por MEV)

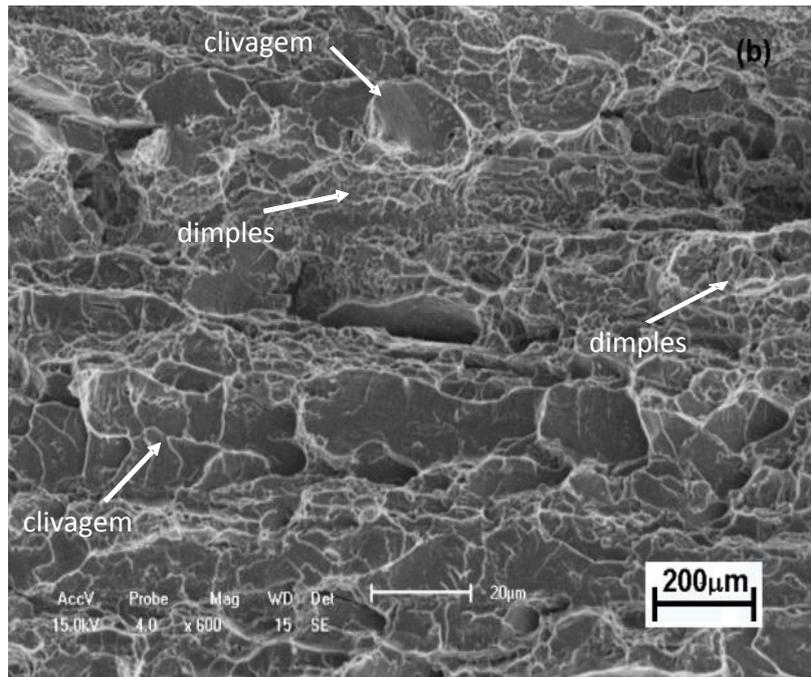


Pela análise da figura 4.36 (a) pode-se observar a formação de inúmeras microcavidades (dimples), semelhantemente ao que ocorreu na superfície de fratura da amostra como recebida (figura 4.34), o que representa uma fratura característica de material dúctil. YANG (2014) relaciona microcavidades com esse formato à fratura ductil, devido a pequena formação de fases fragilizantes para essa condição de tratamento. Dessa forma pode-se concluir que a quantidade de fase σ presente nessa condição ainda foi insuficiente para fragilizar severamente o material. Na figura 4.37 (b) é possível observar-se a presença de algumas microtrincas, o que caracteriza o início da fragilização do material.

Nas figuras 4.37 e 4.38 são apresentadas as imagens de MEV na condição de tratamento de 800°C e tempos de 60 minutos e 120 minutos e nas figuras 4.39, 4.40 e 4.41 para 900°C e tempos de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos.

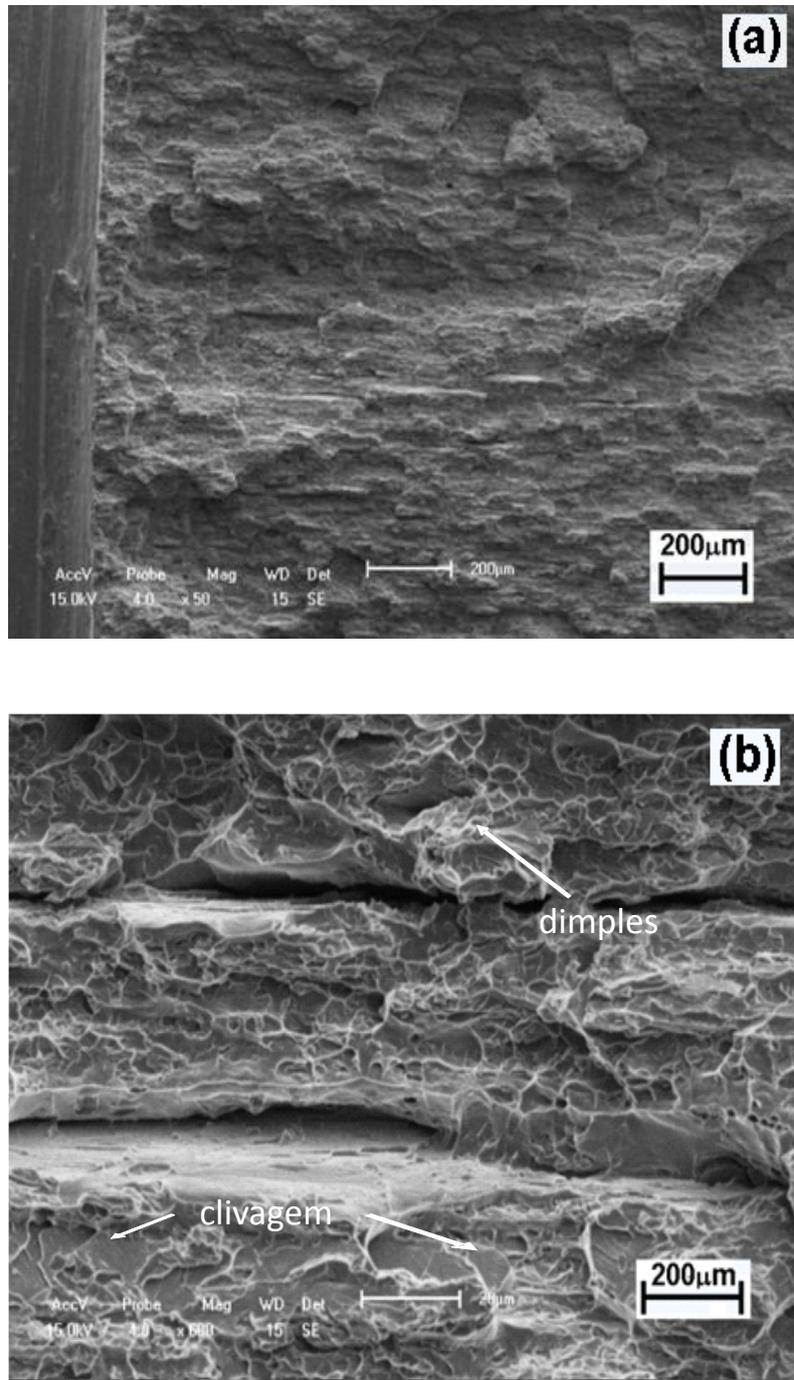
Figura 4.37: Imagem da superfície de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 800°C por 60 minutos. (a) área de fratura na região do entalhe (b) regiões com clivagens e dimples (imagens obtidas por MEV)





Pela análise da figura 4.37 (a) pode-se observar a redução na quantidade microcavidades (dimples), quando comparada a imagem da amostra como recebida (figura 4.34) e da amostra envelhecida a 800°C por 15 minutos (figura 4.36), o que representa uma redução na ductilidade do material com o aumento do tempo de envelhecimento. Já na figura 4.37 (b) é possível observar-se a presença de algumas microtrincas, o que caracteriza o início da fragilização do material. Também é possível se verificar um rompimento em forma de clivagem caracterizada pela presença de alguns degraus. Para se verificar a evolução no processo de fragilização do material uma amostra da superfície envelhecida por mais tempo (120 minutos) é apresentada na figura 4.38.

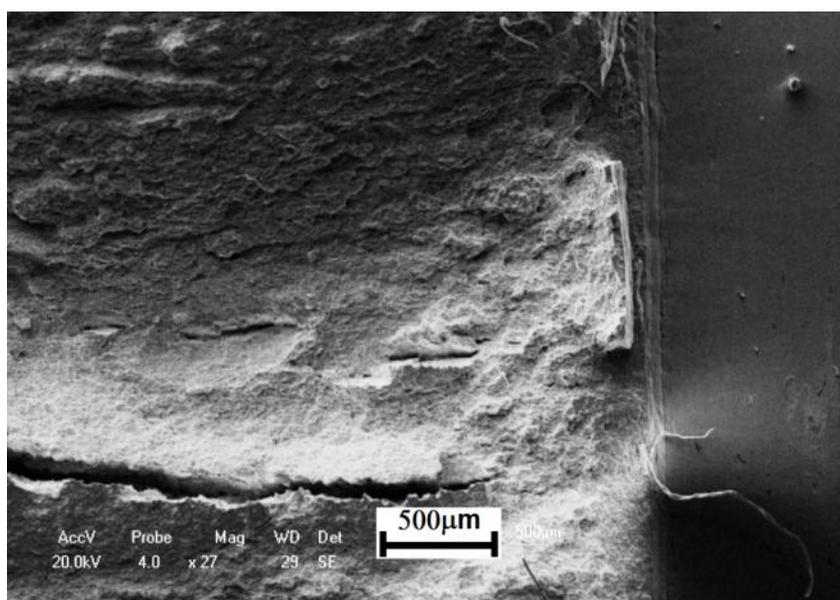
Figura 4.38: Imagem da superfícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 800°C por 120 minutos. (a) área de fratura na região do entalhe (b) regiões com clivagens e dimples (imagens obtidas por MEV)



Pela análise da figura 4.38 (a) não observa-se a presença de microcavidades (dimples), quando comparada a imagem da amostra envelhecida a 800°C por 60 minutos (figura 4.37) e o aumento da quantidade de clivagem, o que representa o aumento no grau

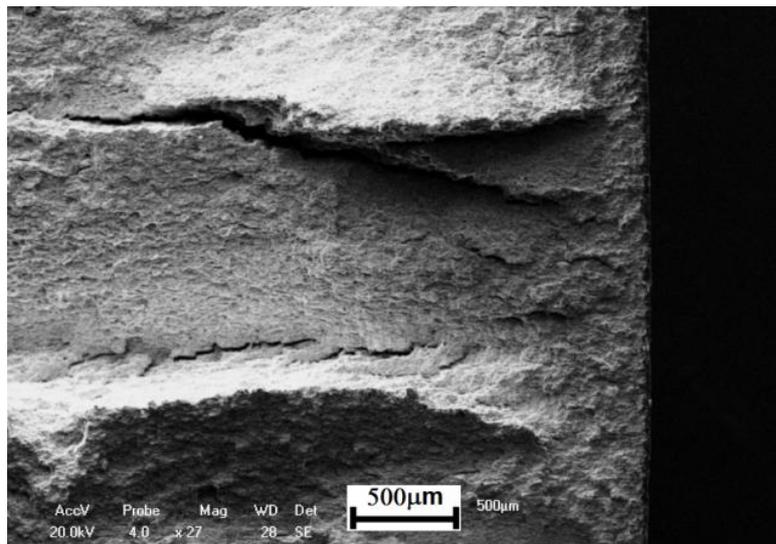
de fragilização do material. Já na figura 4.38 (b) é possível observar a presença trincas, o que caracteriza um comportamento frágil do material proveniente do aumento da quantidade da fase fragilizante σ . Para se verificar a evolução no processo de fragilização do material, uma amostra da superfície envelhecida a uma mais alta temperatura é apresentada na figura 4.39.

Figura 4.39: Imagem da superfícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 900°C por 15 minutos (imagem obtida por MEV)



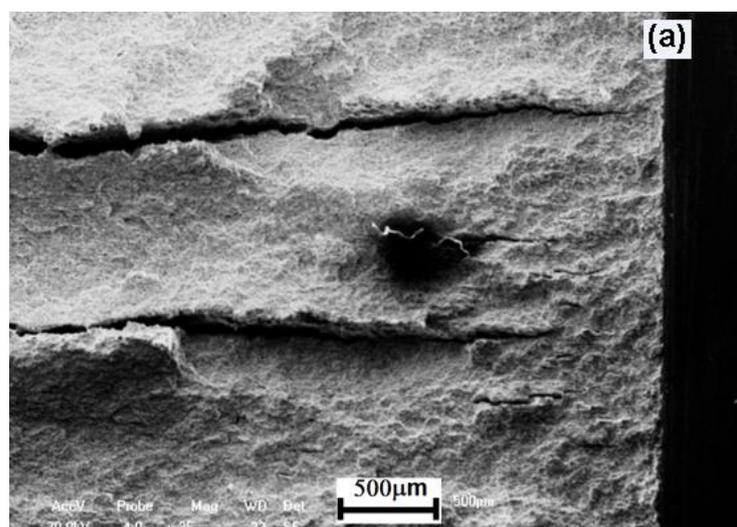
Da análise da figura 4.39 pode-se observar que o aumento da temperatura de 800°C para 900°C, mantido o tempo de envelhecimento em 15 minutos já foi suficiente para mudar o comportamento da fratura de dúctil (800°C e 15 minutos) para frágil (900°C e 15 minutos). Na figura 4.39 pode-se verificar algumas trincas perpendiculares ao entalhe e a inexistência de microtrincas, já caracterizando uma diminuição da ductilidade. Para se verificar a evolução no processo de fragilização do material uma amostra da superfície envelhecida para tempo (60 minutos) é apresentada na figura 4.40.

Figura 4.40: Imagem da superfícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 900°C por 60 minutos (imagem obtida por MEV)



Da análise da figura 4.40 pode-se observar que o aumento do tempo de envelhecimento de 15 minutos para 60 minutos causou uma pequena mudança na superfície de fratura com a redução das microcavidades (dimples). Pode-se verificar algumas trincas perpendiculares ao entalhe e a inexistência de microcavidades, já caracterizando uma diminuição da ductilidade. Para se verificar a evolução no processo de fragilização do material uma amostra da superfície envelhecida por mais tempo (120 minutos) é apresentada na figura 4.41.

Figura 4.41: Imagem da superfícies de fratura da amostra do AID SAF 2205 após ensaio de impacto envelhecido a 900°C por 120 minutos (imagem obtida por MEV)

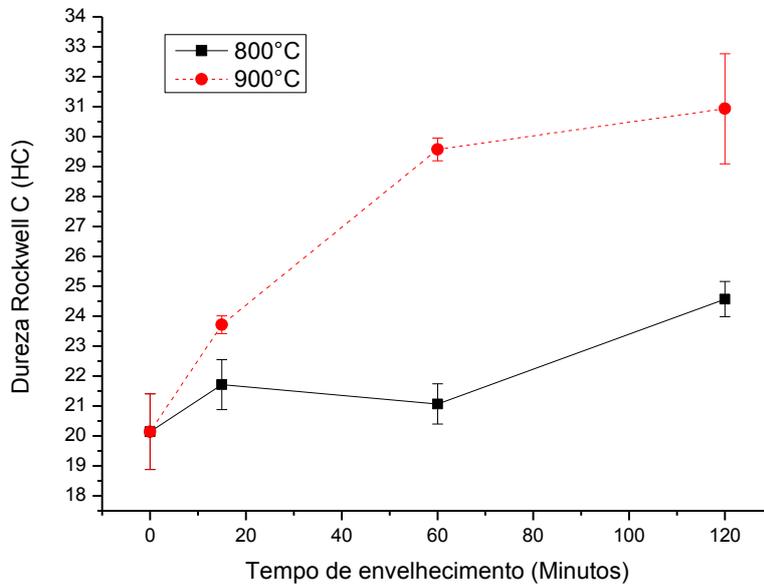


Da análise da figura 4.41 pode-se observar que o aumento do tempo de envelhecimento de 60 minutos para 120 minutos não causou uma mudança significativa na superfície de fratura. Pode-se verificar algumas trincas perpendiculares ao entalhe e a inexistência de microcavidades, já caracterizando uma fratura frágil. Isso é justificável observando-se o comportamento da curva de energia absorvida (figura 4.32), onde para os tempos de 60 minutos e 120 minutos, não houve variação significativa no seu valor, o que indica que a quantidade de fase fragilizante σ já foi suficiente para fragilizar o material a partir do tempo de 60 minutos na temperatura patamar de 900°C.

4.7 ESTUDO DA DUREZA DO AID SAF 2205 COMO RECEBIDO E ENVELHECIDO

FRANÇA NETO (2011) e Pardal (2009) estudaram o perfil de dureza de aço duplex SAF 2205 e conseguiram correlacionar a dureza com a presença da fase σ , afirmando que o aumento da dureza se deu a medida que as amostras foram envelhecidas em condições mais severas de temperatura e tempo. Na figura 4.42 são apresentados os valores de dureza Rockwell C para as amostras do AID SAF 2205 como recebido e envelhecido na temperatura de 800°C e 900°C. No eixo das abscissas são apresentados os tempos de envelhecimento. No eixo das ordenadas são apresentados os valores de dureza Rockwell C.

Figura 4.42: Valores de Dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido e envelhecido nas temperaturas de 800°C e 900°C nos tempos de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos

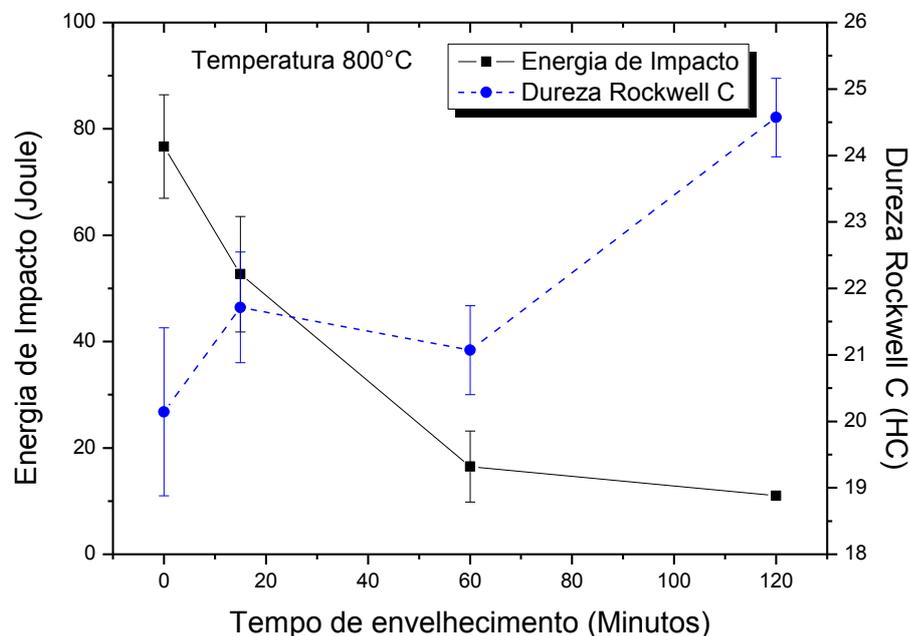


Da análise da figura 4.42 pode-se ver um aumento mais lento da dureza nos intervalos de 0 minuto (amostra como recebida) até 60 minutos das amostras envelhecidas a 800°C. A figura 4.42. Mostra que a cinética de endurecimento nas temperaturas de 800 e 900°C, são bem distintas, sendo mais lenta para a temperatura de 800°C. Isto pode ser melhor observado pelo aumento da quantidade de fase σ , na sua temperatura de 800°C ter cinética bem menor. A Figura 4.32 deixa claro o efeito da quantidade de fase σ nos valores de energia Charpy. Observa-se que para valores a partir de 3% a tenacidade já está comprometida. Já para a amostra envelhecida na temperatura de 900°C pode-se observar um comportamento diferente, com o rápido aumento de dureza associado à formação da fase σ . Dessa forma pode-se concluir que os valores de dureza sensíveis à formação da fase σ e seu surgimento pode ser acompanhado por esse aumento de valores de dureza.

Para comparar o comportamento da curva de dureza com a capacidade de absorção de energia do AID SAF 2205 como recebido e envelhecido foi contruido um gráfico relacionando essas grandezas, em função do tempo de envelhecimento, conforme figuras 4.43 e 4.44. Na figura 4.43 são apresentados os valores da análise comparativa de dureza e

energia absorvida para a temperatura de 800°C. Na figura 4.44 são apresentados os valores da análise comparativa de dureza e energia absorvida para a temperatura de 900°C.

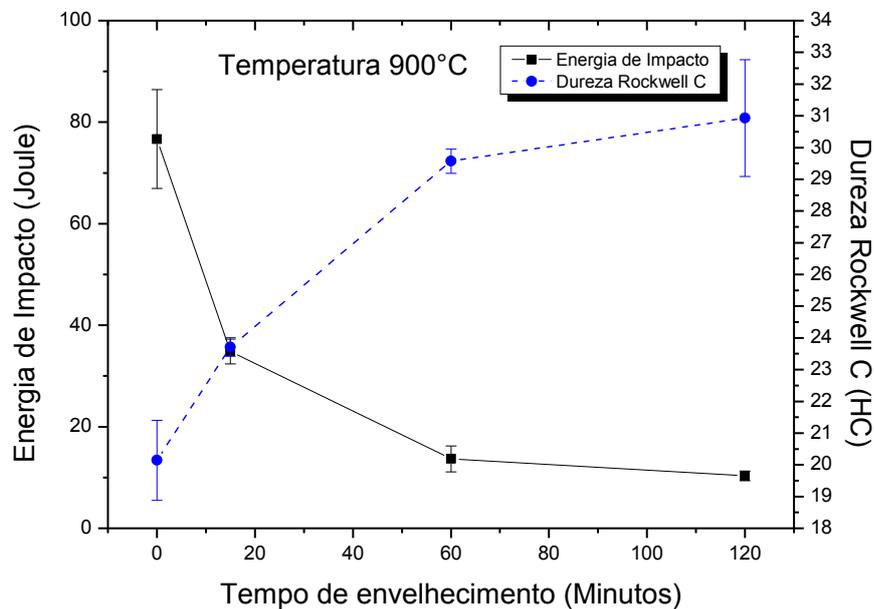
Figura 4.43: Gráfico de Energia de Impacto Charpy e dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido a 800°C



Da análise da figura 4.43 pode-se verificar que a dureza aumentou e a energia de impacto diminuiu com o aumento do tempo de envelhecimento do material. No intervalo de 0 a 60 minutos a dureza do material não se modificou, já que seus valores variaram dentro da margem de erro, isso se deve a cinética de formação de fase σ ser lenta. Por outro lado, neste mesmo intervalo já houve queda significativa nos valores de energia de impacto. TAVARES (2000) encontrou comportamento semelhante para os valores de dureza no intervalo de envelhecimento de 0 a 15 minutos na mesma temperatura estudada e atribuiu esse resultado à não formação da fase σ . No entanto, no estudo proposto, os resultados de DRX e MO para os tempos de envelhecimento até 60 minutos comprovaram a precipitação da fase σ , levando-se a conclusão de que nestas condições de tratamento para tempos de 15 até 60 minutos os valores de dureza são maiores do que do material na condição inicial. Isto indica que a dureza capta o surgimento da fase σ . Contudo, como a cinética desta é lenta, para esses tempos a diferença de σ não é suficiente para interferir nos valores de dureza. Desta forma é mais indicado o estudo por energia de impacto, já que os resultados mostraram

que o valor de energia de impacto já diminuiu para a primeira condição de tratamento (tempo de 15 minutos).

Figura 4.44: Gráfico de Energia de Impacto Charpy e dureza Rockwell C para o AID SAF 2205 como recebido e envelhecido a 900°C



Da análise da figura 4.44 pode-se verificar que com o aumento da temperatura de envelhecimento (900°C), diferentemente do que aconteceu na temperatura de envelhecimento de 800°C, tanto os valores de dureza quanto o estudo da energia de impacto foram capazes de detectar a presença da fase σ já para o tempo de envelhecimento de 15 minutos. A dureza aumentou enquanto que a energia absorvida diminuiu. Isso se deu devido ao aumento da formação da fase σ com o aumento da temperatura e tempo de envelhecimento. Comparando-se as figuras 4.43 e 4.44 pode-se ver ainda que para um mesmo tempo de envelhecimento, o aumento da temperatura gerou um aumento do valor de dureza e uma redução da capacidade de absorção de energia. Dessa forma pode-se concluir que os valores de dureza são sensíveis à formação da fase σ e seu surgimento pode ser acompanhado por esse aumento de seus valores ou pela redução dos valores de energia absorvida, e ainda que, para a temperatura de 900°C a fragilização do material ocorreu mais cedo, o que está em consonância com os resultados obtidos por SILVA (2009). A análise da figura 4.43 mostra que para a temperatura de 800°C, a cinética de formação da fase é menor,

os valores de dureza obtidos para tempos até 60 minutos, são praticamente iguais. Isto ocorre para quantidades de fase σ até 3%, o que já compromete a tenacidade do material.

4.8 ESTUDO DO COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DO AID SAF 2205 COM O ENVELHECIMENTO

Em 1923 Bain descobriu uma fase não magnética composta de Fe-Cr atualmente conhecida como fase σ (ROMANA, 2009). Segundo POHL (2007) a fase σ é uma fase não magnética e intermetálica. CALLISTER (2009) afirma que as ferritas α e δ em temperaturas inferiores a 768 °C são magnética enquanto a fase γ é não magnética. A partir disso pode-se inferir que a precipitação da fase σ reduz a quantidade da ferrita δ no material, pois o maior percentual de sua precipitação ocorre nos seus contornos de grãos, o que levará a redução da fração volumétrica de um material magnético e o aumento da fração volumétrica de um material não magnético, reduzindo assim a permeabilidade magnética do material.

A partir da suposição de que o aumento na fração volumétrica da fase σ reduz a permeabilidade do material, estudou-se o comportamento da variação da permeabilidade magnética em função da precipitação dessa fase. Inicialmente foram levantadas as curvas de magnetização do material $B \times H$ para as duas temperaturas estudadas (800°C e 900°C). A partir dessas curvas foram calculadas as permeabilidades magnéticas para cada temperatura, dadas pelo valor da inclinação de cada uma das curvas de magnetização $B \times H$. Em seguida esses valores foram comparados com os teores de fase σ e com os valores de energia absorvida. Ainda foi determinado o valor de H ótimo utilizado no estudo do envelhecimento do AID SAF 2205 por este método.

4.8.1 Acompanhamento do envelhecimento do AID SAF 2205 pelas curvas de permeabilidade magnética

As curvas $B \times H$ para as duas condições de tratamento térmico são apresentadas nas figuras 4.45 e 4.46. Na figura 4.45 são apresentados os valores de $B \times H$ para a temperatura de 800°C e na figura 4.46 para a temperatura de 900°C. No eixo das abscissas são apresentados os valores do campo magnético aplicado. No eixo das ordenadas são representados os valores do campo magnético induzido.

Figura 4.45: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 800°C e os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos

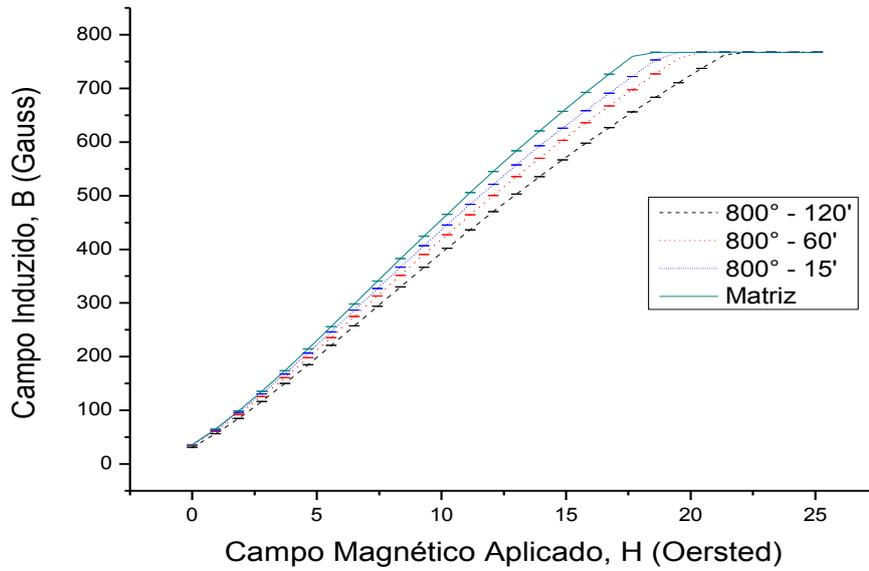
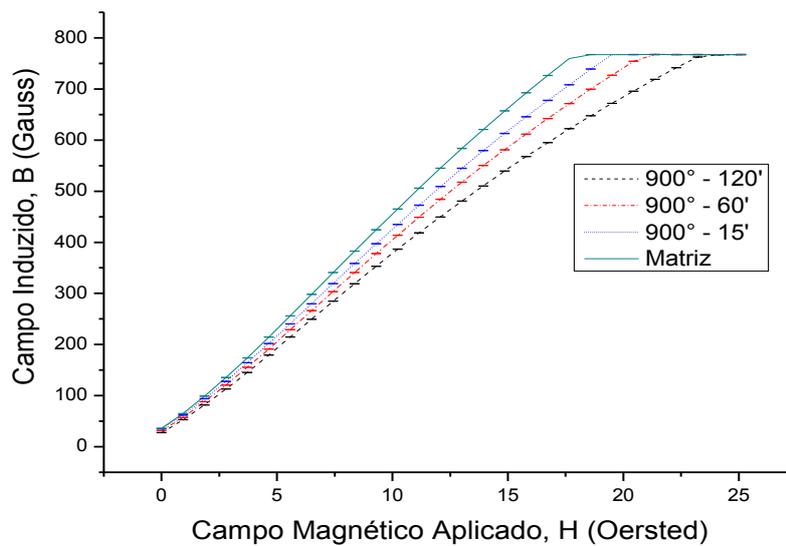


Figura 4.46: Curva de B x H do AID SAF 2205 para a temperatura de 900°C e os tempos de envelhecimento de 15 minutos, 60 minutos e 120 minutos



Da análise das figuras 4.45 e 4.46 pode-se verificar que com a variação do valor de H de 0 Oe até 25 Oe os valores de B também variaram de maneira diretamente proporcional. Também é possível notar que os valores de B induzidos para um mesmo valor de H

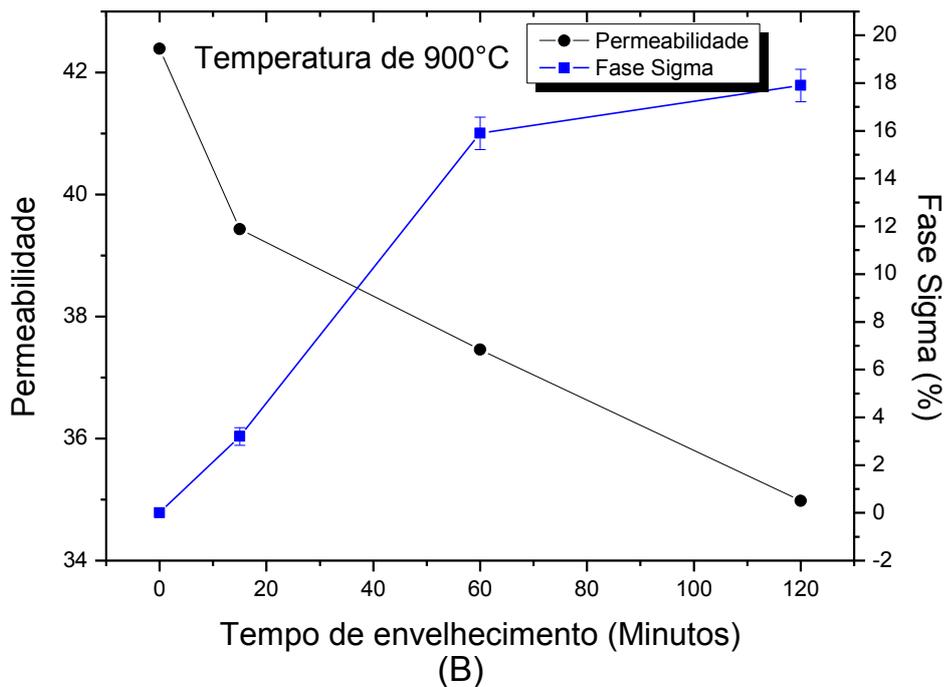
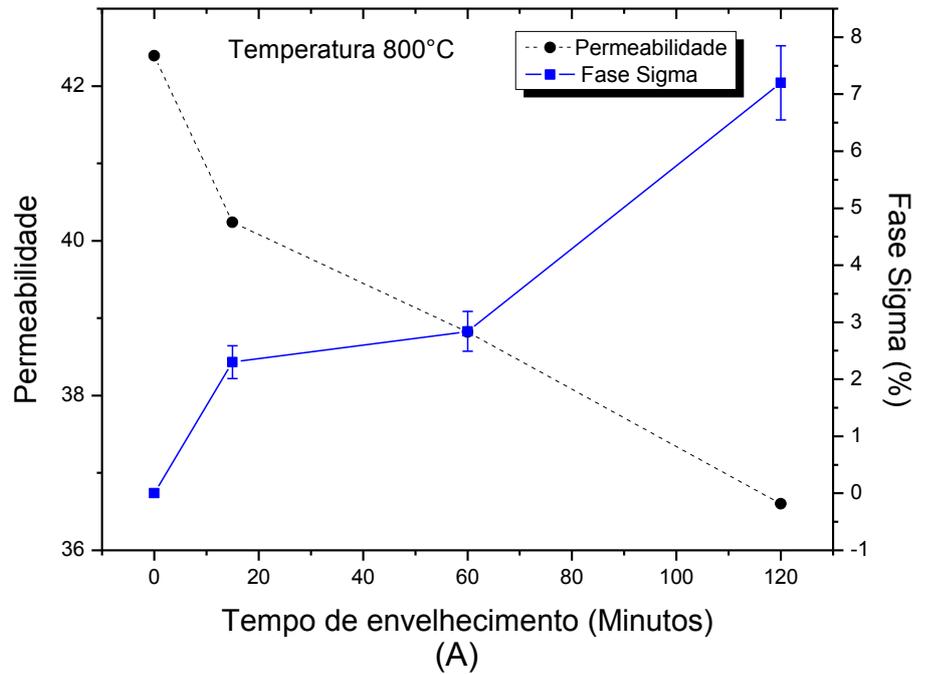
reduziram-se com o aumento do tempo de envelhecimento. Isso também pode ser observado verificando-se os valores de H que levaram à estabilização dos valores de B em determinado patamar (onde ocorreu a saturação do sensor Hall) foram menores para os tempos de envelhecimento mais baixos. Pode-se observar que a saturação do sensor ocorreu mais cedo, em ambas as temperaturas, para o material como recebido, ou seja, o valor de permeabilidade magnética é maior para material como recebido, e foi diminuindo com o aumento do tempo e temperatura de envelhecimento. Na tabela 4.4 são apresentados os valores de permeabilidade magnética obtidos pelo cálculo da inclinação das curvas de magnetização apresentadas nas figuras 4.45 e 4.46.

Tabela 4.5: Valores das permeabilidades magnética obtidas para o AID SAF 2205 envelhecido nas temperaturas de 800°C e 900°C

Temperatura	Tempo de envelhecimento (minutos)			
	0	15	60	120
800°C	42,39±0,30	40,24±0,31	38,82±0,27	36,60±0,26
900°C	42,39±0,30	39,42±0,28	37,46±0,28	34,98 ±0,26

Para um melhor entendimento do comportamento das variáveis relacionadas na tabela 4.4 foram construídos gráficos relacionando os valores de permeabilidade magnética para cada tempo de envelhecimento, nas temperaturas de 800°C e 900°C. Na figura 4.47 (a) são apresentados os valores de fase σ e permeabilidade magnética para a temperatura de 800°C e na figura 4.47 (b) para a temperatura de 900°C. No eixo das abscissas são apresentados os tempos de envelhecimento. No eixo das ordenadas à esquerda são apresentados os valores de permeabilidade magnética. No eixo das ordenadas à direita são apresentados os valores de fração volumétrica de fase σ .

Figura 4.47: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase σ para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C

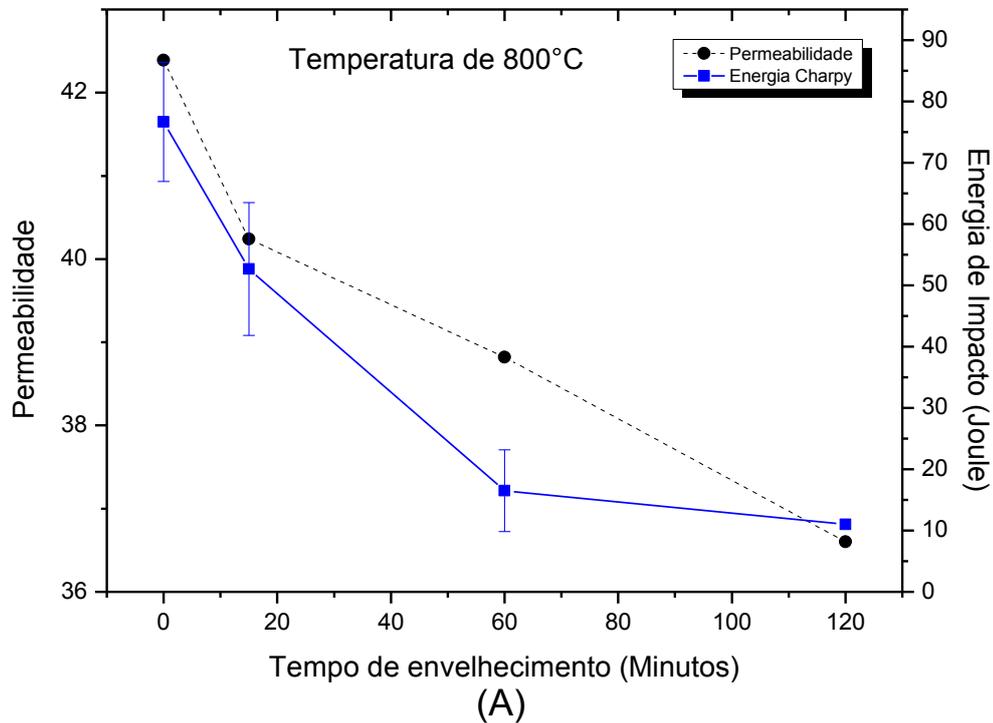


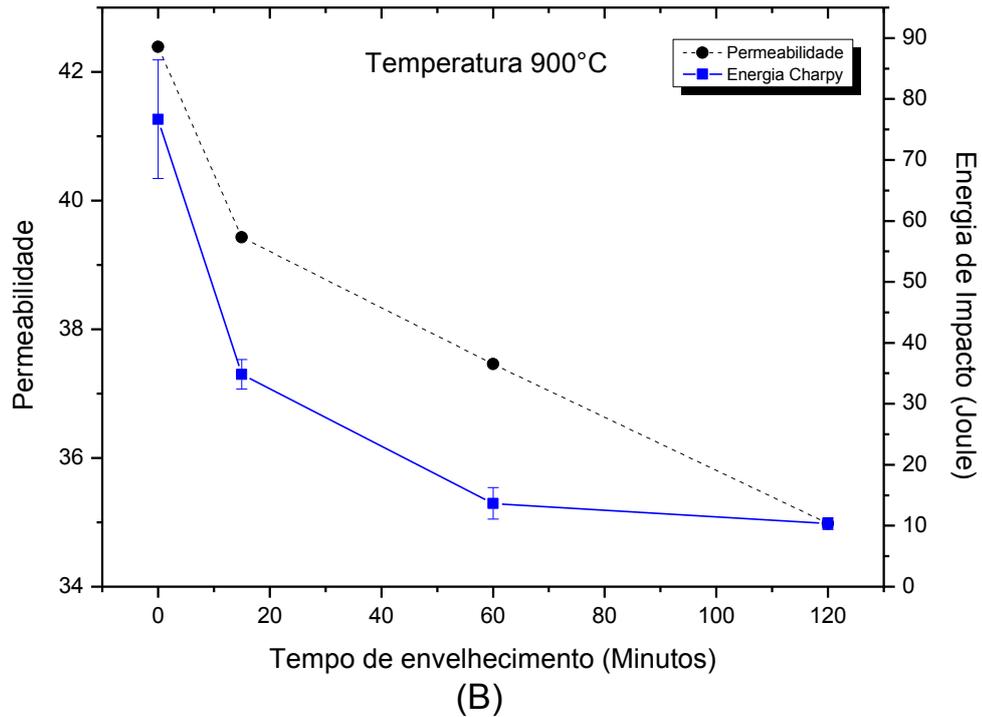
Pela análise da figura 4.47 (a) pode-se verificar que a permeabilidade magnética caiu com o tempo de envelhecimento do material, confirmando os resultados obtidos por

TAVARES (2000), ou seja, o aumento da fração volumétrica de uma fase não magnética como a fase σ reduz a capacidade de magnetização do material. Nota-se ainda uma queda nos valores de permeabilidade magnética já no tempo de envelhecimento de 15 minutos e temperatura de 800°C. Efeito similar ocorreu para a temperatura de 900°C (figura 4.47 b).

Uma análise relacionando os valores de permeabilidade magnética com a energia de impacto também foi realizado, conforme resultados apresentados na figura 4.48. Na figura 4.48 (a) são apresentados os valores de energia de impacto e permeabilidade magnética para a temperatura de 800°C e na figura 4.48 (b) para a temperatura de 900°C.

Figura 4.48: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase σ para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C

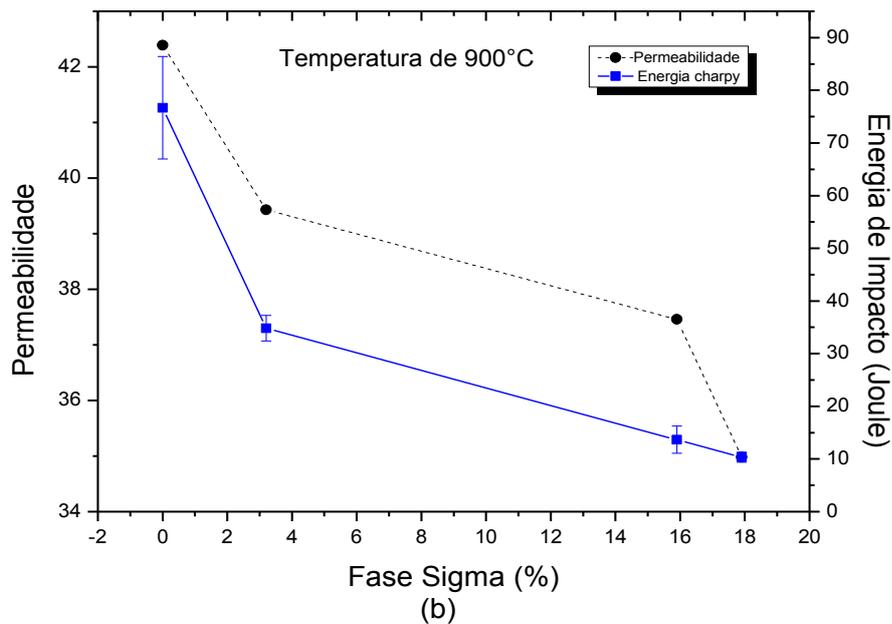
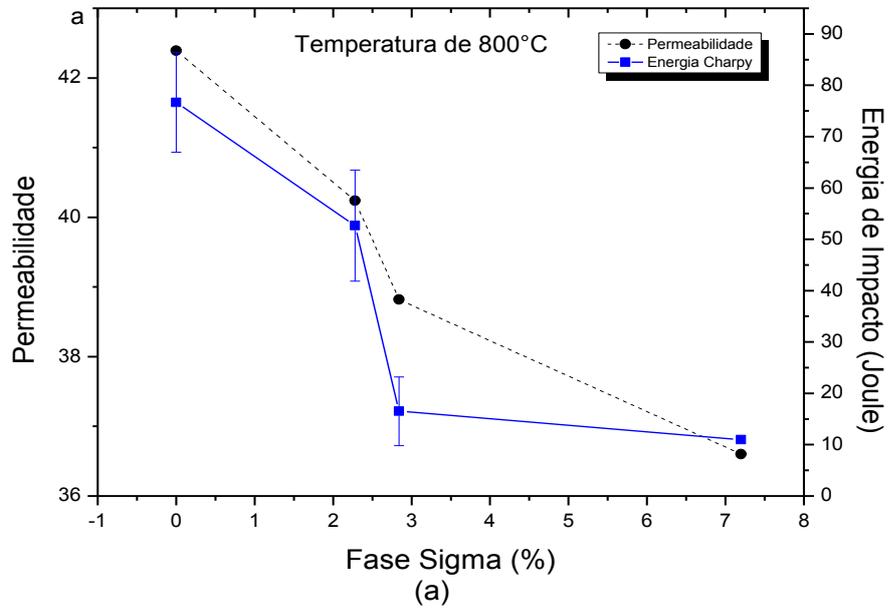




Pela análise da figura 4.48 (a) pode-se verificar que, assim como ocorreu com os resultados apresentados na figura 4.47 relacionando permeabilidade magnética e fase σ , os valores de permeabilidade magnética caíram com o tempo de envelhecimento do material, e os valores de energia Charpy acompanharam essa tendência, tendência verificada para a temperatura de 900°C (figura 4.48 b).

Outro estudo ainda fora realizado, relacionou os valores de permeabilidade magnética, energia de impacto e fração volumétrica de fase σ conforme resultados apresentados na figura 4.49. Na figura 4.49 (a) são apresentados os valores de energia de impacto e permeabilidade magnética para a temperatura de 800°C e na figura 4.49 (b) para a temperatura de 900°C.

Figura 4.49: Gráfico de permeabilidade magnética e fração volumétrica de fase σ para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C



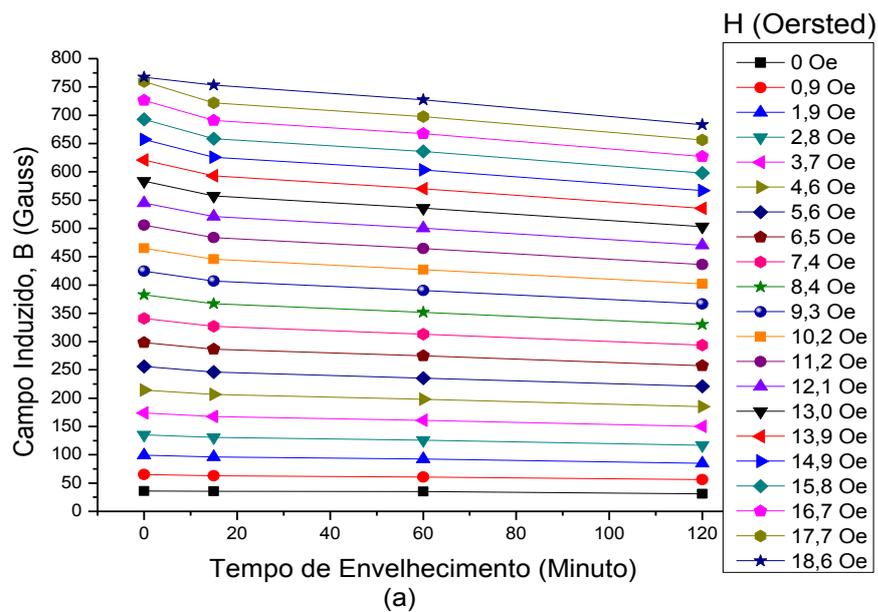
Pela análise da figura 4.49 (a) pode-se verificar que, assim como ocorreu com os resultados apresentados na figura 4.47 relacionando permeabilidade magnética e fase σ , os valores de permeabilidade magnética caíram com o aumento da fração volumétrica de fase

σ e que os valores de energia Charpy acompanharam essa tendência, ou seja, também caíram com esse aumento. Efeito similar ocorreu para a temperatura de 900°C (figura 4.49 b).

4.8.2 Determinação do valor de H ótimo para acompanhamento do envelhecimento do AID SAF 2205

Para determinação do valor de H ótimo foram construídos gráficos relacionando os valores de campo magnético induzido e os tempos de envelhecimento para vários valores de campo magnético aplicado, conforme figuras 4.50 e 4.51. Nas figuras 4.50 e 4.51 foram plotadas as curvas B x Tempo de envelhecimento para os valores de H variando entre 0 e 18,6 Oe para as temperaturas de 800°C e 900°C respectivamente. Nas figuras 4.50 são apresentadas as curvas B x Tempo de envelhecimento para a temperatura de 800°C e nas figuras 4.51 para a temperatura de 900°C. No eixo das abscissas são apresentados os tempos de envelhecimento. No eixo das ordenadas são apresentados os valores de B obtidos.

Figura 4.50: Curva de B x Tempo envelhecimento para diferentes valores de H (amostras envelhecidas a 800 °C)



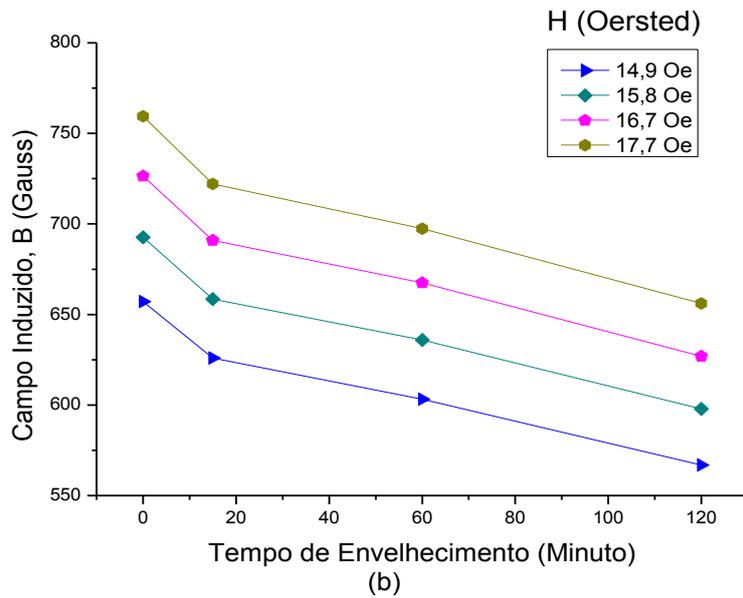
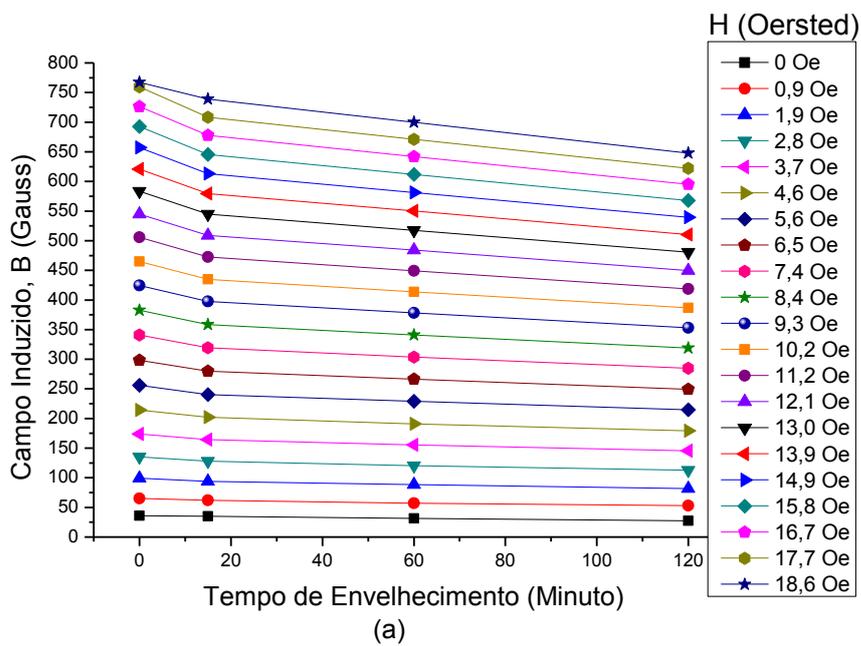
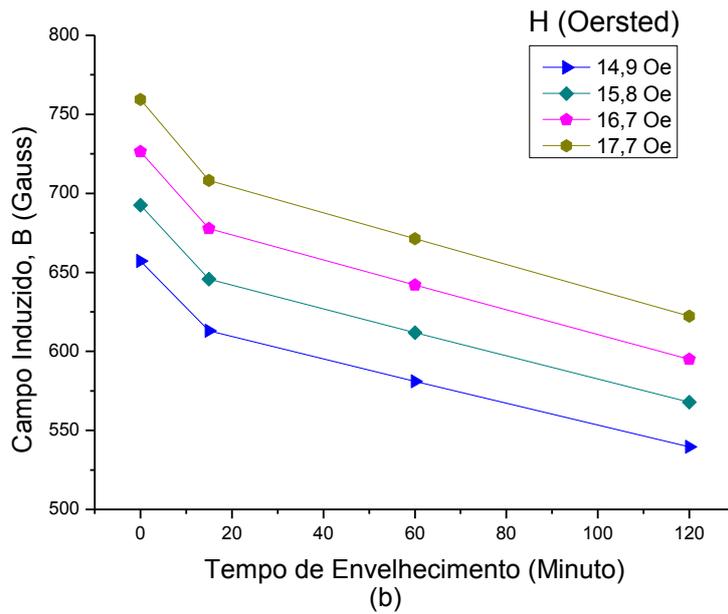


Figura 4.51: Curva de B x Tempo envelhecimento para diferentes valores de H (amostras envelhecidas a $900\text{ }^\circ\text{C}$)





Da análise das figuras 4.50 e 4.51 pode-se ver que quando se aumenta o valor de H, o valor de B também aumenta, mas a amplitude, ou seja, o valor entre o maior e o menor B para um H fixo não é constante, do que se conclui haver um H ótimo a ser aplicado. Para se verificar qual o valor de H ótimo a ser aplicado foram construídos os gráficos das amplitudes para ambas as temperaturas na condição de envelhecimento mais severo (120 minutos), conforme apresentado nas figuras 4.52 e 4.53. Na figura 4.52 são apresentados os valores de amplitude obtidos para o AID SAF 2205 envelhecido a 800°C por 120 minutos. Na figura 4.53 são apresentados os valores de amplitude obtidos para o AID SAF 2205 envelhecido a 900°C por 120 minutos.

Figura 4.52: Curva de amplitude em função da intensidade de campo magnético aplicado envelhecido a 800°C por 120 minutos

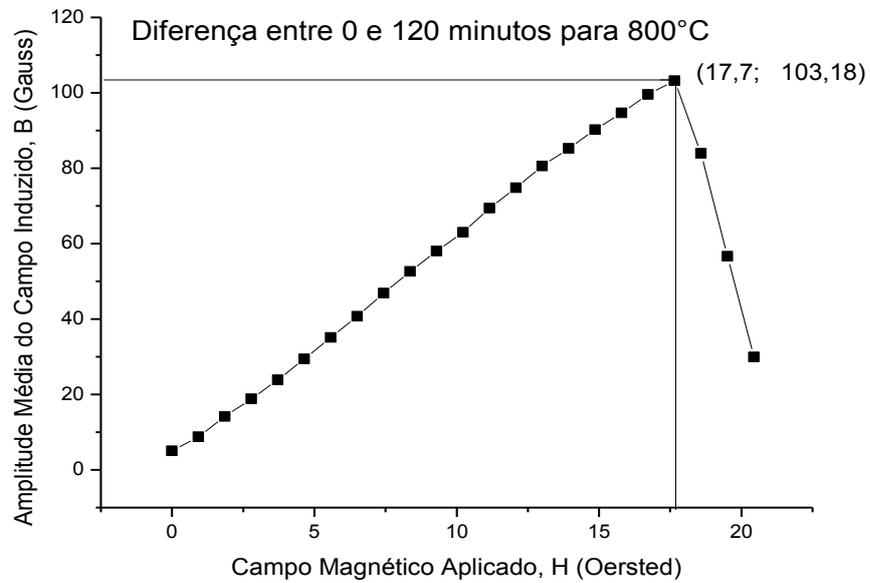
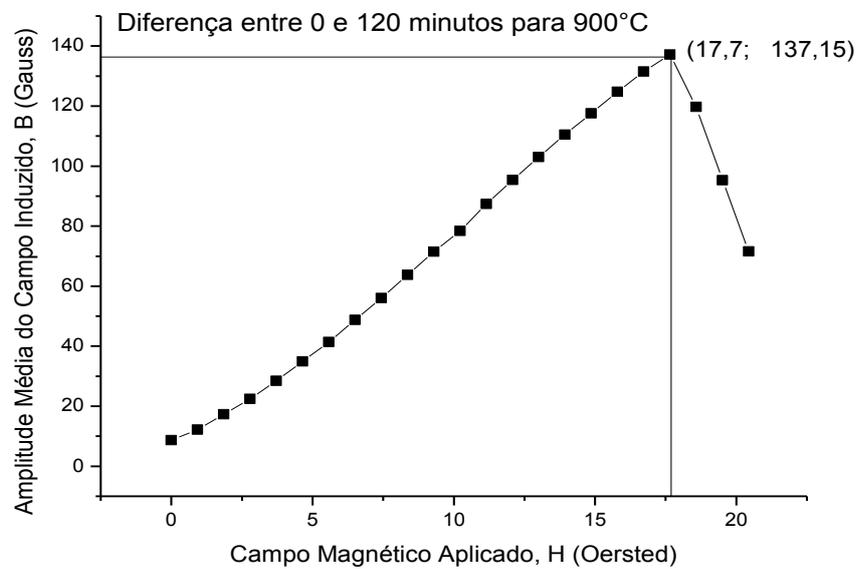
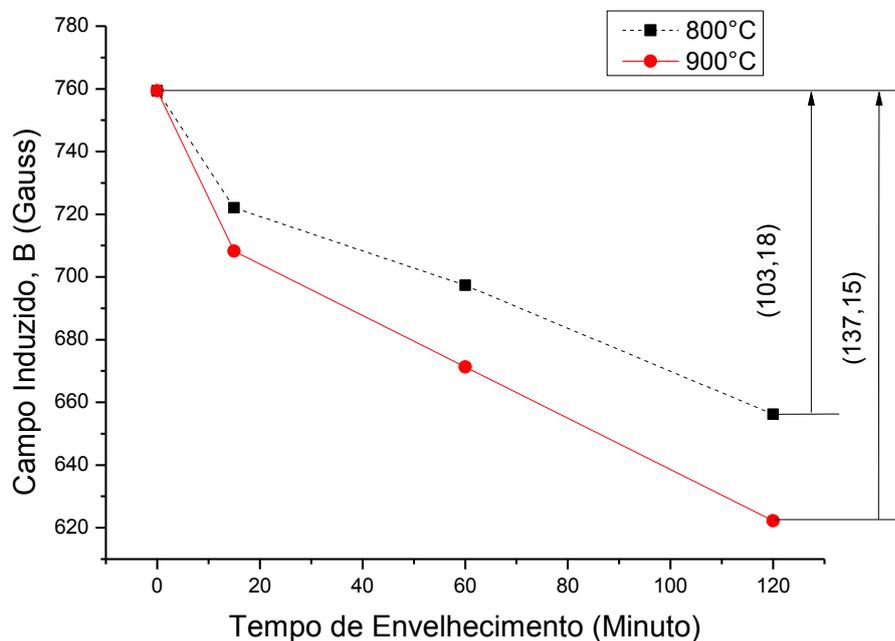


Figura 4.53: Curva de amplitude em função da intensidade de campo magnético aplicado envelhecido a 900°C por 120 minutos



Da análise da figura 4.52 pode-se observar que para a amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 800°C por 120 minutos foi possível se determinar um valor de amplitude máxima. O valor de amplitude máxima foi de 103,18 Gauss e ocorreu no valor de H máximo aplicado de 17,7 Oe. Já da análise da figura 4.53 pode-se observar que para a amostra de AID SAF 2205 envelhecida a 900°C por 120 minutos o comportamento foi similar, também tendo sido possível se determinar um valor de amplitude máxima. O valor de amplitude máxima foi de 137,15 Gauss e também ocorreu no valor de H máximo aplicado de 17,7 Oe. Para melhor se visualizar esse comportamento os valores de campo induzido versus tempo de envelhecimento para o valor de H ótimo foram apresentados juntos, conforme apresentado na figura 4.54.

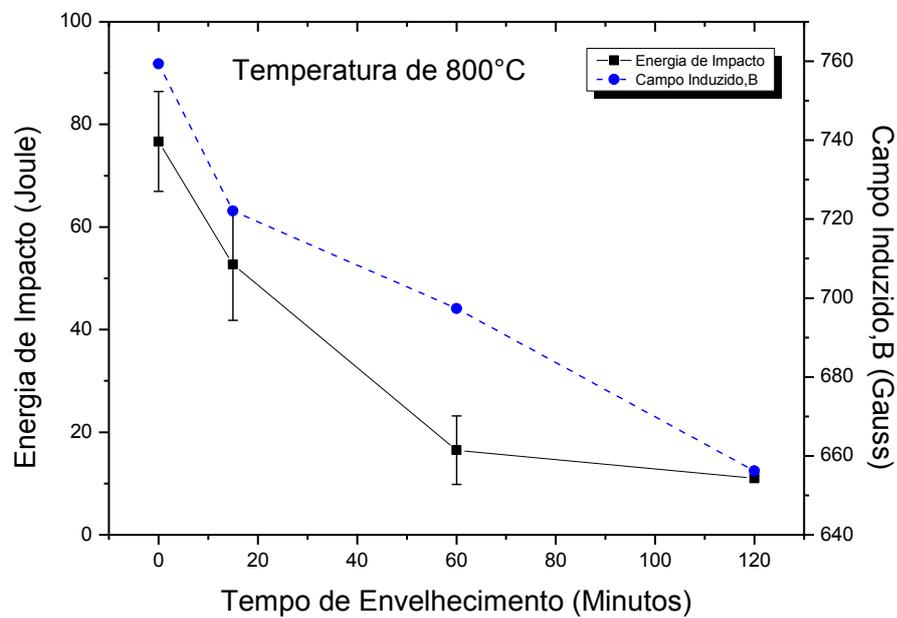
Figura 4.54: Curva de B x tempo de envelhecimento para H ótimo nas temperaturas de 800°C e 900°C



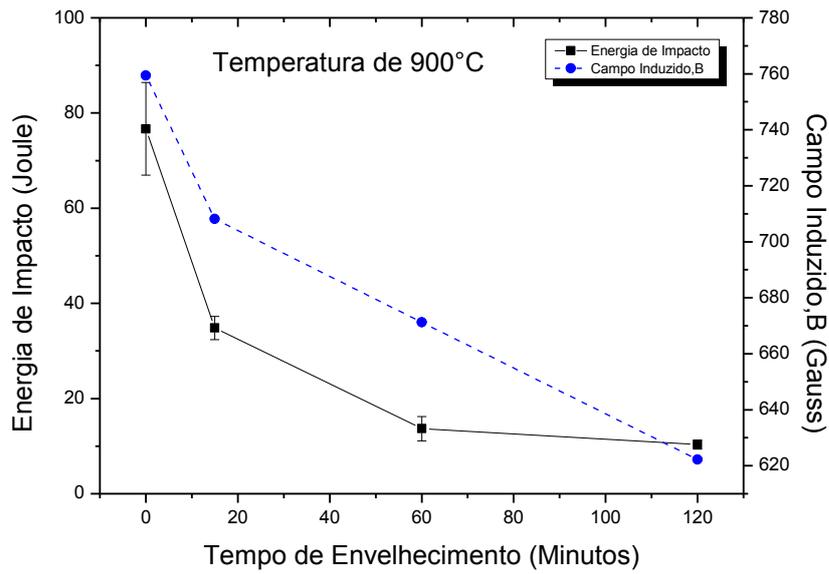
Da análise da figura 4.54 pode-se comparar para o valor de H ótimo os valores de B induzidos, que foram de 137,15 Gauss e 103,18 Gauss para as temperaturas de 800°C e 900°C respectivamente, do que pode-se concluir que quanto mais severa a condição de envelhecimento (temperatura e tempo) menor será a permeabilidade do material, sendo essa permeabilidade inversamente proporcional a quantidade de fase σ precipitada.

O comportamento magnético do material envelhecido também foi comparado com a capacidade de absorção de energia realizada a partir do ensaio de impacto Charpy utilizando-se o valor de H ótimo obtido. Os resultados são apresentados na figura 4.55. Na figura 4.55 (a) são apresentados os valores de energia e B para a temperatura de 800°C. Na figura 4.55 (b) são apresentados os valores de energia e B para a temperatura de 900°C. No eixo das abscissas são apresentados os valores de tempo de envelhecimento. No eixo das ordenadas a esquerda são apresentados os valores de energia absorvida e a direita são apresentados os valores de campo magnético induzidos.

Figura 4.55: Comportamento da Energia absorvida por ensaio Charpy e campo induzido versus tempo de envelhecimento. (a) envelhecimento a 800°C e (b) envelhecimento a 900°C



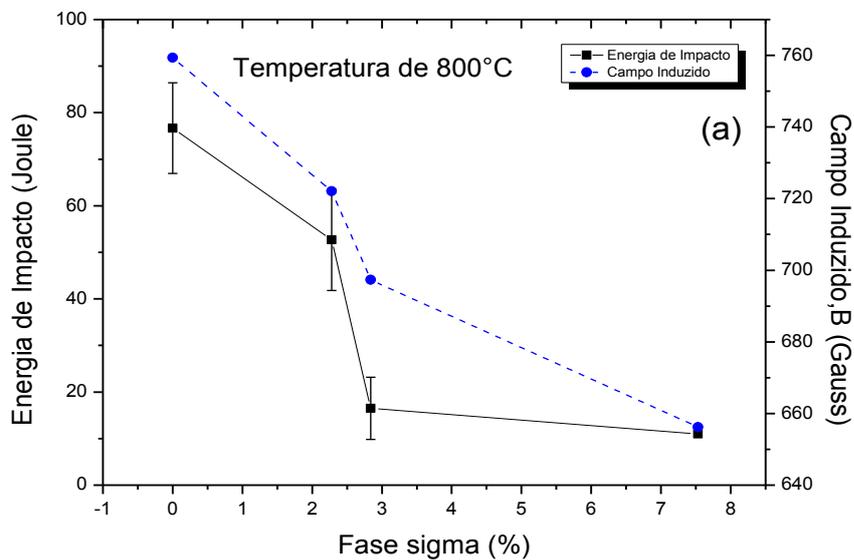
(a)



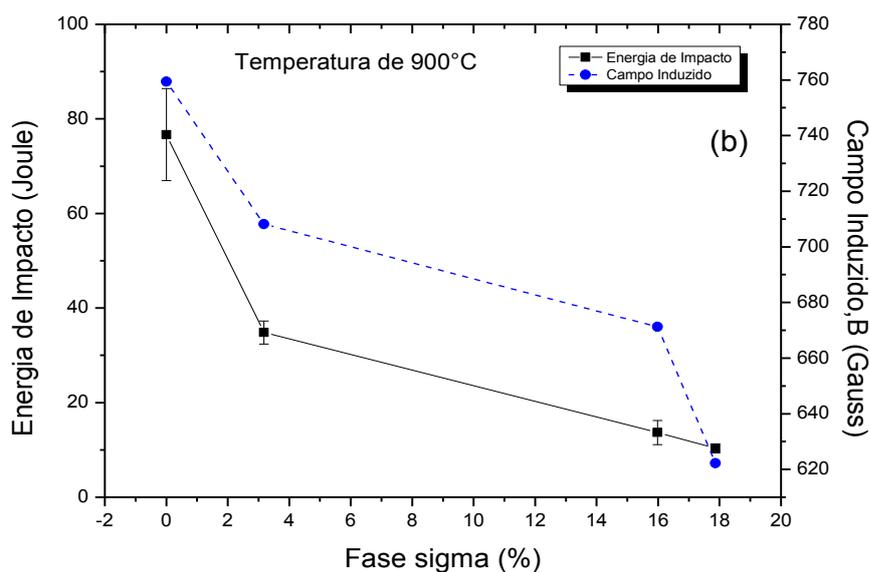
(b)

Da análise das figuras 4.55 (a) e (b) pode-se verificar que os valores de energia absorvida e campo magnético reduziram com o aumento do tempo de envelhecimento, ou seja, o aumento da fase σ fragilizou o material e o tornou menos magnético. Para facilitar essa explicação um gráfico relacionando fase σ e campo magnético induzido foi elaborado conforme figura 4.56 (a) e (b) utilizando o valor de H ótimo.

Figura 4.56: Comparativo do percentual de fase sigma x Campo Induzido B para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C e 900°C



(a)



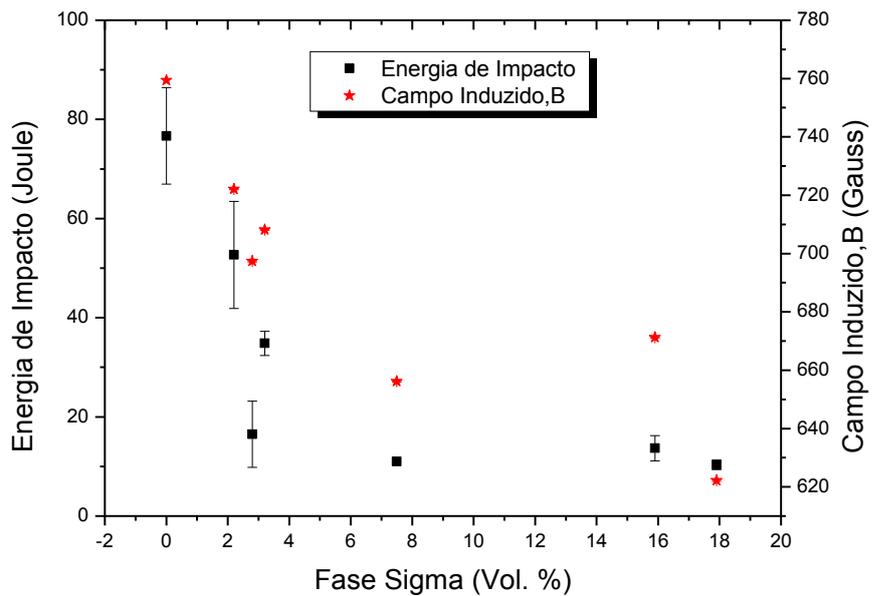
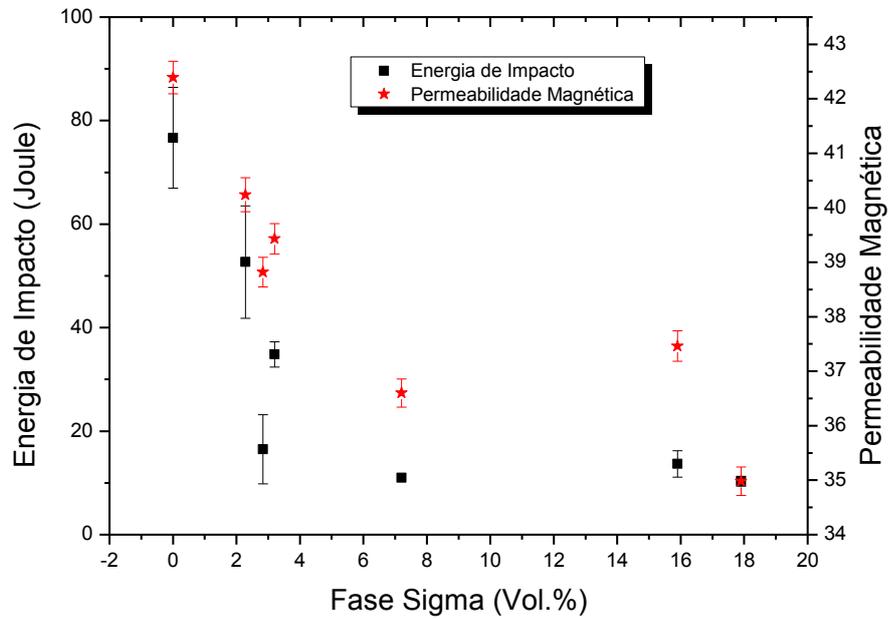
4.9 COMPARAÇÃO DO MÉTODO DA PERMEABILIDADE COM O DO CAMPO INDUZIDO

O método utilizado no estudo do comportamento magnético do AID SAF 2205 proposto na seção 4.8.1 consistiu no levantamento das curvas de magnetização $B \times H$ para o material como recebido e envelhecido e posteriormente na determinação dos valores de permeabilidade magnética, que passou a ser comparada com a energia de impacto e percentual de fase σ . Os resultados mostraram que o envelhecimento reduziu a energia de impacto e a permeabilidade do material, tendo sido sensível a esse envelhecimento para todas as condições estudadas.

O método utilizado no estudo do comportamento magnético do AID SAF 2205 proposto na seção 4.8.2 consistiu na determinação do valor de H ótimo aplicado no material como recebido e envelhecido e posteriormente na medição do valor de B induzido para o H ótimo aplicado, que passou a ser comparado com a energia de impacto e percentual de fase σ . Os resultados mostraram que o envelhecimento reduziu a energia de impacto e os valores de B , também tendo sido sensível a esse envelhecimento para todas as condições estudadas.

Comparando-se ainda o perfil das curvas de permeabilidade magnética e energia de impacto \times percentual de fase σ Figuras 4.49 (a) e 4.49 (b) com o das curvas de B e energia de impacto \times percentual de fase σ são apresentados nas Figuras 4.57 (a) e 4.57 (b) respectivamente.

Figura 4.57: Comparativo do percentual de Energia de Impacto x Fase Sigma x Permeabilidade Magnética para o AID SAF 2205 nas temperaturas de 800°C e 900°C



Da análise das figuras 4.57 (a) e (b) pode-se verificar que os valores de energia absorvida e permeabilidade magnética tiveram os mesmos comportamento reduzindo seus valores à medida que o percentual de fase σ aumenta.

CAPITULO V

CONCLUSÕES

O objetivo desse trabalho foi desenvolver uma técnica não destrutiva que pudesse contribuir na detecção da fase fragilizante σ em aços inoxidáveis duplex (AID), na faixa de temperatura de sua formação. Para tanto, amostras do AID UNS S31803 foram envelhecidas a 800°C e 900°C durante intervalos 15, 60 e 120. Os aços envelhecidos foram submetidos a diferentes análises, de modo que o estudo permite concluir:

- A técnica de END empregada mostrou ser sensível a presença de pequenas frações volumétricas de fase sigma, com precisão superior as medidas de dureza e comportamento semelhante ao apresentado pelas medidas de energia absorvidas por impacto. Sendo assim, capaz de acompanhar a evolução da formação da fase fragilizante;
- As técnicas desenvolvidas apresentam sensibilidade na região de formação da fase σ , que já compromete a tenacidade do material, ou seja, para quantidade de fase σ em torno de 4%. Esta corresponde a tratamentos para tempos da ordem de 15 minutos nas temperaturas de estudo. Outras técnicas como ultrassom e correntes parasitas são aplicadas para o mesmo fim, sendo que estas só mostram precisão para tempos acima de 30 minutos, condição esta que o material já está fragilizado.
- Os resultados permitem a comprovação da relação entre a fragilização do aço SAF 2205 com a evolução da fase sigma. Estes mostram que existe um valor crítico de campo correspondente ao percentual de fase sigma que torna o material frágil;
- A técnica de acompanhamento da formação da fase sigma através da permeabilidade magnética, medida na região de reversibilidade de domínio magnético,

mostrou-se capaz de determinar o momento de fragilização do material, indicando que uma redução de 15 % dessa corresponde a condição de fragilização do material;

- A determinação de campo magnético externo ideal do material permitiu uma melhor precisão nas medidas de campo induzido. Deste modo pode ser possível fazer o acompanhamento microestrutural apenas pela medição do campo induzido.
- O uso da permeabilidade, pode ser aplicar a geometrias complexas mas tendo como desvantagem um tempo maior para o processamento dos sinais. Quanto a aplicação do campo induzido, a vantagem é o tempo e monitoramento que pode ser contínuo e pouco tempo para o processamento dos sinais, teria a desvantagem de não ser utilizada em peças complexas.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Aplicar a técnica de reconhecimento de padrão para otimização dos sinais.

Fazer tratamento e ensaios numa quantidade maior de temperaturas, para aumentar a precisão da determinação do Campo e Permeabilidade críticos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABENDI – NA001. **Qualificação e Certificação de Pessoas em Ensaios Não Destrutivos**. Verificação das Propriedades. São Paulo, 2012.

Amaral, M. P. Campos, M. F., **Análise do ruído magnético de barkhausen através da transformada wavelet**, VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica, Campina Grande-Paraíba, 18 a 21 de Agosto 2010.

AMIRI, M. S., THIELEN, M., RABUNG, M., MARX, M., SZIELASKO, K., BOLLER, C., On the role of crystal and stress anisotropy in magnetic Barkhausen noise, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 372, pp. 16-22, December 2014.

BORVIK, T.; LANGE, H.; MARKEN, L.A.; LANGSETH, M.; et al., Pipe fittings in duplex stainless steel with deviation in quality caused by sigma phase precipitation. **Materials Science and Engineering**, A 527 pp. 6945–6955. 2010

BRANDI, S.D.; PADILHA, A. F., Precipitação de fase sigma em aços inox ferríticos-austeníticos com microestruturas duplex. **II SEMINÁRIO BRASILEIRO INOX 90**. São Paulo, ABM. pp. 135-152. 1990.

BRAY, D. E. **Historical review of Technology Development in NDE**. 15° WCNDT. Roma, Italia, 2000.

CALLISTER JR, W. D., RETHWISCH, D. G., **Materials science and engineering an introduction** 8° ed. John Wiley & Sons, 2009.

CAPÓ-SÁNCHEZ, J., PÉREZ-BENITEZ, J., PADOVESE, L. R., Analysis of the stress dependent magnetic easy axis in ASTM 36 steel by the magnetic Barkhausen noise, **NDT&E International**, v. 40, pp.168–172. 2007.

CARUSO, M. J., SMITH, C. H., BRATLAND, T., SCHNEIDER, R., **A New Perspective on Magnetic Field Sensing**. Honeywell, SSEC Nonvolatile Electronics, Inc. 2014.

CAVALCANTE, DANIEL CESAR DE MACEDO, **Estudo da interação das linhas de campo sobre uma amostra de aço SAE 1020 por meio de medidas de tensão Hall**, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Campina Grande, (UFCG). Campina Grande – PB. 2013..

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

COLPAERT, H., Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns, 5ª. ed. São Paulo, Edgard Blucher, 2008.

COSTA, L. F. T., **Caracterização Microestrutural de aços Hipoeuteutóides, Bifásicos, com Auxílio de Medidas Magnéticas**. Volta Redonda: UFF, pp 83-85, 2009.

CULLITY, B. D., **Introduction to Magnetic Materials**. Addison-Wesley Publishing Company. USA, 1972.

Deng, B., Jiang, Y., Xu, J., Sun, T., Gao, J., Zhang, L., Zhang, W., Li, J.. **Application of the modified electrochemical potentiodynamic reactivation method to detect susceptibility to intergranular corrosion of a newly developed lean duplex stainless steel LDX2101**. Corrosion Science 52, pp. 969–977, (2010)

DOS SANTOS, M. R., **Efeito do Nitrogênio e do Cobre na Formação da Martensita em Aços Inoxidáveis Austeníticos e sua Influência sobre o Fenômeno de Delayed Cracking**. Tese de D. SC., Escola de Engenharia da UFMG, Belo Horizonte, BH., 2008.

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

FARGAS, G., ANGLADA, M. MATEO, A., Effect of the annealing temperature on the mechanical properties, formability and corrosion resistance of hot-rolled duplex stainless steel, **journal of materials processing technology**, v. 209, 1770–1782. 2009.

MOREIRA, F. G. M., **Influência da precipitação de fase σ nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão de um aço inoxidável duplex UNS S32250 laminado**, Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto. Portugal, 2010.

FRANÇA NETO, F. A., **Estudo de uma nova técnica não destrutiva, baseada em medidas de permeabilidade magnética, para acompanhamento da fragilização de um aço inoxidável duplex**, Tese de D. Sc., Depto. Eng. Mecânica/UFPB, Paraíba, PB, Brasil, 2011.

GARCIA, A., SPIM, J. A., DOS SANTOS, C. A., **Ensaio dos Materiais**. 2ª edição – Rio de Janeiro: LTC, 2012.

GUNN, R. N. **Duplex stainless steels. Microstructure, properties and applications**. Cambridge- England: Abridgton Publishing, 204p, 2003.

HAN DONG, DANG SHENG, UPING LANG, ZHIGANG SONG, GANG YANG, MAOQIU WANG; **Effects and Applications of Mo in Alloy Steels. In International Seminar on Applications of Mo in Steels**. June 27th – 28th, Beijing, 2010

HONEYWELL, **Hall effect sensing and application**, Illinois, USA, 2004.

INTERNATIONAL MOLYBDENIUM ASSOCIATION – IMOA. **Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels**. 2nd edition, London - England, 2009, disponível em: <http://www.imoa.info/_files/stainless_steel/Duplex_Stainless_Stell.pdf> Acesso em: 14 nov. 2013.

INTERNATIONAL MOLYBDENIUM ASSOCIATION – IMO. **Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels.**, London - England, 2014, disponível em: <http://www.imoa.info/_files/stainless_steel/Duplex_Stainless_Stell.pdf > Acesso em: 20 maio. 2015.

JACKSON, E.M.L.E.M., DE VISSER , P.E., CORNISH, L.A., Distinguishing between Chi and Sigma phases in duplex stainless steels using potentiostatic etching, **Materials Characterization**, v. 31, Issue 4, pp. 185-190, December/1993.

JILES, D. C., **Review of magnetic methods for nondestructive evaluation**, NDT International October 1988.

KARAHAN, T., EMRE, H. E., TÜMER, M., KAÇAR, R., Strengthening of AISI 2205 duplex stainless steel by strain ageing, **Materials and Design** v. 55, pp. 250–256, 2014.

KINGTON, A. V. AND NOBLE, F. W. , σ Phase embrittlement of a type 310 stainless steel, **Materials Science and Engineering**, A138, pp. 259-266, 1991.

KOSMAS, K., SARGENTIS, C., TSAMAKIS, D., HRISTOFOROU, E., Non-destructive evaluation of magnetic metallic materials using Hall sensors, **Journal of Materials Processing Technology**, v. 161, pp. 359–362, 2005.

MAGNABOSCO, RODRIGO. **Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205)**. Tese de D. Sc – Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. São Paulo, 2001. 181 p.

MAGNABOSCO, R. et al. **Ferrite-to-austenite transformation during cold working of a duplex stainless steel**. In: European stainless steel conference - science and market, 7., 2011, Milão, 2011.

MAGNABOSCO, R., ÁVILA, C. C. DE; RABECHINI, F. M., **Influência do trabalho a frio na formação de fase sigma em aço inoxidável dúplex**, *Tecnol. Metal. Mater. Miner.*, São Paulo, v. 9, n. 3, p. 190-196, jul.-set. 2012.

MARTÍNEZ-ORTIZ, P., PÉREZ-BENITEZ, J.A., ESPINA-HERNÁNDEZ, J.H., CALEYO, F., HALLEN, J.M., On the estimation of the magnetic easy axis in pipeline steels using magnetic Barkhausen noise, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 374 pp. 67–74, 2015.

MÉSZÁROS, I., SZABO, P.J., Complex magnetic and microstructural investigation of duplex stainless steel, **NDT&E International**, v. 38, pp. 517–521, 2005.

METALS HANDBOOK, **Metallography and Microstructures**, American Society for Metals, Materials Park, 9th edition, Vol 9, 1982.

MICHALSKA, J.; SOZANSKA, M. Qualitative and quantitative analysis of σ e χ phases in 2205 Duplex Stainless Steel, **Materials Characterization**. v. 56, pp. 355-362, 2006.

MUTHUPANDI, V.; BALA SRINIVASAN, P.; SESHADRI, S. K.; SUNDARESAN, S.; Effect of Weld Metal Chemistry and Heat Input on the Structure and Properties of Duplex Stainless Steel Welds, **Materials Science and Engineering**. A 358, pp. 9-16, 2003.

NORMANDO, P. G., MOURA, E. P., SOUZA, J. A., TAVARES, S. S. M., PADOVESE, L. R., Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless steel, **Mater. Sci. Eng.** A 527, pp. 2886–2891, 2010.

PADILHA, A. F., **Materiais de Engenharia, Microestrutura e Propriedades**. Ed. Hemus livraria, distribuidora e editora S.A, Curitiba – PR, 2000.

PARDAL J. M.; TAVARES, S. S. M.; CINDRA FONSECA, M. P., DA SILVA, M. R.; and FERREIRA, M. L. R., Study of deleterious phase precipitation under continuous cooling of superduplex stainless, **Materials Science and Technology**, v. 28, n° 3 pp. 295-302, 2012.

PARDAL, J. M., TAVARES, S. S. M., CINDRA FONSECA, M. P., SOUZA, J. A., LOUREIRO, A. AND MOURA, E. P.: Modeling of deleterious phase precipitation during isothermal treatments in superduplex stainless, steel, **J. Mater. Sci.**, v. 45, 616–623, 2010.

PARDAL, J.M., **Efeitos dos Tratamentos Térmicos nas Propriedades Mecânicas, Magnéticas e na Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis Supeduplex**, Tese de D.Sc., p. 440, Depto. Eng. Mecânica/UFF, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2009.

PEREIRA, P., **Estudo Preliminar da aplicação da Técnica de Correntes Parasitas visando a inspeção submersa de elementos combustíveis**, dissertação de M. Sc. – Universidade Federal do Rio de Janeiro, pp. 80, 2007.

POHL, M., STORZ, O., GLOGOWSKI, T., **Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel**, Materials Characterization, Volume 58, Issue 1, Pages 65-71 January 2007,

RAYNOR, G. V. RIVLIN, V. G. **Phase equilibria in iron ternary alloys**. The Institute of Metals : London 1988 p. 316-32.

REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A.F. **O desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex**. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 47. Belo Horizonte, BH., Vol 48, N°409, 1992.

ROMANA, RAQUEL, **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.

ROSSITTI, SERGIO MAZZER, **Efeito do nióbio na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex fundido SEW 410 W.Nr.1.4517**, Tese de doutorado, USP, São Carlos, 2000.

ROYCHOWDHURY, S., KAIN, V., MATCHESWALA, A., BHANDAKKAR, A., σ -Phase induced embrittlement in titanium containing austenitic stainless steel tie-bars in a condenser, **Engineering Failure Analysis**, v. 25 pp. 123–132, 2012.

SEDRICKS, A. J. **Corrosion of stainless steels**. 2. ed., New York: John Wiley & Sons, P. 437, 1996.

SILVA, E. M.; ALBUQUERQUE, V. H. C.; LEITE, J. P.; VARELA, A. C. G., MOURA, E. P.; TAVARES, J. M. R. S., Phase Transformations Evaluation on an UNS S31803 Duplex Stainless Steel based on Nondestructive Testing, **Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: properties, microstructure and processing**, v. 516, pp. 126-130, 2009.

SOLOMON, H. D. DEVINE Jr., T. M. Duplex stainless steels – a tale of two phases. In: Duplex stainless steels – **conference proceedings. ASM Metals Park: Ohio**. 1982 p. 693-756.

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

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

TAVARES, S. S. M.; DA SILVA, M. R.; NETO, J. M., Magnetic Property Changes During Embrittlement of a Duplex Stainless Steel. **Journal of Alloys and Compounds**. v. 313, pp. 168-173, 2000.

VARELA, A. C. G., **Estudo da Fragilização do Aço Inoxidável Duplex – UNS S31803 – em Temperaturas Variando de 425 a 525°C, Através de Medidas da Velocidade do Som**, Tese de D.Sc., p. 91, Depto. Eng. Mecânica/UFPB, João Pessoa, PB, Brasil, 2007.

WENG, K. L., CHEN, H. R., YANG, J. R., The Low-temperature Aging Embrittlement in a 2205 Duplex Stainless Steel, **Mater. Sci. Eng. A** 379, pp. 119–132, 2004.

YANG, J. WANG, G.Z., XUAN, F.Z. TU, S.T., LIU, C.J., **Out-of-plane constraint effect on local fracture resistance of a dissimilar metal welded joint**, *Materials and Design* 55, 542–550 (2014).