



CARACTERIZAÇÃO POR ENSAIOS MAGNÉTICOS NÃO DESTRUTIVOS DE
AÇOS HP PROVENIENTES DE FORNOS DE REFORMA

Mónica Patricia Arenas Correa

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: João Marcos Alcoforado Rebello

Rio de Janeiro
Agosto de 2013

CARACTERIZAÇÃO POR ENSAIOS MAGNÉTICOS NÃO DESTRUTIVOS DE
AÇOS HP PROVENIENTES DE FORNOS DE REFORMA

Mónica Patricia Arenas Correa

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. João Marcos Alcoforado Rebello, D.Sc.

Dr. Maria Cristina Lopez Areiza, D.Sc.

Prof. Gabriela Ribeiro Pereira, D.Sc.

Prof. Antonio Carlos Bruno, D.Sc.

Dr. Carlos Bruno Eckstein, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

AGOSTO DE 2013

Correa, Mónica Patricia Arenas

Caracterização por ensaios magnéticos não destrutivos de aços HP provenientes de fornos de reforma/ Mónica Patricia Arenas Correa. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2013.

XV, 84 p.: il.; 29,7cm

Orientador: João Marcos Alcoforado Rebello

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2013.

Referências Bibliográficas: p. 76-80.

1. Aços HP. 2. Ensaio magnético. 3. Inspeção. 4. Carbetos. I. Rebello, João Marcos Alcoforado. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

*“Graças quero dar ao divino labirinto dos efeitos e das causas,
pela arte da amizade,
pelo esquecimento, que anula ou modifica o passado,
pelo costume, que nos repete e confirma, como um espelho,
pela manhã, que nos depara a ilusão de um princípio,
pela noite, sua treva e sua astronomia,
pelo valor e a felicidade dos outros.”*

Jorge Luis Borges

Agradecimentos

Ao professor João Marcos Alcoforado Rebello pelos ensinamentos transmitidos, pela paciente orientação, confiança e atenção durante este tempo de trabalho em conjunto;

À pesquisadora Maria Cristina Lopez Areiza pelos ensinamentos tanto acadêmicos e profissionais quanto pessoais;

Ao professor Luiz Enrique pelo esclarecimento da metalurgia física do aço HP;

À Petrobras pelo fornecimento das amostras, em particular ao Dr. Bruno Eckstein pelo encorajamento do estudo do material, foco desta dissertação;

À TSEC pela identificação de campo das amostras e a prévia caracterização microestrutural;

A todos os professores do PEMM/COPPE pelos ensinamentos que ajudaram em meu crescimento profissional;

Aos colegas e amigos do LNDC pelo companheirismo, ajuda, paciência e por tornar o dia-a-dia mais agradável;

Ao César, João Vicente e Sacra pela disposição no esclarecimento de diversas dúvidas;

Ao técnico Rodrigo pela ajuda na aquisição de medidas;

À minha avó e mãe pelo carinho, orações e boas energias;

À Ana Maria, Carlos e Mariana pela incondicional amizade;

Aos membros da banca pelas contribuições e sugestões apresentadas;

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

CARACTERIZAÇÃO POR ENSAIOS MAGNÉTICOS NÃO DESTRUTIVOS DE
AÇOS HP PROVENIENTES DE FORNOS DE REFORMA

Mónica Patricia Arenas Correa

Agosto/2013

Orientador: João Marcos Alcoforado Rebelo

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Este trabalho objetiva a caracterização, através de ensaios magnéticos, dos diferentes estágios de envelhecimento a que são submetidos tubos de aços austeníticos HP em serviço nos fornos de reforma da indústria do petróleo. A premissa adotada é que o envelhecimento provoca transformações microestruturais que modificam as suas propriedades magnéticas. A técnica de inspeção por correntes parasitas e um sensor de magnetismo permanente foram utilizados para a caracterização magnética do aço HP. Os sinais obtidos, tanto com a técnica de correntes parasitas quanto com o sensor, foram plotados em um mapa de contraste com o objetivo de mostrar uma visualização completa das diferentes regiões, bem como retratar a maneira como estas podem se correlacionar com o estado de envelhecimento do material.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

MAGNETIC CHARACTERIZATION BY NON-DESTRUCTIVE TESTING OF HP
STEEL OF REFORMER FURNACE TUBES

Mónica Patricia Arenas Correa

August/2013

Advisor: João Marcos Alcoforado Rebello

Department: Metallurgical and Materials Engineering

This study aims to characterize, through magnetic tests, the different aging stages to which are submitted HP austenitic steel tubes when operating in oil industry's reformer furnaces. The assumption adopted here is that aging causes microstructural transformations that modify their magnetic properties. The eddy currents technique and a permanent magnetic sensor were used for the HP steel magnetic characterization. The resulting signals, both from eddy currents and sensor were plotted on a contrast map with the purpose of showing a thorough visualization of the different regions, as well as establishing the way that the regions correlate with the material aging state.

ÍNDICE

Capítulo 1	1
Introdução	1
Capítulo 2	4
2. Fundamentos teóricos	4
2.1. Fornos de reforma	4
2.2. Aços resistentes ao calor	5
2.3. Formação de precipitados nas ligas HP	8
2.4. Ensaios magnéticos não destrutivos	12
2.4.1. Princípios do ensaio por correntes parasitas	13
2.4.2. Plano de impedância	14
2.4.3. Profundidade de penetração ou skin depth	17
2.4.4. Sensor de magnetismo permanente (PMS)	20
2.5. Microscopia eletrônica de varredura - MEV	21
2.6. Magnetômetro de Amostra Vibrante - VSM	22
Capítulo 3	25
3. Revisão Bibliográfica	25
3.1. Modelo de elementos finitos	25
3.1.1. Metodologia utilizada no desenvolvimento da simulação	26
3.2. Caracterização microestrutural por ensaios magnéticos	27
Capítulo 4	33
4. Materiais e métodos	33
4.1. Descrição das amostras	33
4.2. Microscopia eletrônica de varredura – MEV	36

4.3.	Medidas de condutividade	37
4.4.	Magnetômetro de amostra vibrante – VSM	39
4.5.	Medidas de swept-frequency eddy current (SFEC)	41
4.6.	Ensaio por correntes parasitas convencional	42
4.7.	Metodologia de inspeção das amostras	43
4.8.	Sensor de magnetismo permanente – PMS	44
4.8.1.	Desenvolvimento do sensor de magnetismo permanente	44
4.8.2.	Metodologia de varredura de inspeção	46
Capítulo 5		47
5.	Resultados e Discussões	47
5.1.	Caracterização metalográfica	47
5.2.	Caracterização magnética	50
5.2.1.	Implementação do ensaio de correntes parasitas	50
5.2.1.1.	Medidas de swept-frequency eddy current – SFEC	50
5.2.1.2.	Estimativa da profundidade de penetração para diferentes frequências	51
5.2.1.3	Medidas de condutividade elétrica	52
5.2.1.4	Magnetômetro de amostra vibrante (VSM)	54
5.2.2.	Correntes parasitas convencionais	61
5.2.2.1.	Amostra as-cast	62
5.2.2.2.	Amostra envelhecida	63
5.2.2.3.	Amostra super-envelhecida	63
5.3.	Medidas com o sensor PMS	67
5.4.	Comparação entre a técnica eddy currents e o sensor PMS	69

5.5. Simulação com OPERA	69
CONCLUSÕES	74
TRABALHOS FUTUROS	75
Referências bibliográficas	76
ANEXO I	81

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Liga HP-Nb na condição <i>as-cast</i> (a) micrografia ótica, (b) micrografia MEV obtida com o detector de elétrons retro-espalhados (2).....	7
Figura 2.2. Liga HP-NbTi na condição <i>as-cast</i> (a) micrografia ótica, (b) micrografia MEV obtida com o detector de elétrons retro-espalhados (2).....	8
Figura 2.3. Estados de envelhecimento do aço HK, as micrografias óticas foram tomadas perto da superfície interna do tubo. Estado de envelhecimento (a) I; (b) II; (c) III; (d) IV; (e) V e (f) VI. As cavidades em preto observadas nas figuras (e) e (f) são indícios de danos de fluência (16).....	10
Figura 2.4. Curva típica da evolução temporal da fluência, ilustrando nas micrografias a evolução microestrutural durante o tempo em serviço de um aço de uma planta nuclear (18).....	11
Figura 2.5. História térmica das ligas estudadas. Morfologia, localização e evolução da microestrutura dos aços HP estudados por (13). (a) Morfologia microestrutural do material no estado bruto de fusão, (b) Morfologia dos precipitados no primeiro estágio, (c) Morfologia dos precipitados quando o material estiver completamente envelhecido....	12
Figura 2.6. Esquema da geração de correntes parasitas usando uma bobina com corrente alternada (22).....	13
Figura 2.7. Plano de impedância (22).....	15
Figura 2.8. Variação da impedância a partir das variações das propriedades dos materiais (22).....	16
Figura 2.9. Variação da densidade das correntes parasitas em função da profundidade abaixo da superfície de um material condutor (19).....	17
Figura 2.10. Profundidade de penetração para frequências de 200 Hz e 10 kHz. Observa-se que para uma frequência menor a profundidade de penetração é maior (24).....	18
Figura 2.11. Diagrama esquemático do sensor PMS (desenvolvimento próprio).....	21

Figura 2.12. Esquema geral do funcionamento do detector de elétrons e raios X - MEV (29).	22
Figura 2.13. Desenho esquemático de um magnetômetro de amostra vibrante (a) (30), (b) VSM Modelo 7404 - Marca Lake Shore	23
Figura 2.14. Esquema de funcionamento de um VSM.....	23
Figura 3.1. Correlação entre os sinais de correntes parasitas e as imagens micrográficas do aço HK-40 (34).	29
Figura 3.2. Micrografia ótica das ligas no estado bruto de fusão (a) HP-Nb, (b) HP-NbTi e no estado envelhecido (c) HP-Nb, (d) HP-NbTi (2).	29
Figura 3.3. Relação existente entre o ferromagnetismo e a espessura média carburizada (36).	30
Figura 4.1. Posição do tubo analisado dentro do forno de reforma (39).	34
Figura 4.2. Localização das amostras analisadas (39).	35
Figura 4.3. Amostras a serem caracterizadas pelas diferentes técnicas, magnéticas e metalográficas.....	36
Figura 4.4. (a) Microscópio eletrônico de varredura Zeiss DSM 940 utilizado, (b) as micrografias MEV foram obtidas na região I	36
Figura 4.5. Diagrama da montagem da técnica de quatro pontos para as medidas de condutividade.	37
Figura 4.6. Configuração da amostra para as medições de condutividade elétrica.	38
Figura 4.7. (a) Corpo de prova de aço HP para a extração da amostra a ser analisada por VSM; (b) detalhe da dimensão da amostra e direção do campo magnético aplicado, H; (c) localização da amostra dentro do VSM.	40
Figura 4.8. Diagrama do ensaio SFEC para determinar a frequência de operação.	41
Figura 4.9. Gráfico de calibração obtido com o OmniScan Olympus	43
Figura 4.10. Distribuição dos pontos sobre as amostras para inspeção por correntes parasitas.	44

Figura 4.11. Orientação do imã em relação ao material analisado.....	45
Figura 4.12. Circuito integrado HMC5883L desenvolvido pela Honeywell.	45
Figura 4.13. Diagrama esquemático dos componentes necessário para o funcionamento do sensor.....	46
Figura 5.1. Micrografia MEV da amostra <i>as-cast</i> , (a) sinalizando a matriz austenítica, e, (b) os carbeto de cromo e NbC. As imagens foram feitas com aumentos de (a) $\times 500$, (b) $\times 2.000$	48
Figura 5.2. Micrografia MEV da amostra <i>envelhecida</i> , carbeto presentes na matriz austenítica: $M_{23}C_6$, NbC e siliceto de Ni-Nb. Aumento (a) $\times 500$, (b) $\times 1.000$	49
Figura 5.3. Micrografia MEV da amostra <i>super-envelhecida</i> . Carbeto presentes na matriz austenítica $M_{23}C_6$, NbC e siliceto de Ni-Nb. Aumento (a) $\times 500$, (b) $\times 2.000$	49
Figura 5.4. Valor absoluto da impedância das três amostras em função da frequência (tirar a barra).....	51
Figura 5.5. Condutividade elétrica das amostras ao longo de sua espessura.	53
Figura 5.6. Campo (a) A amostra é subtraída perto da parede externa sobre a espessura da amostra, (b) é definida a configuração da amostra e o sobre qual direção vai ser aplicada a intensidade do campo magnético, \mathbf{H} , (c) localização da amostra dentro do histeresímetro.	55
Figura 5.7. Curva de magnetização das amostras <i>as-cast</i> , <i>envelhecida</i> e <i>super-envelhecida</i> comparada com o níquel e o alumínio. A intensidade do campo, \mathbf{H} , é aplicado na direção 1. O eixo Y da direita corresponde a curva de níquel.	56
Figura 5.8. Permeabilidade magnética das três amostras.	57
Figura 5.9. Curva de magnetização das amostras quando o \mathbf{H} é aplicado nas diferentes direções (a) <i>as-cast</i> , (b) <i>envelhecida</i> , (c) <i>super-envelhecida</i> . As curvas de magnetização das três amostras foram comparadas em um mesmo gráfico nas direções (d) 1, (e) 2 e (f) 3.	60
Figura 5.10. Sinais obtidos por meio do <i>OmniScan Olympus</i>	62
Figura 5.11. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra <i>as-cast</i>	65

Figura 5.12. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra <i>envelhecida</i>	65
Figura 5.13. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra <i>super-envelhecida</i> - matriz de 4×13.	66
Figura 5.14. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra <i>super-envelhecida</i> - matriz de 4×26.	66
Figura 5.15. Mapeamento da densidade de fluxo magnético sobre a mostra <i>super-envelhecida</i>	68
Figura 5.16. Características físicas da bobina	70
Figura 5.17. Modelo desenvolvido em OPERA para obter o plano de impedância das amostras <i>as-cast</i> , <i>envelhecida</i> e <i>super-envelhecida</i> . (a) Detalhe da geometria e malha do protótipo, (b) malha completa do modelo e condições de contorno utilizadas, (c) material com três camadas, (d) densidade de fluxo magnético para uma frequência de operação de 5kHz.	72
Figura 5.18. Plano de impedância da simulação.	73
Figura AI 1. Metodologia utilizada para a calibração da densidade do campo magnético gerado pelo sensor no ar.	81
Figura AI 2. Densidade de fluxo magnético gerado pelo ímã em função da distância no ar.	82
Figura AI 3. Campo magnético em função da distância em presença do material.	83
Figura AI 4. Curva de contraste.	83
Figura AI 5. Diagrama de comunicação entre os componentes do sensor.	84
Figura AI 6. Interface de visualização dos dados.	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. Composição química da liga austenítica HP (9).....	6
Tabela 2.2. Propriedades mecânicas das ligas austeníticas HP à temperatura ambiente (9).	6
Tabela 4.1 Dimensões das amostras para as medidas de condutividades.....	38
Tabela 4.2. Dimensões das amostras analisadas com o VSM.....	40
Tabela 5.1. Profundidade de penetração (mm).....	52
Tabela 5.2. Características físicas das amostras.	54
Tabela 5.3. Propriedades físicas das amostras.....	70

Capítulo 1

Introdução

Tubos fabricados com aços HP apresentam propriedades mecânicas que permitem seu uso em altas temperaturas, sendo frequentemente utilizados em unidades de refino de petróleo e produção de amônia e metanol, especialmente nas colunas dos fornos de reforma e de pirólise.

No caso dos fornos de reforma, os tubos ficam dispostos em colunas verticais e possuem comprimento variando de 10-14 m, diâmetro externo de 100-200 mm e espessuras de 10-20 mm. A reação primária global de reforma é endotérmica e ocorre dentro dos tubos. Possuem elementos catalisadores em seu interior e são submetidos a uma temperatura máxima de parede externa entre 800-1000°C, pressão de trabalho até 4 MPa e vida útil projetada de 100.000 horas (equivalente a 11,4 anos). Tais condições de trabalho são possíveis graças ao desenvolvimento de ligas austeníticas Fe-Ni-Cr, do tipo HP-40, que mantêm suas propriedades mecânicas em temperaturas da ordem de 1.000°C (1). O Ni atua como estabilizador da austenita inibindo a transformação de fase no aquecimento e resfriamento e o Cr atua como forte formador da camada passiva superficial, além de reduzir a carburização (caso particular nos fornos de pirólise). O Nb busca deixar livre o Cr para a formação da camada passiva, através da formação de carbeto mais estável que o carbeto de Cr, além de aumentar a resistência mecânica (2).

A vida remanescente estimada destes tubos depende de diversos fatores, como pressão, temperatura, tempo e esforços estruturais que originam fenômenos indesejáveis no material como envelhecimento, surgimento de trincas de fluência, corrosão, etc.

Vários estudos já foram desenvolvidos sobre a correlação entre as transformações microestruturais e a resposta magnética, principalmente de aços HP que sofreram carburização (3), (4), (5). No entanto, não foram encontradas referências bibliográficas

contendo a avaliação do estado de envelhecimento e a relação com as propriedades magnéticas de tubos de reforma. Eis uma motivação para o desenvolvimento de uma metodologia que permita avaliar a integridade do material e melhorar o procedimento de monitoramento.

Como consequência das mudanças microestruturais da matriz austenítica, devido às condições de operação, é de se esperar que as propriedades eletromagnéticas apresentem alterações (permeabilidade magnética, condutividade elétrica, etc.), as quais poderiam ser úteis para a avaliação não destrutiva do envelhecimento e do comportamento do material (6). Aproveitando as mudanças das propriedades microestruturais dos aços HP, espera-se programar a substituição preventiva dos tubos de forma otimizada, garantindo o máximo de aproveitamento de sua vida útil e o mínimo de ocorrência de falhas indesejadas. Com a avaliação periódica da condição estrutural do material as decisões de manutenção ficam melhor fundamentadas.

Este trabalho teve por objetivo avaliar as transformações microestruturais de três corpos de provas provenientes de uma mesma coluna de um forno de reforma que acumulava um tempo em serviço de 70.000 horas e desenvolver uma metodologia capaz de correlacionar o estado de envelhecimento que sofreu o material com os sinais obtidos por ensaios magnéticos não destrutivos. Os três corpos de prova analisados estiveram submetidos a temperaturas de superfície exterior entre 600–1.000°C (7). A metodologia possibilitou obter a caracterização do material por meio da correlação das variações metalúrgicas com as mudanças nas propriedades magnéticas e elétricas.

Para a caracterização microestrutural e magnética foram utilizadas três técnicas distintas e complementares. Por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi analisada a morfologia da matriz austenítica e dos precipitados. Para os ensaios magnéticos não destrutivos (END) foram utilizadas as técnicas de correntes parasitas convencional (CP) e o sensor de magnetismo permanente (PMS), desenvolvido no presente projeto. Os sinais gerados por correntes parasitas foram relacionados ao nível de envelhecimento presente no material.

Para a análise computacional do ensaio por correntes parasitas é indispensável conhecer a natureza macroscópica magnética das amostras, para isto obtêm-se as propriedades físicas de cada corpo de prova, em particular os parâmetros mais

influentes na técnica: permeabilidade magnética e condutividade elétrica. A permeabilidade magnética foi obtida mediante a curva de magnetização com o magnetômetro de amostra vibrante (VSM) e a condutividade elétrica por meio da técnica de quatro pontos.

O presente trabalho está dividido em sete capítulos. No **Capítulo 2** é feita uma revisão teórica das ligas austeníticas Fe-Ni-Cr, suas transformações microestruturais e as técnicas de caracterização magnética utilizadas. No **Capítulo 3** é feita a revisão bibliográfica da caracterização magnética do aço HP, com o objetivo de analisar os estudos e as diferentes técnicas utilizadas para este fim. No **Capítulo 4** são descritas as características das amostras e as técnicas de caracterização utilizadas (MEV, correntes parasitas convencionas, sensor de magnetismo permanente - PMS, VSM). No **Capítulo 5** são apresentados os resultados e sua devida discussão. As conclusões e sugestões para trabalhos futuros são apresentadas nos **Capítulos 6** e **7**, respectivamente. Adicionalmente, tem-se o Anexo I, onde é descrito o desenvolvimento do sensor PMS.

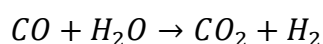
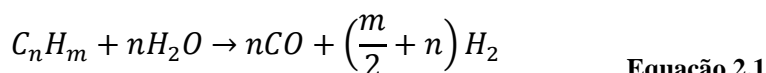
Capítulo 2

Fundamentos teóricos

Este capítulo está dividido em três partes, a primeira parte fornecerá uma revisão teórica abordando alguns conceitos básicos sobre os fornos de reforma, as ligas austeníticas HP e seus problemas decorrentes devido ao envelhecimento. Na segunda parte é feita uma revisão sobre as propriedades magnéticas e os ensaios magnéticos não destrutivos empregados. Finalmente, é feita uma revisão bibliográfica sobre as técnicas de inspeção não destrutivas utilizadas por outros autores para a caracterização destas ligas. A revisão teórica e bibliográfica é necessária para a compreensão dos resultados discutidos no **capítulo 5**.

2.1. Fornos de reforma

Os fornos de reforma são utilizados amplamente na indústria petroquímica para produzir hidrogênio a partir de hidrocarbonetos. A produção de hidrogênio ocorre devido às reações endotérmicas entre hidrocarbonetos (principalmente metano) e vapor de água, através do processo químico catalítico que envolve uma quantidade significativa de calor (8). A reação descrita na **equação 2.1** ocorre na presença de catalisadores dentro dos tubos verticais que, dá origem ao craqueamento dos hidrocarbonetos (1). Como a maioria das reações químicas são endotérmicas é necessário fornecer calor para o início e manutenção das reações.



As colunas destes fornos são componentes críticos devido a estarem submetidas a condições extremamente adversas: temperaturas e pressões altas. Como consequência, surgem trincas durante sua vida em serviço que, ao se propagarem, podem provocar

falhas nas colunas. Normalmente, a temperatura de parede destes tubos varia entre 600 e 1.000°C com uma pressão interna de 20 a 40 bar. Os tubos das colunas são fabricados com materiais resistentes a altas temperaturas, como ligas austeníticas níquel–cromo (9).

Os fornos de reforma estão constituídos de colunas verticais de tubos, com altura variando de 10 a 14 metros, diâmetro externo de 100 a 200 mm e espessura de 10 a 20 mm. Os comprimentos necessários para que ocorram as reações endotérmicas requerem a união circunferencial dos tubos através de processo de soldagem, devido ao fato do comprimento dos tubos individuais estarem na faixa de 1 a 7 metros. Esses tubos têm a sua vida nominal de projeto normalmente em torno de 100.000 horas (10). É indispensável programar a substituição preventiva dos tubos no momento tal que garanta o máximo aproveitamento sem permitir que ocorram falhas, por isso é necessária a avaliação periódica da condição estrutural do material, pois permite definir sua vida remanescente e assim, fundamentar as decisões de manutenção.

2.2. Aços resistentes ao calor

Materiais destinados a trabalho em altas temperaturas, acima de 650°C, devem apresentar boas propriedades mecânicas e grande resistência a danos associados a estas condições extremas de serviço. A maioria dos aços resistentes ao calor empregados na indústria petroquímica, pertencem às ligas austeníticas Fe-Cr-Ni, com percentual de cromo maior que o percentual de níquel, e Fe-Ni-Cr, com percentual de níquel maior que percentual de cromo (11).

Os aços do tipo Fe-Cr-Ni podem ser usados em condições oxidantes ou redutoras, possuem alta resistência à fluência, podem suportar grandes carregamentos e moderadas variações de temperaturas. Já as ligas do tipo Fe-Ni-Cr são mais resistentes à atmosfera oxidantes e carburizantes, exceto quando a presença de enxofre é significativo (11). Devido aos teores mais elevados de níquel, que é um estabilizador da austenita, as ligas do grupo Fe-Ni-Cr apresentam microestruturas mais estáveis, ou seja, menor

probabilidade de formação de fases deletérias decorrentes da exposição do material a elevadas temperaturas (12).

O foco deste trabalho são os aços da família HP. A letra “H” indica que o material é apropriado para uso em altas temperaturas. A segunda letra denota o teor nominal de cromo e níquel na liga, de forma que, à medida que o teor de níquel aumenta, a segunda letra varia da “A” à “Z”, estes tubos são fabricados por fundição centrífuga (13). Na **Tabela 2.1** especifica-se a composição química dos aços HP.

Tabela 2.1. Composição química da liga austenítica HP (9).

Elemento	Cr	Ni	C	Mn	Si	P	S	Mo	Fe
% em peso	26	35	0,35– 0,75	2,0	2,5	0,04	0,04	0,5	Bal

A **Tabela 2.2** apresenta as propriedades mecânicas do aço HP no estado bruto de fusão à temperatura ambiente (9). Em temperaturas elevadas ocorre uma diminuição do limite de escoamento e do limite de resistência dos materiais, porém, nestes tipos de ligas as perdas nas propriedades mecânicas devido à ação das altas temperaturas são menores se comparadas com ligas que não são resistentes a altas temperaturas (12).

Tabela 2.2. Propriedades mecânicas das ligas austeníticas HP à temperatura ambiente (9).

Limite de escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)
235	430	4,5

Os aços HP são fabricados mediante um processo específico de fundição por centrifugação onde a solidificação inicia-se com a formação de dendritas de austenita junto à parede do molde crescendo na direção do líquido, e a presença de elevados teores de carbono nesta liga, superiores a 0.4% em massa, favorece a formação de austenita no processo. Contudo, o excesso de carbono em solução sólida provoca a saturação da austenita, acarretando o aparecimento de uma rede primária de carbeto eutéticos, complexos e grosseiros (14). Esta precipitação grosseira pode assumir

diversas formas, tais como ilhas isoladas nas regiões interdendríticas, filmes delineando a estrutura dendrítica ou formando uma rede de carbeto de composição eutética interdendrítica. Cada fase formada é determinada pela segregação prévia de seus constituintes nesta região e da velocidade de resfriamento no processo de solidificação. Esta rede assume frequentemente uma estrutura chamada de esqueleto ou escrita chinesa, sendo uma característica das ligas modificadas ao Nb (15). Conforme mostrado na **Figura 2.1** observa-se a matriz austenítica junto com uma rede de carbeto interdendríticos do tipo M_7C_3 (escuros) e NbC (claros).

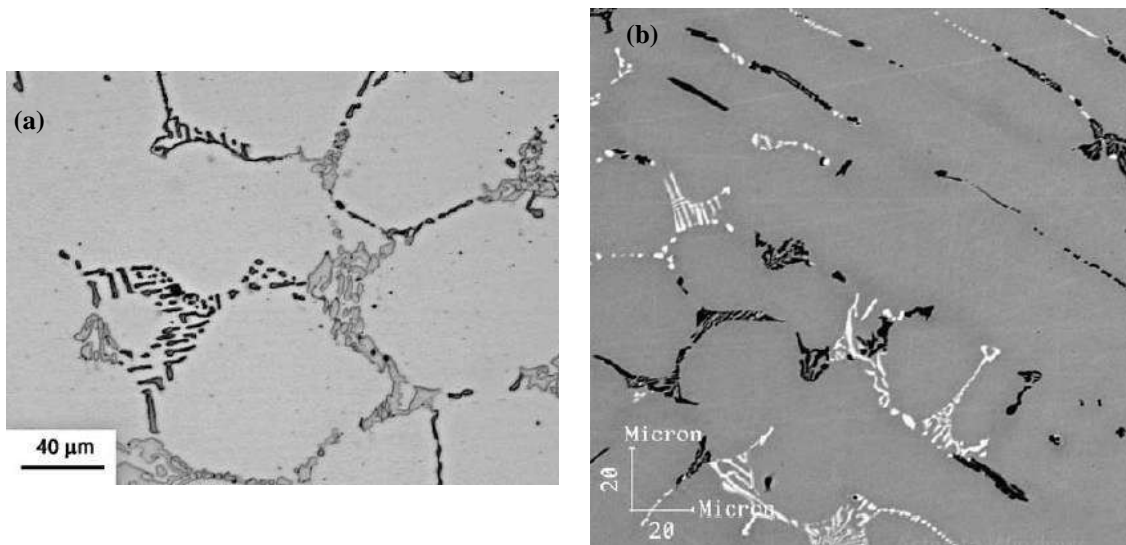


Figura 2.1. Liga HP-Nb na condição *as-cast* (a) micrografia ótica, (b) micrografia MEV obtida com o detector de elétrons retro-espalhados (2).

Os aços austeníticos HP modificados pela adição combinada de Nb-Ti, possuem maior resistência à fluência e à permeação de hidrogênio devido à complexidade dos carbeto eutéticos formados no contorno de grão quando comparado com os aços HP-Nb, conforme observado na **Figura 2.2**. Isto representa um incremento de produção da reação primária nos fornos de reforma, pois possibilita uma redução na espessura dos tubos, aumenta a eficiência da troca térmica e permite um aumento significativo na temperatura de operação destas unidades (2), (14).

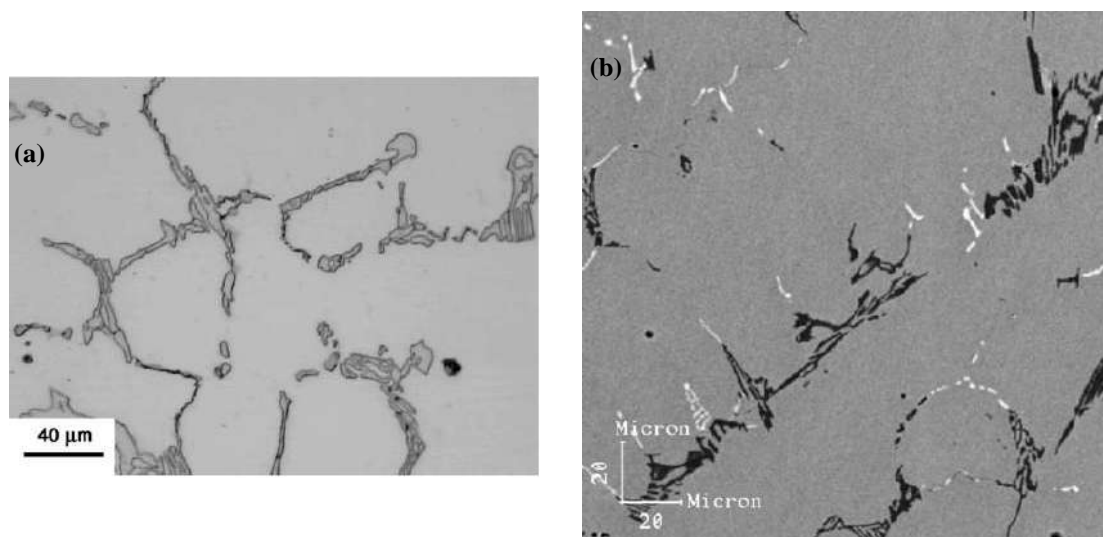


Figura 2.2. Liga HP-NbTi na condição as-cast (a) micrografia ótica, (b) micrografia MEV obtida com o detector de elétrons retro-espalhados (2).

Na **Figura 2.2(a)** observa-se que a natureza dos carbetos dendríticos é menos contínua que os carbetos da **Figura 2.1**, este efeito é devido à presença de titânio. Apresentam-se precipitados do tipo $M_{23}C_6$ (escuros), NbC (claros) e (NbTi)C (2).

2.3. Formação de precipitados nas ligas HP

Devido às elevadas temperaturas em que operam os tubos de aço HP nos fornos de reforma de instalações petroquímicas, ocorrem diversos fenômenos como o envelhecimento, a fluência, carburização, corrosão e fadiga térmica na sua estrutura (16). A seguir serão descritas as principais características microestruturais apresentadas no aço HK quando submetido a altas temperaturas de operação em vários milhares de horas (17). Segundo o autor, transformações microestruturais também são típicas nas ligas HP. Devido a uma resistência mecânica superior do aço HP ao aço HK (12), os tubos HP possuem uma espessura nominal menor que a do aço HK, ou seja, disponibilizam um maior diâmetro interno do tubo, aumentando sua capacidade de produção e, conseqüentemente, um maior volume de catalisador.

- **Estado de envelhecimento I:** neste estágio não existem modificações microestruturais significativas quando o material está submetido a uma temperatura de parede inferior a 600°C. O material apresenta-se como no estado bruto de fusão, com estruturas conhecidas como “escrita chinesa” ou “espinha de peixe”, e a matriz sem carbeto aparentes. Os carbeto possuem a forma de plaquetas arranjadas nos contornos das dendritas, conforme observado na **Figura 2.3(a)**;
- **Estado de envelhecimento II:** para temperaturas de operação entre 600 e 700°C os carbeto primários começam a coalescer e se agrupam, assumindo a configuração de blocos compactos conforme mostrado na **Figura 2.3(b)**. Ocorre nucleação de carbeto secundários no interior da matriz de austenita, que se precipitam primeiro ao longo dos braços das dendritas;
- **Estado de envelhecimento III:** para temperaturas de operação entre 700 e 800°C os carbeto primários transformam completamente sua morfologia eutética em blocos compactos, além de finos carbeto secundários serem dispersos na matriz, **Figura 2.3(c)**;
- **Estado de envelhecimento IV:** Para temperatura nominal de operação entre 800°C - 900°C, a morfologia dos carbeto primários estabiliza-se e os carbeto secundários coalescem. Devido à difusão do carbono para os carbeto primários, existe uma perda de carbeto secundários ao longo dos limites dendríticos, **Figura 2.3(d)**;
- **Estado de envelhecimento V:** Para temperatura nominal de operação entre 900°C e 1.000°C, a quantidade de precipitados secundários no interior da matriz diminui e o tamanho médio dos precipitados aumenta substancialmente devido ao coalescimento dos carbeto primários, **Figura 2.3(e)**;
- **Estado de envelhecimento VI:** Acima de 1000°C observa-se uma evolução da condição descrita anteriormente, sendo mais intenso o coalescimento de carbeto secundários, conforme observado na **Figura 2.3(f)**.

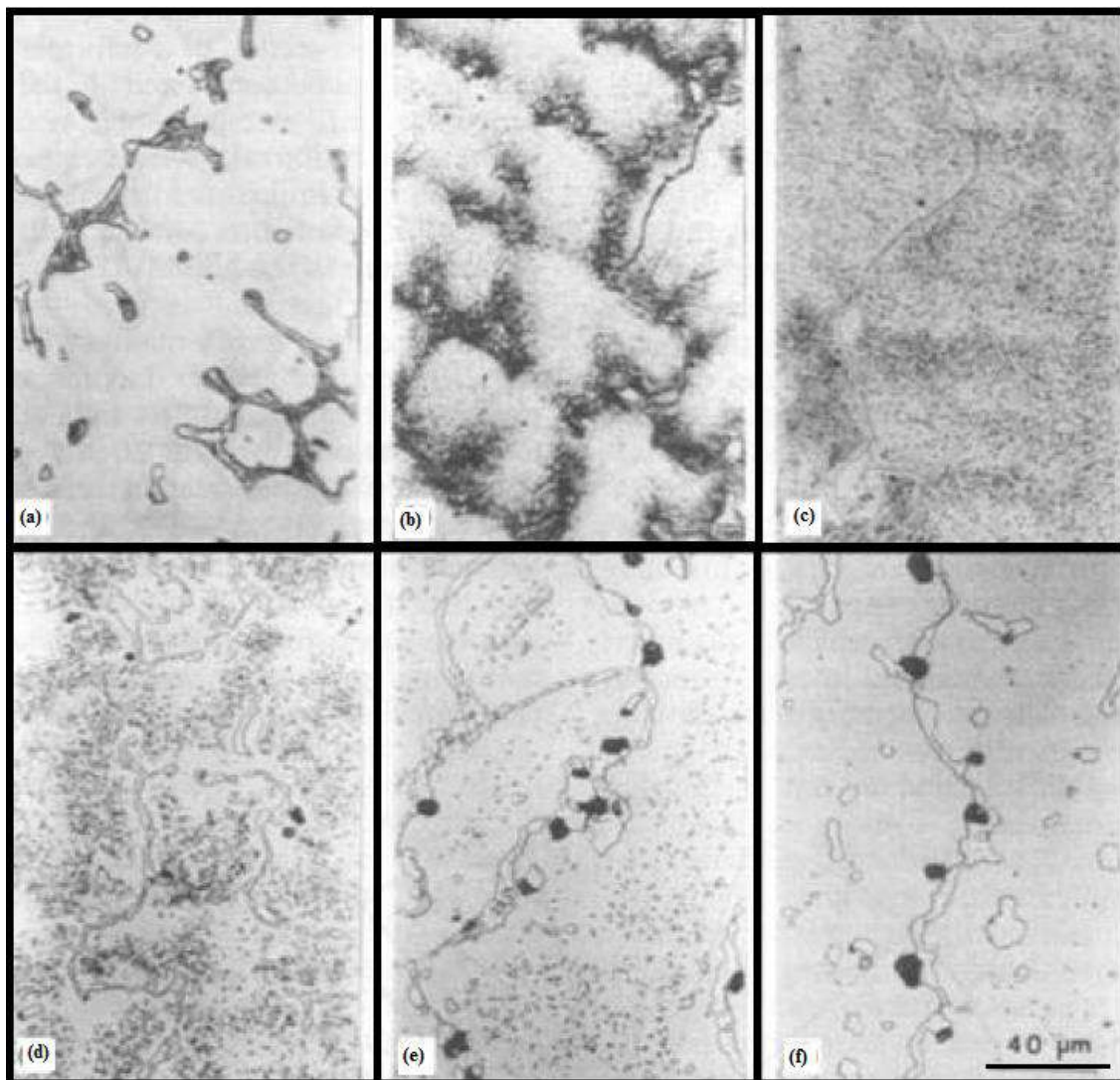


Figura 2.3. Estados de envelhecimento do aço HK, as micrografias óticas foram tomadas perto da superfície interna do tubo. Estado de envelhecimento (a) I; (b) II; (c) III; (d) IV; (e) V e (f) VI. As cavidades em preto observadas nas figuras (e) e (f) são indícios de danos de fluência (17).

Além do processo de envelhecimento, ocorre o trincamento devido à fluência que se inicia pela interligação de vazios de formato lenticular. As microtrincas resultantes deste processo primário avançam na direção da parede interna do tubo, para depois caminhar à parede externa (12). Os vazios lenticulares são formados aleatoriamente nos contornos das dendritas numa distribuição restrita ao primeiro terço da espessura da parede do tubo, devido à orientação preferencial estar nos limites perpendiculares à tensão principal máxima de tração (8). A seguinte classificação, definida por (8) e (18), descreve o nível de dano associado ao fenômeno de fluência.

- Nível A: vida consumida 0%, com ausência de vazios do tipo lenticular, **Figura 2.4(a)**;
- Nível B: vida consumida 25%, com vazios aleatoriamente distribuídos, porém não alinhados, **Figura 2.4(b)**;
- Nível C: vida consumida 50%, com vazios alinhados, porém não interligados, **Figura 2.4(c)**;
- Nível D: vida consumida 75%, com micro-trincas de interligação dos vazios alinhados que não atingem a metade da espessura da parede a contar da superfície interna da coluna, **Figura 2.4(d)**;
- Nível E: vida útil extinta, com trincas em propagação que alcançam 2/3 da espessura da parede a contar da superfície interna da coluna, quando o tubo atinge este nível deve ser substituído, **Figura 2.4(e)**.

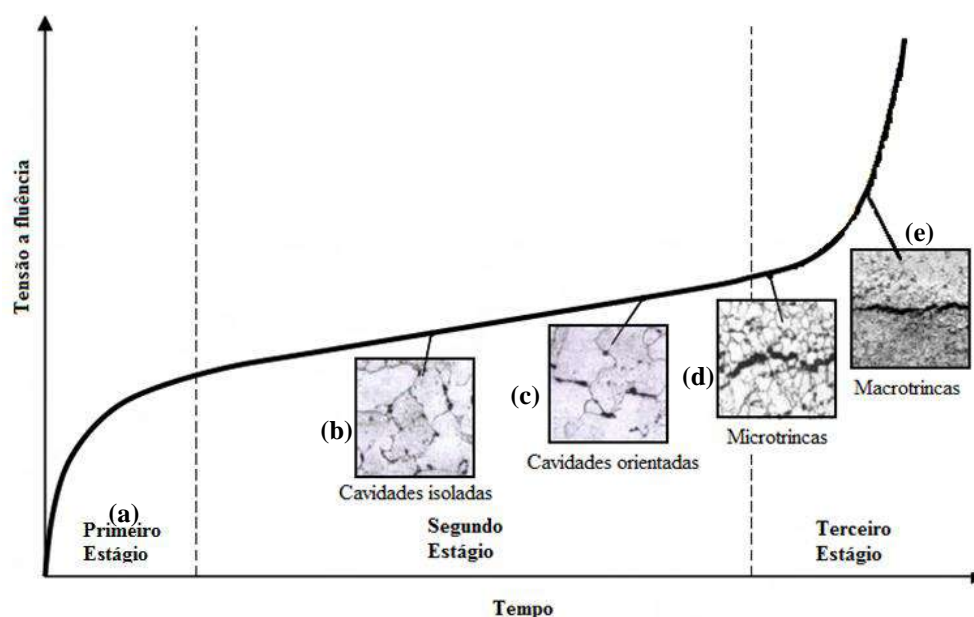


Figura 2.4. Curva típica da evolução temporal da fluência, ilustrando nas micrografias a evolução microestrutural durante o tempo em serviço de um aço de uma planta nuclear (19).

As transformações microestruturais que ocorrem durante o tempo em serviço da liga HP-Nb foi estudada por Shi *et al.* (14). A **Figura 2.5** apresenta os principais constituintes formados na matriz austenítica da liga HP-Nb em estado bruto de fusão e em serviço, desta forma observa-se que no estado bruto de fusão apresenta carbeto primários do tipo NbC e M_7C_3 (rico em cromo). O aumento na temperatura de parede e

no tempo em serviço deste material leva a: transformação dos carbeto M_7C_3 em $M_{23}C_6$, precipitação secundária do carbeto $M_{23}C_6$ e transformação do carbeto NbC em siliceto de Ni-Nb.

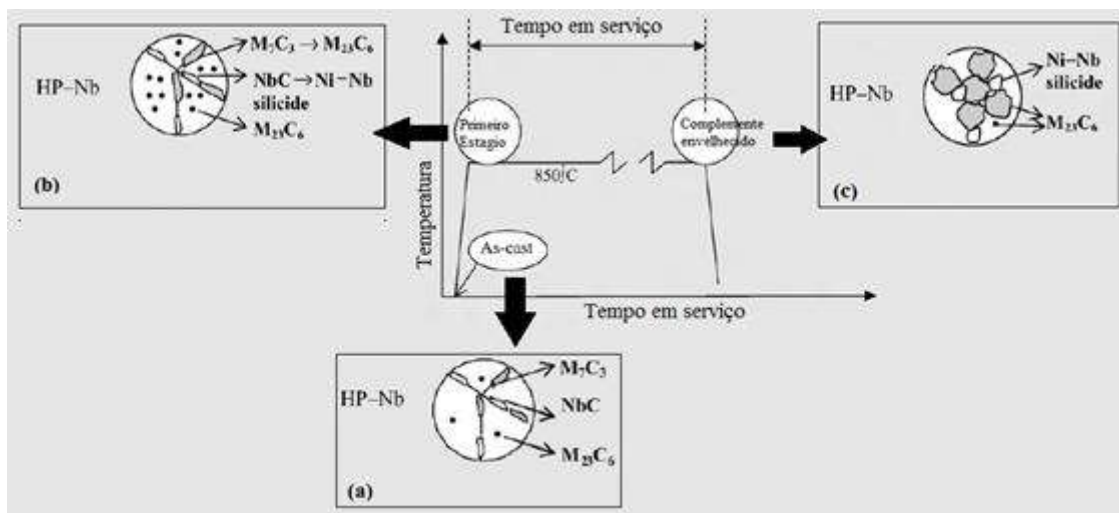


Figura 2.5. História térmica das ligas estudadas. Morfologia, localização e evolução da microestrutura dos aços HP estudados por (14). (a) Morfologia microestrutural do material no estado bruto de fusão, (b) Morfologia dos precipitados no primeiro estágio, (c) Morfologia dos precipitados quando o material estiver completamente envelhecido.

2.4. Ensaios magnéticos não destrutivos

Com o envelhecimento dos aços das colunas em operação dos fornos das unidades geradoras de hidrogênio, torna-se necessário dispor de técnicas não destrutivas capazes de estimar o nível de dano presente nas colunas, permitindo assim tomar decisões certas entre os intervalos de paradas de manutenção programada. O presente trabalho foca-se nos ensaios magnéticos não destrutivos, correntes parasitas e magnetismo permanente, os quais apresentam boa potencialidade para a avaliação da vida residual em tubos catalisadores.

A inspeção por correntes parasitas é sensível às variações de propriedades dos materiais, tais como composição química, dureza, resistência, desgaste por corrosão, etc

(20). Correlações destas variações com a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética do material permitirão o uso das correntes parasitas para medição indireta de tais propriedades do material.

2.4.1. Princípios do ensaio por correntes parasitas

O ensaio não destrutivo por meio de correntes parasitas emprega campos eletromagnéticos alternados de forma a analisar propriedades químicas, físicas e metalúrgicas dos materiais, presença de discontinuidades ou variações geométricas e dimensionais da peça testada. É baseado no princípio de um transformador, onde uma bobina equivale ao primário e um material condutor elétrico equivale ao secundário (20). A presença de um defeito no metal altera a resistência elétrica em série no secundário do transformador, sendo que esta variação depende do tamanho do defeito e da sua posição em relação à bobina da sonda (21).

De acordo com a lei de Maxwell-Ampère, quando uma bobina é excitada por uma corrente alternada, um campo magnético alternado primário é gerado na bobina. Quando a bobina é colocada nas proximidades da superfície de um material condutor elétrico, o campo primário penetra no material, gerando as chamadas correntes parasitas. Essas correntes dão origem a um campo magnético secundário de sentido tal que se opõe sempre às variações de amplitude do campo magnético primário (22), como é mostrado na **Figura 2.6**.

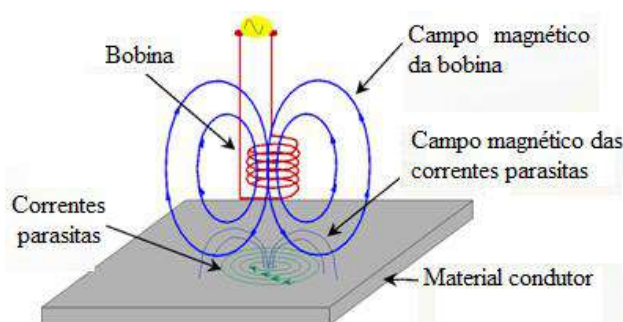


Figura 2.6. Esquema da geração de correntes parasitas usando uma bobina com corrente alternada (23).

O campo magnético variável é produzido pela circulação periódica, alternada ou pulsante, de corrente elétrica em bobinas ou qualquer outro arranjo de fios chamados de sonda. A sonda é posicionada próxima à superfície do material em teste, como é mostrado na **Figura 2.6**, induzindo nesta um fluxo de corrente elétrica, conhecido como corrente parasita (linhas tracejadas em verde). A região do material inspecionado que contenha alguma descontinuidade apresentará um fluxo de correntes parasitas menor do que as regiões que não apresentarem essas descontinuidades, pois a região defeituosa apresenta uma maior resistência à passagem de correntes elétricas. Essa diferença no fluxo de correntes parasitas acarreta uma mudança na impedância da bobina, que é constantemente monitorada, sendo possível diferenciar as regiões com defeito e sem defeito, os resultados são visualizados graficamente no plano da impedância, o qual será explicado no **item 2.4.2**. As variações microestruturais também acarretam em mudança no fluxo das correntes parasitas, modificando localmente a permeabilidade magnética ou a condutividade elétrica, tornando possível uma comparação de propriedades de diferentes materiais (24). A maioria dos instrumentos comerciais de correntes parasitas apresentam variações físicas detectadas no plano de impedância.

2.4.2. Plano de impedância

A impedância elétrica (Z) é a oposição total que um circuito oferece ao fluxo de uma corrente elétrica variável no tempo. A impedância é medida em ohms (Ω) e pode ser expressa como um número complexo, possuindo uma parte real, equivalente à componente resistiva R , e uma parte imaginária, dada pela reatância capacitiva X_C e indutiva X_L . Em uma sonda de correntes parasitas, geralmente formada por uma única bobina, a influência da reatância capacitiva é desprezível, restando somente a reatância indutiva para compor a parte complexa da impedância (22). O ângulo que determina a direção da impedância é conhecido como ângulo de fase (ângulo entre as componentes da voltagem e da corrente elétrica), conforme mostrado na **Figura 2.7**.

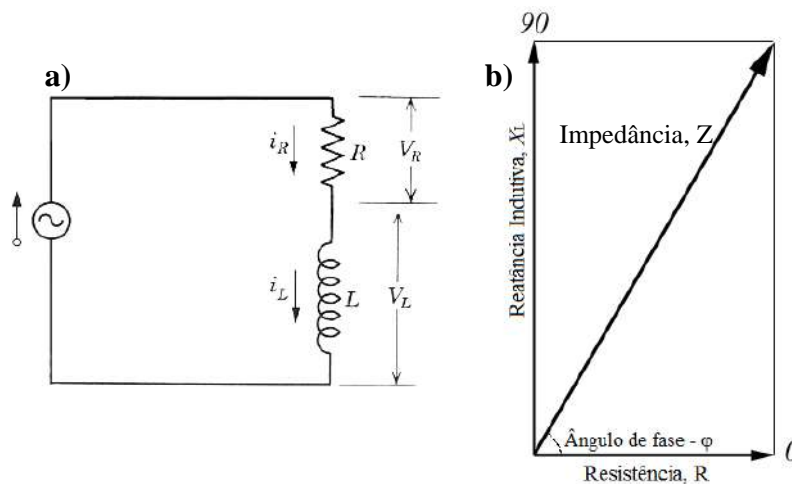


Figura 2.7. Plano de impedância (23).

A amplitude da resistência (V_R) está em fase com a corrente, e a amplitude do indutor (V_L) está defasada 90° . Para chegar ao valor total da tensão (V_T) soma-se vetorialmente as tensões V_R e V_L . A relação entre a impedância e os seus componentes (resistência e reatância indutiva) pode ser representada pelo vetor da **Figura 2.7.b**, onde, a amplitude da impedância em uma sonda de correntes parasitas é o módulo deste vetor e pode ser calculada a partir da **equação 2.2**.

$$Z = \sqrt{R^2 + X_L^2} \quad \text{Equação 2.2}$$

$$X_L = 2\pi fL \quad \text{Equação 2.3}$$

f Frequência de operação - [Hz]

L Indutância - [H]

A maneira mais usual para analisar os resultados de uma inspeção por correntes parasitas é a partir do plano de impedância. O plano da **Figura 2.8** ilustra a variação da impedância de acordo com o lift-off e as propriedades do material, condutividade elétrica e permeabilidade magnética. Observa-se que partindo da sonda posicionada no ar e aproximando-a ao alumínio, a componente resistiva aumenta, pois correntes parasitas são geradas no alumínio drenando energia da bobina e fazendo com que haja um aumento na sua resistência. A reatância indutiva, entretanto, decresce devido ao campo magnético gerado pelas correntes parasitas se opor ao campo magnético da bobina, resultando em um campo magnético menor para produzir indutância. Quando a

sonda é aproximada de um material magnético, como aço carbono comum, ocorre um comportamento diferente do que ocorre em materiais não magnéticos, como pode ser visto na **Figura 2.8**. A componente resistiva, assim como no alumínio e nos demais materiais não magnéticos, apresenta um aumento à medida que a sonda se aproxima do aço. Porém, é possível notar um aumento na reatância indutiva. Esse acréscimo se deve à alta permeabilidade magnética do aço carbono, a qual concentra o campo magnético da bobina no aço. Essa concentração do campo da bobina no aço se sobrepõe ao campo magnético gerado pelas correntes parasitas, tornando-se o campo prevalente. Esta grande sensibilidade das sondas de correntes parasitas aos materiais com diferentes permeabilidades magnéticas e condutividade elétrica é a base para empregar esta técnica para a caracterização de materiais (22).

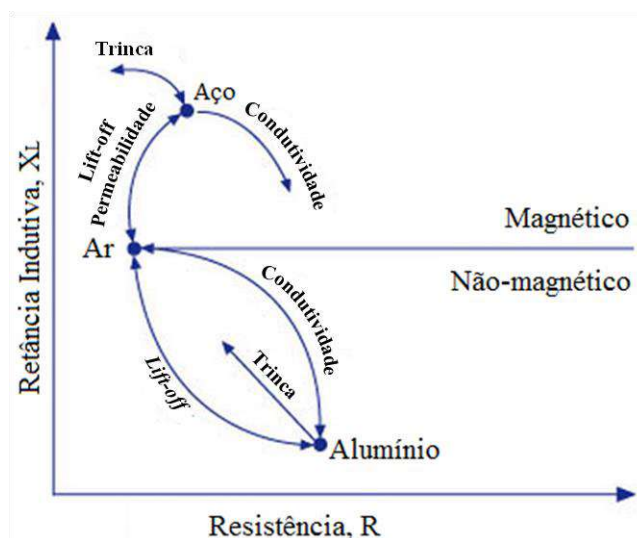


Figura 2.8. Variação da impedância a partir das variações das propriedades dos materiais (23).

Como se trata de um ensaio que emprega indução eletromagnética, não necessita de contato entre a sonda e a peça, requerendo apenas que o material seja condutor elétrico. Assim, a densidade da corrente parasita induzida na superfície é maior e decresce exponencialmente com a profundidade a partir da superfície. As correntes parasitas induzidas são também variáveis da frequência e possuem intensidade e fase, como descrito anteriormente. A frequência de ensaio determina a profundidade de penetração e a densidade de correntes parasitas na região mais próxima da superfície da amostra, onde se encontra a bobina de ensaio (20).

2.4.3. Profundidade de penetração ou *skin depth*

Quando um defeito está presente em uma profundidade que as correntes parasitas não alcançam, não é possível detectá-lo, pois o campo magnético primário que penetra no material condutor decresce com a profundidade, e a densidade de correntes parasitas decresce exponencialmente com a profundidade. Este fenômeno é conhecido como profundidade de penetração ou *skin depth*, mostrado na **Figura 2.9**. A profundidade de penetração padrão δ , é definida como a profundidade em que a intensidade de correntes parasitas é reduzida a $(1/e) \times 100\%$ do seu valor superficial, onde $e = 2,718$. O valor de δ é dado pela **equação 2.4** (20):

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \sigma \mu}} \quad \text{Equação 2.4}$$

μ Permeabilidade magnética - [Tm/A]

σ Condutividade elétrica - [S/m]

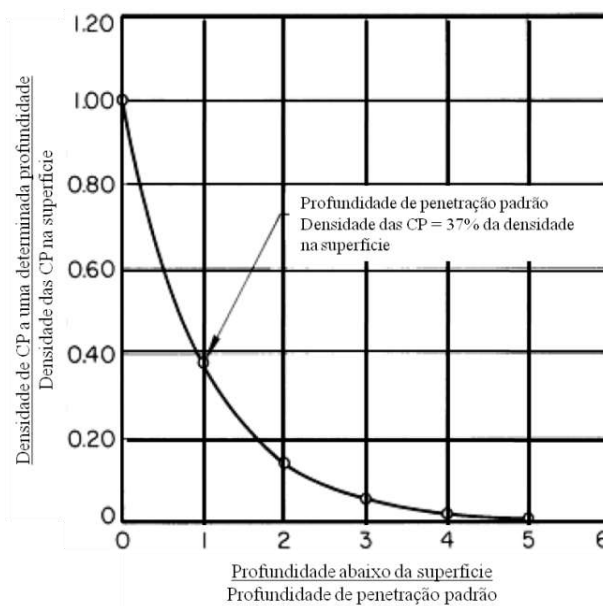


Figura 2.9. Variação da densidade das correntes parasitas em função da profundidade abaixo da superfície de um material condutor (20).

Da **equação 2.4** pode-se ver que a frequência de inspeção determina a profundidade de penetração, à medida que a frequência aumenta a penetração diminui e a distribuição das correntes fica mais densa na superfície do material, ilustrada na

Figura 2.10. A frequência de inspeção também influi sobre a sensibilidade a mudanças nas propriedades do material e defeitos (20). Tanto as correntes parasitas como o campo magnético diminuem com a profundidade. A condutividade elétrica e a permeabilidade magnética também possuem influência na profundidade de penetração. Como resultado, materiais ferromagnéticos possuem grande permeabilidade magnética μ , portanto, as correntes parasitas induzidas neles têm baixa penetração (20).

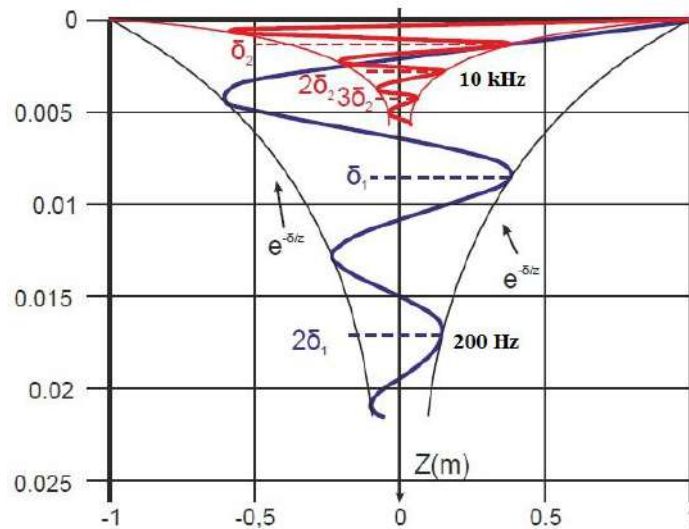


Figura 2.10. Profundidade de penetração para frequências de 200 Hz e 10 kHz. Observa-se que para uma frequência menor a profundidade de penetração é maior (25).

As correntes sofrem um atraso de fase com a profundidade de penetração, portanto, o sinal produzido por um defeito depende tanto da amplitude como da fase das correntes obstruídas. Conforme a defasagem aumenta com a profundidade, haverá uma diferença no vetor impedância da bobina e este efeito permite dimensioná-lo e localizá-lo. Como fontes de campo, os sensores são em geral bobinas, mas as bobinas não medem campo magnético, e sim a taxa de mudança do fluxo que passa por ela. Uma alternativa para medição de campo magnético é o uso de sensores de efeito Hall, magneto-resistivo (MR) ou de magnetoresistência gigante (GMR). Este tipo de sensores possuem uma série de vantagens como seu pequeno tamanho e alta resolução (26).

A impedância da sonda de correntes parasitas pode ser afetada por diversos fatores (27), (23):

- a. Variações de frequência de operação;
- b. Variações na condutividade elétrica e permeabilidade magnética de uma estrutura, causado por mudanças microestruturais, como tamanho de grão, endurecimento, fases existentes e sua distribuição, etc.
- c. Presença de defeitos superficiais como trincas, e subsuperficiais como vazios e inclusões não metálicas;
- d. Mudanças de dimensões, como por exemplo o afinamento das paredes de um tubo devido a corrosão;
- e. Mudanças no *lift-off* por causa de irregularidades na superfície da amostra.

Vários desses fatores podem estar presentes simultaneamente no material de inspeção, afetando a impedância da bobina, e tornando a leitura dos sinais complicada. Para o presente trabalho, foram tidos em conta os fatores **a**, **b** e **c** na caracterização do aço HP. Para contornar estes problemas surgiu a técnica de multifrequência, que visou superar a exigência de que todos, menos um dos parâmetros permaneçam constantes (28). Assim, é possível isolar sinais devido a variações de parâmetros de interesse, como defeitos. Como exemplo, pode-se citar o caso onde ocorrem variações na condutividade elétrica e diminuição da espessura de um tubo, afetando a sonda simultaneamente. Entretanto, pode-se reduzir o efeito do parâmetro que não é de interesse, fazendo a subtração de um sinal de frequência diferente que seja mais sensível a esta variação.

No entanto, a alta sensibilidade do ensaio de correntes parasitas às modificações metalúrgicas também constitui um dos maiores contratempos da técnica, visto que é preciso separar os efeitos de diversas variáveis como o acoplamento, a microestrutura, as trincas, a rugosidade superficial etc., mas que como descrito anteriormente a técnica de multifrequência permite escolher as frequências de interesse, sendo necessária uma correta seleção dos parâmetros do ensaio, como frequência, fase e ganho (23). Embora a técnica multifrequência apresente as vantagens anteriormente descritas, no presente projeto não foi utilizada devido aos sinais correspondentes às amostras analisadas ficarem muito próximos, dificultando sua análise e a relação com seu estado microestrutural.

Conforme mencionado, a presença de defeitos e/ou variações metalúrgicas nas amostras (materiais condutores) alteram a resistência na bobina secundária do transformador, esta variação é proporcional ao tamanho do defeito e/ou variações microestruturais da sua posição em relação à bobina da sonda (21).

Além da dificuldade de grandes penetrações no material inspecionado, o ensaio de correntes parasitas apresenta ainda outro fator determinante para as inspeções, o *lift-off*. Este termo é usado para descrever o espaçamento existente entre sonda e a peça inspecionada. Uma aplicação clássica do *lift-off* em inspeções é para a avaliação de espessuras de camadas de revestimento não condutor, tais como tintas, camadas anodizadas ou camadas de óxidos, colocadas sobre metais condutores. Na grande maioria das vezes o *lift-off* é desfavorável para as inspeções, pois além de atenuar o sinal, o seu efeito pode mascarar defeitos pequenos, dificultando a sua detecção e dimensionamento, principalmente em regiões onde a superfície de inspeção é irregular.

2.4.4. Sensor de magnetismo permanente (PMS)

Como descrito anteriormente, a variação das microestruturas do aço HP durante o serviço faz dele um material susceptível a ser avaliado magneticamente. A técnica PMS consiste em medir a variação da densidade de fluxo magnético na superfície da amostra gerada a partir de um pequeno ímã. Para fazer à leitura do campo magnético na superfície externa do tubo é comumente utilizado sensores de estado sólido (sensores Hall, GMR, AMR). O campo magnético gerado pelo ímã foi medido com e sem a presença do material analisado. A diferença destes dois campos é o campo residual, considerado na calibração do medidor. A **Figura 2.11** mostra o desenho esquemático do sensor desenvolvido no presente projeto.

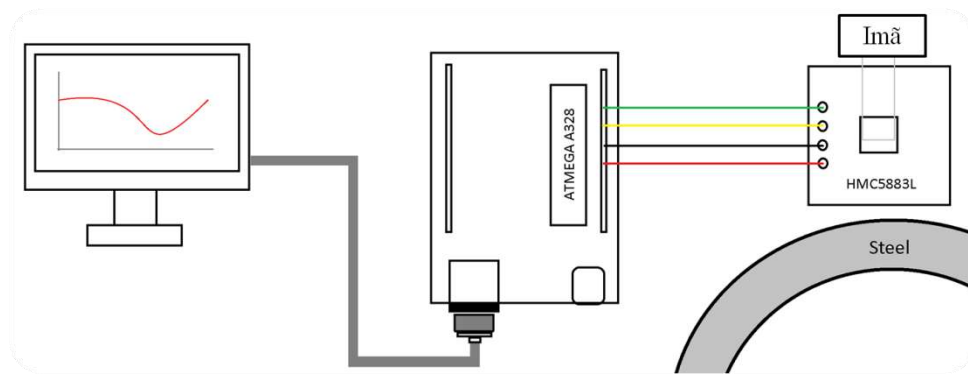


Figura 2.11. Diagrama esquemático do sensor PMS (desenvolvimento próprio).

O sensor utilizado no presente projeto foi o **AMR HMC5883L**, do inglês “*Anisotropic Magnetoresistance*”, o qual permite ler o campo magnético nas direções B_x , B_y e B_z . Por ser um sensor de grande sensibilidade à variação em sua posição espacial, deu-se preferência à fixação de sua posição, alternando-se apenas a posição do material. Uma primeira aproximação da caracterização superficial de materiais foi feita com esta técnica, detectando-se as variações magnéticas ao longo da amostra superenvelhecida.

2.5. Microscopia eletrônica de varredura - MEV

A técnica MEV consiste em fazer incidir um feixe de elétrons na amostra a ser analisada, esta interação gera a aparição de diferentes sinais que, capturados com detectores adequados, fornecem informações sobre a natureza da amostra (29). As principais vantagens desta técnica são: a alta resolução ($\sim 100 \text{ \AA}$) e a grande profundidade de campo, dando uma aparência tridimensional às imagens.

O MEV pode estar equipado com diferentes sensores, entre os quais podemos citar: detector de elétrons secundários para obter imagens de alta resolução (SEI - Secondary Electron Image), detector de elétrons retroespalhados que permite a obtenção de imagens da composição química e topografia da superfície (BEI - Backscattered Electron Image) e um detector de energia dispersiva (EDS - Energy Dispersive X-Ray Spectrometer) que permite recolher os raios X gerados pela amostra e fazer várias

análises da distribuição dos elementos em superfícies (30). A **Figura 2.12** mostra a configuração básica do MEV.

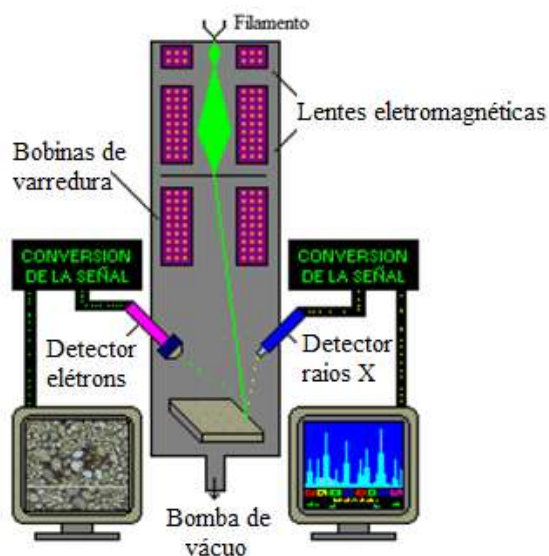


Figura 2.12. Esquema geral do funcionamento do detector de elétrons e raios X - MEV (30).

O sinal de elétrons secundários fornece informações sobre a morfologia superficial da amostra. O sinal dos elétrons retro-espalhados fornece uma imagem qualitativa das zonas com diferente número atômico médio. O sinal dos raios X fornece a composição dos elementos químicos na amostra.

2.6. Magnetômetro de Amostra Vibrante - VSM

O VSM é uma técnica de medida magnética muito utilizada em laboratórios de pesquisa, pois tem bom desempenho, versatilidade nos resultados e permite a obtenção das curvas de magnetização B vs. H . No VSM a amostra é fixada na extremidade de uma haste rígida, e esta, por sua vez, é presa a um transdutor eletromecânico (tipo alto-falante) que impõe à amostra um movimento de vibração (31). Em seguida, um campo magnético é aplicado perpendicularmente à direção de vibração da amostra, como ilustra a **Figura 2.13**.

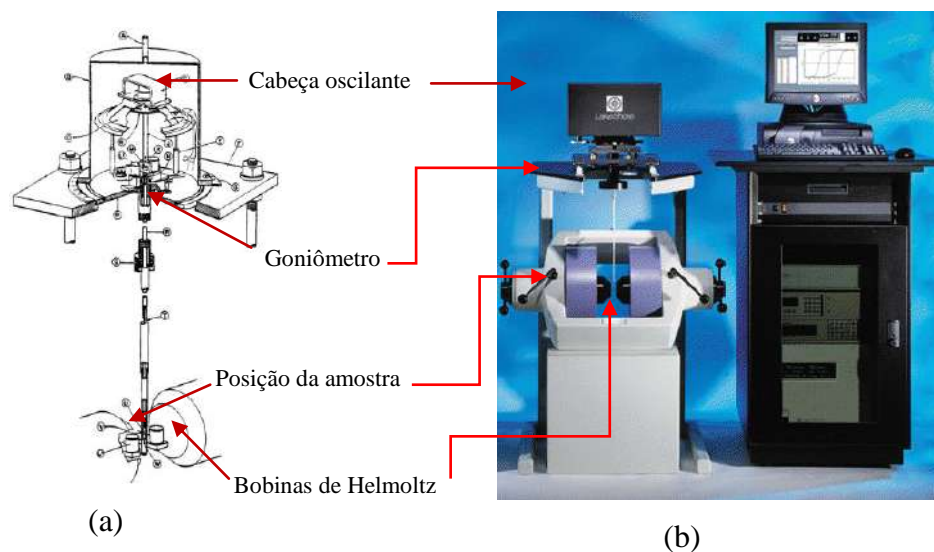


Figura 2.13. Desenho esquemático de um magnetômetro de amostra vibrante (a) (31),
 (b) VSM Modelo 7404 - Marca Lake Shore

Assim, uma amostra magnética disposta em tal arranjo terá seus momentos magnéticos orientados pelo campo magnético que lhes foi aplicado. A amostra oscila com uma frequência fixa, f , esta oscilação gera correntes induzidas e alternadas no interior da amostra, que por sua vez gera um campo magnético induzido que é detectado pelas bobinas coletoras (“pick-up”). Um amplificador *lock-in* ligado às bobinas *pick-up* amplifica o sinal de corrente na frequência exata f da vibração imposta a amostra pelo transdutor (31), na **Figura 2.14** apresenta-se o esquema de funcionamento do VSM.

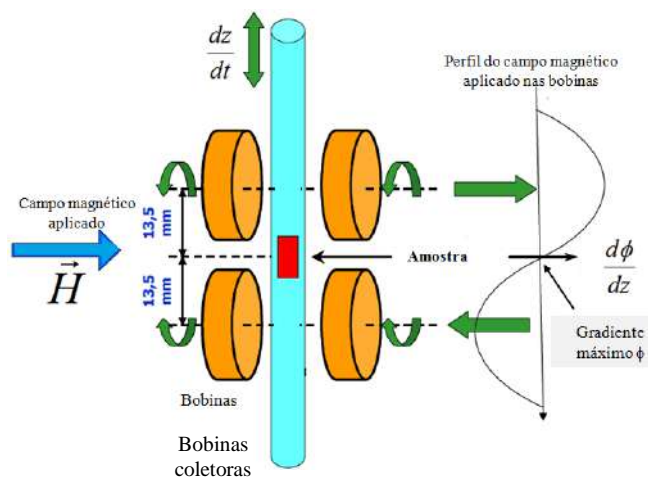


Figura 2.14. Esquema de funcionamento de um VSM.

O campo elétrico induzido nas bobinas pode ser matematicamente expresso pela **equação 2.5** (31).

$$V = mGA2\pi f \cos(2\pi ft) \quad \text{Equação 2.5}$$

Onde: ' m ' é o momento magnético da amostra, ' G ' uma variável que depende da geometria das bobinas de detecção (31), ' A ' a amplitude da vibração, gerada pela cabeça oscilante, e ' t ' o tempo. Conhecendo f , t , G , medindo a voltagem "V" e calculando a amplitude de vibração "A" é possível obter o momento magnético da amostra m .

Capítulo 3

Revisão Bibliográfica

3.1. Modelo de elementos finitos das correntes parasitas

As equações diferenciais da simulação computacional dos campos magnéticos e fluxos de corrente do método de correntes parasitas podem ser resolvidas por métodos analíticos ou numéricos.

A solução analítica utiliza o método de separação de variáveis dentro de uma determinada região, e utiliza condições de contorno para tratar da influência das fontes fora desta região de interesse. Os métodos numéricos, por sua vez, podem ser usados para geometrias mais complexas, considerando tanto meios lineares como não lineares. No caso particular deste projeto, utilizou-se o método numérico de elementos finitos (FEM (36)), que consiste na divisão do domínio de integração em um número finito de pequenas regiões, denominadas de “elementos finitos”. Neste método, em vez de buscar-se uma função que satisfaça as condições para todo o domínio basta defini-la em cada elemento.

A simulação por correntes parasitas permite obter o cálculo do vetor potencial magnético, e a partir do seu valor é possível obter outras grandezas eletromagnéticas como densidade de fluxo magnético, impedância da bobina, etc. Neste trabalho obteve-se o plano de impedância, para comparação dos sinais de correntes parasitas obtidos experimentalmente com os simulados.

Com o intuito de simular a inspeção de um material a partir da técnica não destrutiva de correntes parasitas, será utilizado o software **OPERA** baseado no método de elementos finitos, modulo **3D/Elektra**. O modelo de elementos finitos foi inicialmente introduzido no trabalho visando simular os resultados de impedância experimental. Conforme mencionado por **da Silva** (32), o uso de elementos finitos para calcular a impedância de uma bobina em um teste de correntes parasitas não é muito

frequente, devido às diferenças entre as medidas experimentais e numéricas serem bastante comuns. Num outro trabalho, **Wang** (33) não conseguiu reproduzir as impedâncias experimentais de seu trabalho, embora tenha conseguido reproduzir qualitativamente seus comportamentos. Para calcular a impedância da bobina (**equação 3.1**) pelo método de elementos finitos, a componente indutiva L pode ser obtida usando a energia magnética W_m através da relação (34), sendo I a corrente elétrica:

$$L = \frac{2W_m}{I^2} \quad \text{Equação 3.1}$$

A componente R que representa os efeitos de perda de energia devido às correntes parasitas da amostra pode ser obtida através da energia dissipada P , conforme apresentando na **equação 3.2**.

$$R = \frac{P}{I^2} \quad \text{Equação 3.2}$$

Estas aproximações dificilmente conseguem reproduzir os resultados experimentais sem que seja feito algum método de calibração. Frente a esta limitação, decidiu-se utilizar esta simulação de forma puramente qualitativa para determinar o plano de impedância das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida*, a uma mesma frequência de operação, conforme será descrito no **item** Erro! Fonte de referência não encontrada..

3.1.1. Metodologia utilizada no desenvolvimento da simulação

- Utilização do modo **ELEKTRA** do software comercial **OPERA-3D**;
- Desenho da bobina, núcleo e material (uma estrutura de 3 camadas) ,sendo cada uma dessas regiões chamada de subdomínio;
- Inserção das propriedades magnéticas e elétricas de cada subdomínio, como a curva de magnetização, a condutividade elétrica e a densidade de corrente externa do subdomínio que representa a bobina;

- Definição das condições de contorno do problema;
- Definição da frequência na qual o problema é analisado;
- Criação de uma malha de elementos finitos, refinada principalmente nas regiões próximas à sonda;

3.2. Caracterização microestrutural por ensaios magnéticos

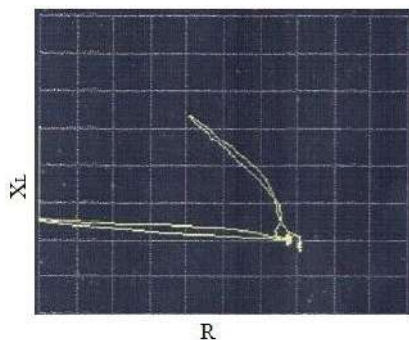
Dentro da revisão bibliográfica encontraram-se diferentes trabalhos onde os autores estudam a viabilidade do ensaio magnético não destrutivo e a análise metalográfica para a caracterização de ligas HP provenientes de fornos de pirólise. Martins (35) estudou as diversas variáveis que afetam a estabilidade do sinal de correntes parasitas e que dificultam a correta correlação entre os sinais de interesse devido aos defeitos presentes nos aços HK-40 empregados em fornos de reforma catalítica, e os diversos níveis de danos por fluência. O conhecimento de cada sinal padrão foi correlacionado a um determinado nível de dano presente no tubo, como mostrado na **Figura 3.1**.

Por meio do ensaio de correntes parasitas, *Martins* avaliou a amplitude, a forma do sinal e principalmente seu ângulo de fase (35). Após a inspeção, os trechos selecionados foram seccionados e foi verificado por análise metalográfica o nível de dano apresentado ao longo da espessura. Assim, o autor estabeleceu como critério de procedimento que todo sinal com ângulo de fase entre 70° e 140° , e com uma ligeira deformação do mesmo, seria considerado como modificação metalúrgica, ou seja, alteração no tamanho e geometria dos grãos, carburização ou vazios de fluência. Os sinais que tivessem a mesma assinatura do sinal padrão, com mudanças apenas na sua amplitude, seriam relacionados com trincas.

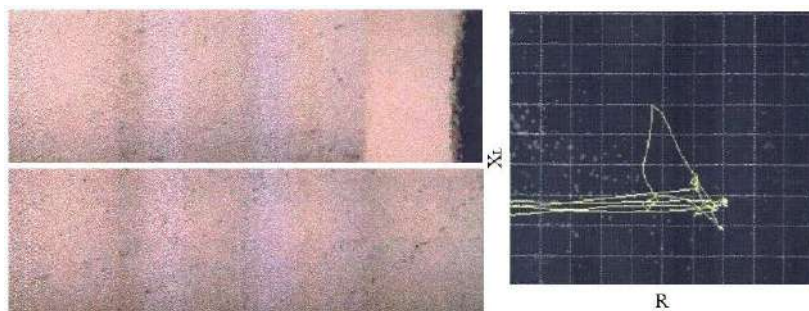
A **Figura 3.1b** mostra que o sinal obtido na avaliação do tubo 1 (27.000 horas em serviço) assemelha-se ao sinal do tubo padrão, exceto pela fase, **Figura 3.1a**, indicando uma modificação metalúrgica, podendo-se visualizar o alinhamento dos vazios de fluência com tendências a formação de trincas. As características do tubo HK-40 padrão

são: 200 mm de comprimento, diâmetro 133 mm e espessura 16 mm, contendo uma trinca de fluência com profundidade média de 8 mm.

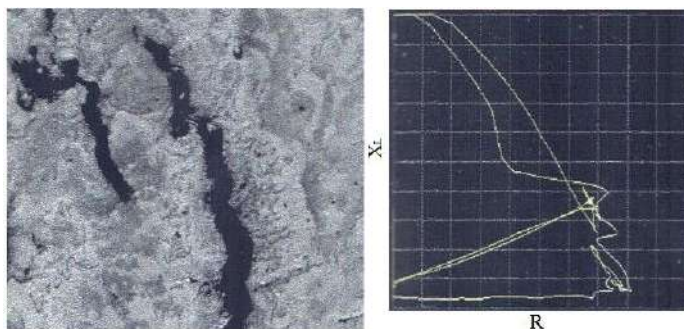
Os sinais obtidos na avaliação do tubo 2 (30.000 horas em serviço), **Figura 3.1c**, exibem a mesma assinatura do sinal do tubo padrão, diferenciando-se apenas na amplitude. Quanto maiores as diferenças das amplitudes, maiores são as profundidades das trincas. *Martins* (35) concluiu que, devido à grande sensibilidade do ensaio por correntes parasitas às variações na permeabilidade magnética e condutividade dos materiais, é possível detectar os danos presentes nos tubos, como por exemplo o grau de carburização, a formação de vazios de fluência ou qualquer outra mudança na microestrutura que modifique a sua permeabilidade magnética ou condutividade.



(a) Sinal de varredura do padrão de calibração antes das inspeções.



(b) Análise metalográfica do tubo 1 de uma região com defeito e sinal de varredura.



(c) Imagem metalográfica (50X) da região final de uma trinca no tubo 2 e sinal de varredura.

Figura 3.1. Correlação entre os sinais de correntes parasitas e as imagens micrográficas do aço HK-40 (35).

Almeida *et al.* (2) indicaram que a transformação dos carbeto mistos de nióbio e titânio em fase G ($\text{Ni}_{16}\text{Nb}_6\text{Si}_7$) influenciam de forma significativa na resistência à fluência dos aços HP. Os autores atribuíram este efeito ao Ti, pois este elemento retarda a transformação da fase G. Os tubos estudados pelos autores foram produzidos com diferentes ligas, sendo que uma delas foi produzida com adição de Nb e a outra foi produzida com a combinação de Nb e Ti (HP-NbTi). Os autores concluíram que a concentração de Nb e a presença de Ti como elemento modificador em aços HP determinam a morfologia microestrutural do aço no estado bruto de fusão e envelhecido. Assim, a concentração do Nb promove a morfologia primária “chinesa” e o Ti promove uma precipitação secundária mais fina e mais distribuída. O Ti inibe e controla a transformação do (NbTi)C em fase G, por isto, tem-se observado uma menor fração da fase-G no aço HP modificado com Ti. Uma precipitação secundária mais fina e uniforme, com uma rede de carbeto dendríticos descontínua e uma pequena fração volumétrica transformada para fase G, observada em ligas modificadas com Ti, podem explicar o porquê de melhores propriedades à fluência quando comparada com aços que tem somente adição de Nb. A **Figura 3.2** apresenta as microestruturas das ligas HP-Nb e HP-NbTi no estado bruto de fusão e no estado envelhecido.

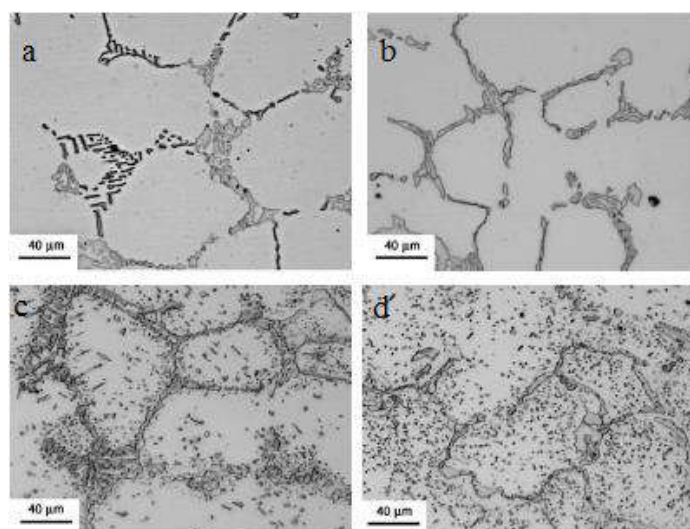


Figura 3.2. Micrografia ótica das ligas no estado bruto de fusão (a) HP-Nb, (b) HP-NbTi e no estado envelhecido (c) HP-Nb, (d) HP-NbTi (2).

Laigo *et al.* (36) utilizaram uma combinação das técnicas MEV, EDS e EBSD para identificar diversos precipitados em aços HP no estado bruto de fusão e no estado envelhecido (100 horas a uma temperatura média de 950°C). Por meio da técnica EDS diferenciou-se as fases ricas em cromo ($M_{23}C_6$ - M_7C_3) e carbetos de nióbio (MC). Para o caso dos carbetos $M_{23}C_6$ e M_7C_3 , nenhum foi diferenciado nem por SEM nem por EDS, portanto foi com a análise EBSD que conseguiram identificar as simetrias da rede do carbeto $M_{23}C_6$ e M_7C_3 , determinando a composição química de todos os precipitados, incluindo o teor de carbono. Além disso, Laigo *et al.* acharam que na liga *as-cast* a maioria dos carbetos são do tipo M_7C_3 , mas com o envelhecimento eles sofrem uma transformação para os carbetos $M_{23}C_6$.

Biehl (37) analisou o comportamento magnético de aços HP provenientes de fornos de pirólise, sua metodologia desenvolvida permitiu correlacionar as mudanças das propriedades metalúrgicas com as magnéticas. Os tubos analisados foram submetidos a um campo magnético e o campo induzido foi proporcional à quantidade de material ferromagnético presente na camada carburizada. O campo magnético das amostras foi medido com um transdutor do tipo transformador. Para encontrar a espessura média carburizada, Biehl (37) cortou três amostras transversais do tubo. Por meio da análise metalográfica foi encontrada a área carburizada. Depois de determinar o nível de magnetismo encontrado em cada amostra, o autor obteve a relação da espessura carburizada em função da quantidade de material ferromagnético existente na superfície interna dos tubos. A **Figura 3.3** apresenta esta correlação.

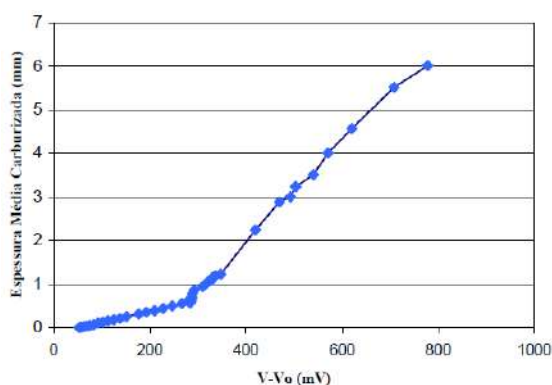


Figura 3.3. Relação existente entre o ferromagnetismo e a espessura média carburizada (37).

Alvino *et al.* (1) estudaram o dano e a evolução microestrutural de dois tubos provenientes de diferentes fornos de reforma, F01 e F02, com 8 e 9 anos em serviço,

respectivamente. A degradação das propriedades mecânicas foi observada nos dois tubos. A diferença de desempenho dos materiais, o grau de envelhecimento e as formas de danos foram estudados por meio de diferentes técnicas (MO, MEV e ensaios mecânicos). A degradação das propriedades mecânicas foi observada em ambos tubos, os quais, perderam a maior parte da ductilidade. Por meio de microscopia óptica e eletrônica, os autores conseguiram verificar a evolução estrutural de ambas ligas, fornecendo informações sobre a degradação e envelhecimento dos tubos, indicando a presença de danos de fluência, vazios, cavidades e pequenas trincas.

Freitas *et al.* (38) estudaram os danos por fluência e o seu desenvolvimento até a fratura no aço HK-40 utilizado em tubulações para fornos de reforma catalítica através de observações metalográficas. Os tubos analisados apresentavam 27.500 horas de operação; um dos tubos rompeu-se durante operação, sendo os outros tubos desativados. O autor analisou uma pequena amostra da parede da tubulação bem próxima à superfície de fratura. Este estudo verificou que o início dos danos ocorreu pela formação de vazios nos carbetos, seguido pelo coalescimento dos mesmos, acarretando trinca nos contornos de grão. A maior incidência de vazios e microtrincas ocorreram na fronteira entre os grãos colunares e equiaxiais pequenos, onde existe maior densidade de contornos e conseqüentemente locais preferenciais para acumulação de vazios nos carbetos.

Mucek (39) verificou a correlação entre as condições metalúrgicas e o magnetismo acumulado em tubos HP-40 após 20 meses de operação, determinando que a distribuição da carburização ao longo da serpentina não era uniforme, com carburização severa preferencialmente próxima dos queimadores. Embora esse artigo aborde o problema de carburização, a metodologia desenvolvida para correlacionar as propriedades magnéticas com as metalúrgicas é bastante interessante, pois o autor determinou o magnetismo com um aparelho de correntes parasitas de sonda diferencial. Para a realização das medições foi arbitrada uma escala de 0 a 100, de modo que 0 seja no ar e 100 em contato com aço carbono. Foi verificada uma boa correlação entre o valor magnético medido e o grau de carburização. O autor constatou que a sonda de correntes parasitas é um instrumento de ensaio não destrutivo válido e confiável para medir a carburização na parede do tubo.

Após esta revisão bibliográfica pode-se concluir que o fenômeno de envelhecimento e de formação de trincas de fluência está ligado, em seu estágio preliminar, a modificações microestruturais. O ensaio por correntes parasitas apresenta potencialidade de detecção dessas fases antes do surgimento das trincas. Esta predição é possível através de análise de impedância de uma bobina excitada por uma corrente alternada colocada próxima a um material condutor. A impedância é modificada pelo surgimento de correntes parasitas no material. A presença de descontinuidades no material pode causar uma perturbação nas correntes parasitas e, conseqüentemente, uma variação na impedância da bobina, isto é, a bobina detecta a presença de descontinuidade. A medição dessas variações de impedância é a base do ensaio por correntes parasitas (20). Com isto, é possível definir uma correlação precisa entre os sinais obtidos com as correntes parasitas e as características microestruturais avaliadas. Esta correlação prevê uma metodologia que facilitará a avaliação da vida remanescente dos fornos durante seu tempo em serviço.

Capítulo 4

Materiais e métodos

Neste capítulo são apresentadas as características das amostras estudadas (aços da família HP com diferentes estados de envelhecimento) e a metodologia utilizada para sua caracterização microestrutural e magnética.

4.1. Descrição das amostras

Contou-se com três corpos de prova provenientes de uma mesma coluna de forno de reforma submetido a diferentes temperaturas de operação e com 70.000 horas de tempo em serviço. O forno produzia hidrogênio a partir de hidrocarbonetos e vapor d'água a altas temperaturas e em presença de catalisadores. Constituído por nove harpas dispostas em paralelo, cada uma constava de 44 tubos reformadores (onde ocorre a reação) e um *riser*, rodeadas por duas fileiras de maçaricos (fornecem o calor aos tubos catalisadores) dispostos no teto, pode-se identificar a posição da coluna analisada no círculo escuro da **Figura 4.1**.

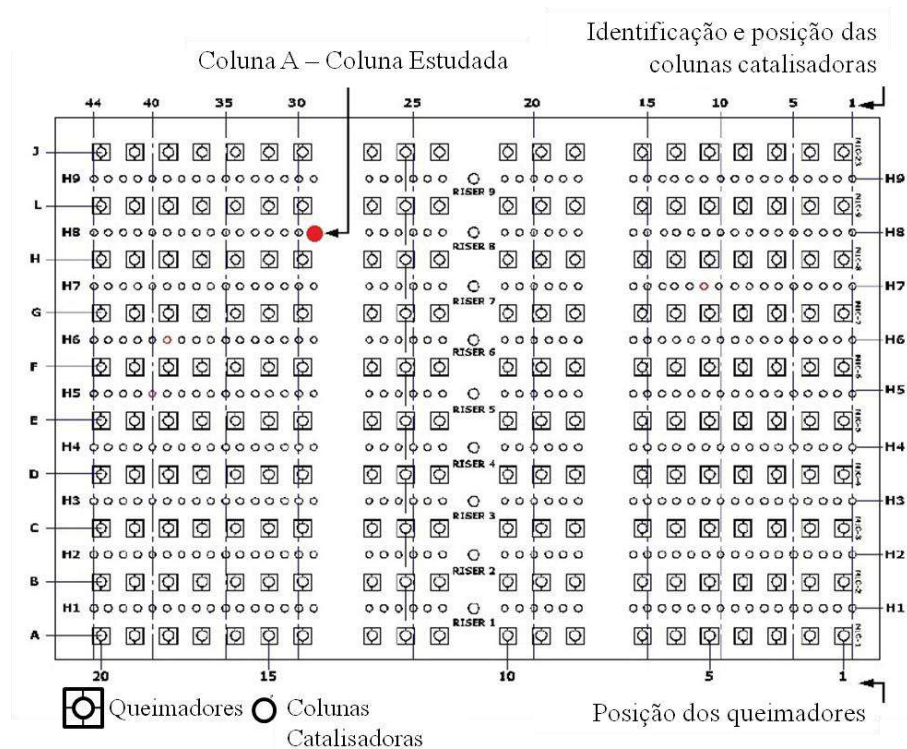


Figura 4.1. Posição do tubo analisado dentro do forno de reforma (40).

Os aços utilizados pertencem à família HP, cuja composição nominal foi descrita no **item 2.2**. Os diâmetros nominais externo e interno são 112,7mm e 91,3mm respectivamente. A espessura nominal de parede é 10,7mm (40).

As primeiras mudanças microestruturais apresentadas devido à exposição prolongada de temperatura são as alterações na morfologia dos carbetos. Mesmo que o tempo tenha uma forte influência, a variável mais importante é a temperatura de operação, pois as microestruturas resultantes podem estar estreitamente correlacionadas com a temperatura de serviço (8). A localização de cada amostra estudada encontra-se especificada na **Figura 4.2**.

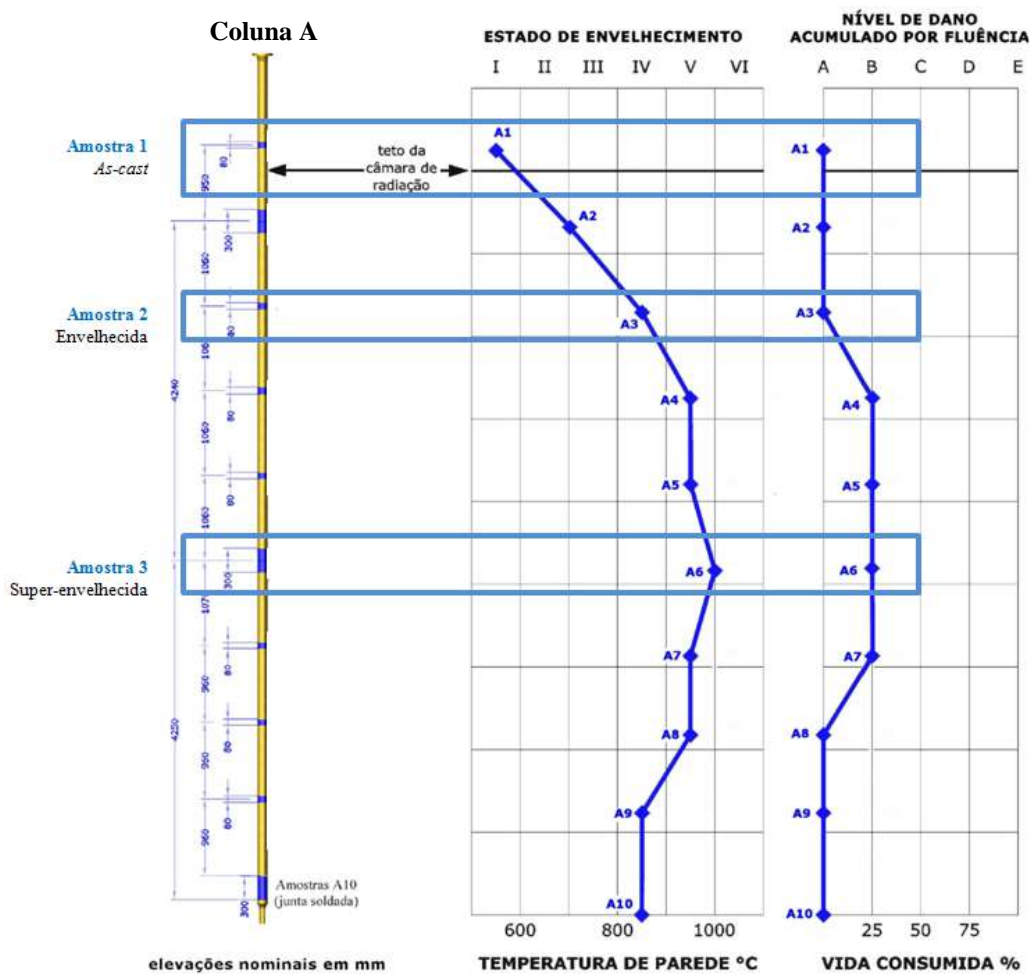


Figura 4.2. Localização das amostras analisadas (40).

A amostra 1, 2 e 3 classificadas como *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida*, respectivamente, correspondem ao estado de envelhecimento I, IV e V, conforme descrito no **item 2.3**. Os corpos de prova utilizados na caracterização magnética são representados na **Figura 4.3**, dos quais retirou-se uma fração como amostra para a análise MEV e VSM.



Figura 4.3. Amostras a serem caracterizadas pelas diferentes técnicas, magnéticas e metalográficas

4.2. Microscopia eletrônica de varredura - MEV

Foi feita a caracterização microestrutural das amostras através do **MEV Zeiss DSM 940**. As amostras foram lixadas mecanicamente com as seguintes lixas: 100, 220, 320, 400, 500, 600, 1200 e 1500. Quanto maior a numeração da lixa, melhor é seu acabamento. A cada troca de lixa as amostras foram lavadas em água corrente e a direção de lixamento mudou-se 90°. Em seguida, as amostras foram polidas utilizando um disco de feltro embebido com álcool e com uma leve camada de pasta abrasiva de diamante, de 3 μ m e 1 μ m. Concluída esta fase de preparação, as amostras foram levadas ao MEV para obter-se as micrografias ao longo da espessura do tubo, como mostrado na **Figura 4.4**. As imagens MEV foram obtidas utilizando a técnica de elétrons retro-espalhados.

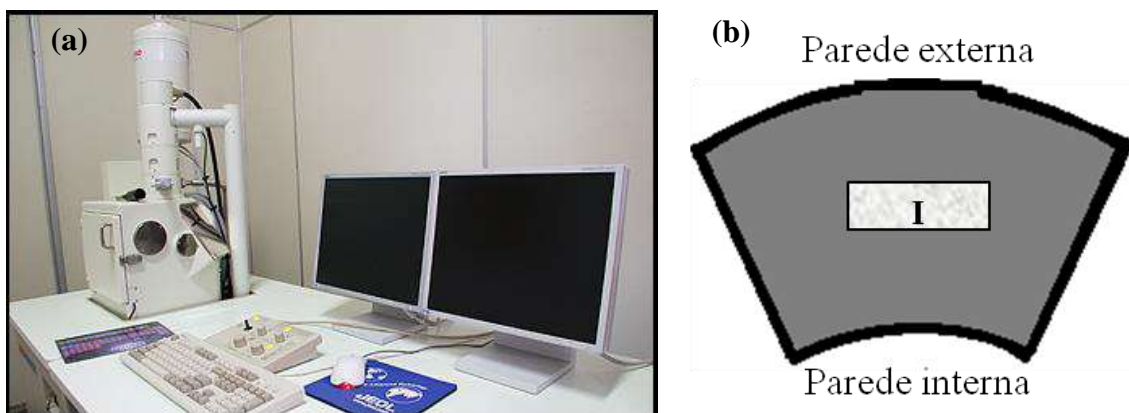


Figura 4.4. (a) Microscópio eletrônico de varredura **Zeiss DSM 940** utilizado, (b) as micrografias MEV foram obtidas na **região I**.

4.3. Medidas de condutividade

Trata-se, em princípio, de um método não destrutivo, embora a pressão exercida pelos eletrodos sobre a superfície da amostra possa danificar o material. Para determinar a condutividade das amostras do aço HP utilizou-se a técnica de quatro pontas conforme apresentado na **Figura 4.5**. Quatro eletrodos são dispostos linearmente, a corrente é injetada através de dois dos eletrodos e sobre os outros dois é medida a tensão. A configuração mais usual é utilizar os dois eletrodos externos para injetar a corrente e os dois internos para medir a queda de tensão, mas em princípio qualquer das possíveis combinações pode ser usada (41). Uma variação na temperatura do material, causada pelo ambiente ou pelo instrumento experimental de medida (especificamente pela corrente que passa pelas pontas da sonda), pode afetar suas propriedades condutoras, introduzindo no sistema correntes de origem *termoelétrica*. O aumento de temperatura localizada, causada pela corrente que atravessa a amostra, é especialmente observada em amostras muito resistivas, onde altos valores de tensão são requeridos para que haja uma razoável leitura de corrente. Os efeitos da temperatura são também importantes quando se tratam de amostras semicondutoras, cuja condutividade aumenta com o aumento da temperatura; ou em amostras condutoras metálicas, cuja condutividade diminui com o aumento da temperatura (42). Nesta experiência foi utilizada uma fonte bipolar KEPCO BOP 20 - 20M e um nanovoltímetro KEITHLEY 181, as medidas foram feitas a 24°C.

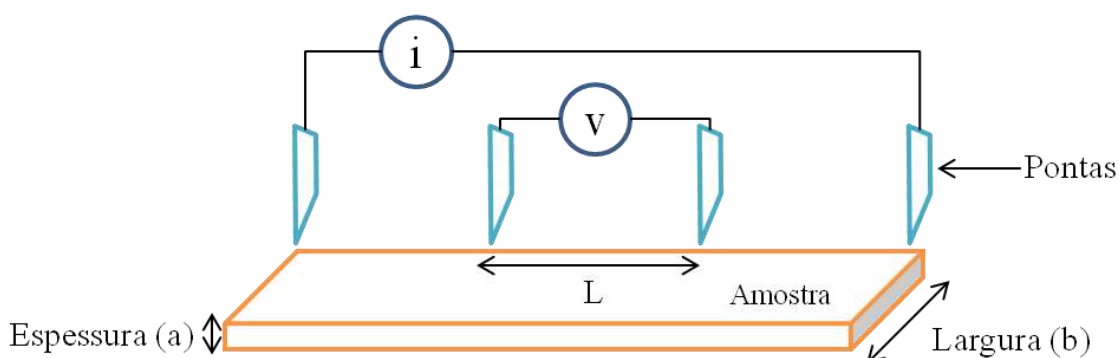


Figura 4.5. Diagrama da montagem da técnica de quatro pontos para as medidas de condutividade.

Obteve-se os valores de condutividade elétrica média da parede externa (i), centro (ii) e interna (iii) das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida*, conforme mostrado na **Figura 4.6**, tomando-se 10 medições para cada ponto. As dimensões das amostras estão descritas na **Tabela 4.1**.

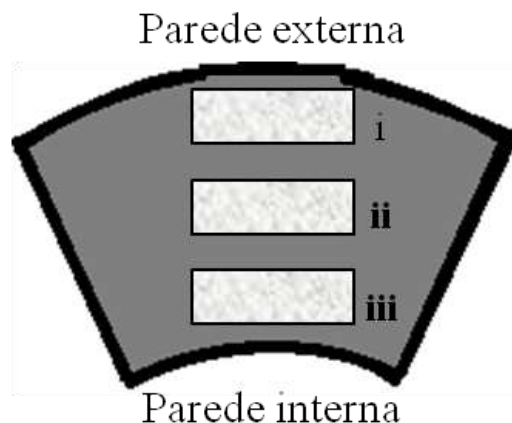


Figura 4.6. Configuração da amostra para as medições de condutividade elétrica.

Tabela 4.1 Dimensões das amostras para as medidas de condutividades.

	Amostra	a [m]	b [m]	Area (m²)	L (m)
As-cast	Parede Ext.	5,05E-03	1,01E-03	5,10E-06	4,74E-03
	Parede Med.	4,97E-03	1,50E-03	7,46E-06	4,32E-03
	Parede Int.	4,74E-03	1,16E-03	5,50E-06	4,54E-03
Envelhecida	Parede Ext.	4,93E-03	1,62E-03	7,99E-06	4,10E-03
	Parede Med.	5,10E-03	1,47E-03	7,50E-06	3,65E-03
	Parede Int.	5,15E-03	1,56E-03	8,03E-06	4,07E-03
Super-Envelhecida	Parede Ext.	6,00E-03	1,29E-03	7,74E-06	4,27E-03
	Parede Med.	5,39E-03	1,62E-03	8,73E-06	2,66E-03
	Parede Int.	5,30E-03	1,48E-03	7,84E-06	3,36E-03

Inicialmente obteve-se o valor da resistência aplicando-se uma corrente na faixa de [-10, +10]A com passos de 0,5A e medindo a voltagem em cada passo. As medições foram espaçadas no tempo com o objetivo de evitar o aquecimento das amostras, pois a temperatura é uma variável crítica na obtenção desta medida. A resistência foi obtida

com o ajuste da **Equação 3.1**. Esta medida foi feita dez vezes sobre cada amostra para obter maior confiabilidade nos dados.

$$V = RI + O \quad \text{Equação 3.1}$$

V	Voltagem medida
R	Resistência calculada
I	Corrente aplicada
O	Offset do sistema

Foi utilizada a lei de Ohm, descrita na **Equação 3.2**, para obter os valores de condutividade das três amostras descritas no **item 4.1**.

$$\sigma = \frac{L}{RS} \quad \text{Equação 3.2}$$

L	Distância entre as pontas que estão medindo a voltagem
R	Resistência calculada
S	Seção transversal da amostra ($a \times b$)

Para calibrar o sistema mediu-se a resistividade elétrica de uma placa de cobre, obtendo um valor de $1.6 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$, valor bastante aproximado (~6%) ao valor teórico $1.697 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$ (43).

4.4. Magnetômetro de amostra vibrante - VSM

Para determinar a natureza macroscópica magnética do material foram obtidos as curvas de magnetização de cada amostra utilizando o VSM. Com esta informação viabiliza-se a construção de um modelo computacional que permita projetar adequadamente o sensor de correntes parasitas para a inspeção do material.

Quando um corpo de prova é submetido a uma intensidade de campo magnético uniforme \mathbf{H}_a , este é magnetizado não só por \mathbf{H}_a , mas também pelo campo produzido pelos polos magnéticos resultantes do próprio corpo. O campo produzido por esses polos é normalmente chamado o campo de desmagnetização \mathbf{H}_d . Supondo que o material tenha uma susceptibilidade magnética χ constante, os polos magnéticos podem

estar presentes apenas na superfície do corpo e surgem quando houverem algumas superfícies não paralelas ao campo aplicado. A forma das amostras em paralelepípedos foi escolhida com o objetivo de minimizar a complexidade dos cálculos para determinar o fator de desmagnetização associado (44).

Para ter em conta o fator de desmagnetização é considerado um prisma retangular localizado em $-a \leq x \leq a$, $-b \leq y \leq b$, $-c \leq z \leq c$, com susceptibilidade magnética χ constante, submerso em um campo \mathbf{H}_a na direção Z. As amostras analisadas foram retiradas perto da parede externa de cada corpo de prova e estiveram submetidas a um campo máximo aplicado de 18 kOe, conforme mostrado na **Figura 4.7**.

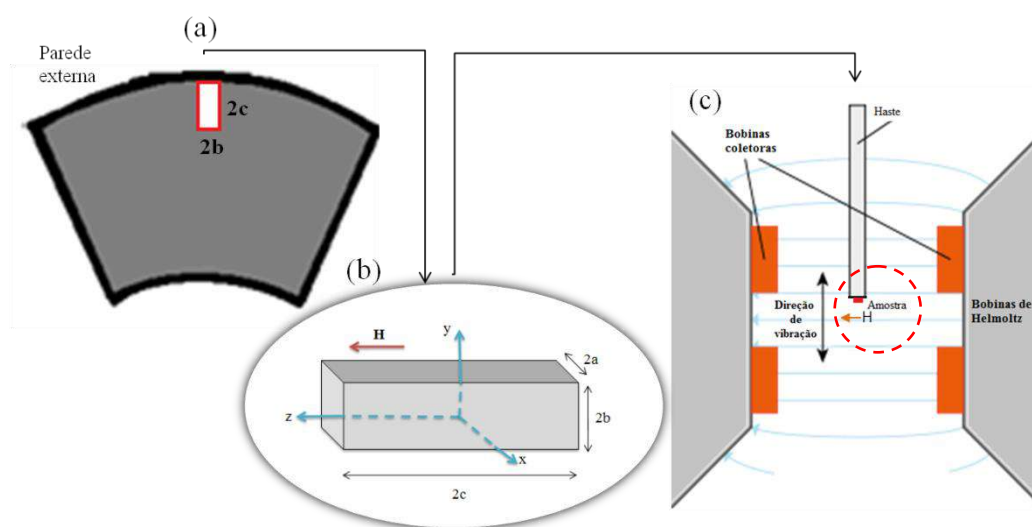


Figura 4.7. (a) Corpo de prova de aço HP para a extração da amostra a ser analisada por VSM; (b) detalhe da dimensão da amostra e direção do campo magnético aplicado, H; (c) localização da amostra dentro do VSM.

As dimensões das amostras analisadas estão apresentadas na **Tabela 4.2**.

Tabela 4.2. Dimensões das amostras analisadas com o VSM

Amostra	Massa (g)	a (cm)	b (cm)	c (cm)
As-cast	0,1093	0,2880	0,1940	0,3200
Envelhecida	0,0740	0,2078	0,1735	0,3050
Super-envelhecida	0,0713	0,2284	0,1388	0,3617

4.5. Medidas de swept-frequency eddy current (SFEC)

O princípio do método SFEC consiste em excitar a sonda usando diferentes faixas de frequências de Hz-MHz. A penetração das correntes parasitas nos metais é governada pelo efeito pelicular. As correntes penetram mais profundamente nos metais quando a sonda é excitada por baixas frequências devido ao fenômeno *skin depth* descrito no **item 2.4.3**. Em contraste, em frequências maiores as correntes parasitas permanecem perto da superfície da amostra analisada. Ou seja, através de diferentes frequências têm-se várias profundidades de penetração, por tanto diferentes valores de impedância que trazem informações de diversas localizações do material. Para o uso desta técnica utilizou-se o analisador de impedância *Agilent Technologies 4294A* que foi configurado para fazer uma varredura automática através da faixa de frequência 40Hz - 10kHz, a sonda utilizada foi desenvolvida pelo LNDC¹.



Figura 4.8. Diagrama do ensaio SFEC para determinar a frequência de operação.

¹ Projetada para trabalhar adequadamente em uma faixa de frequência de 1 a 8 kHz

4.6. Ensaio por correntes parasitas convencional

Devido à grande sensibilidade do ensaio por correntes parasitas a variações na permeabilidade magnética e condutividade dos materiais, é possível detectar danos presentes nos tubos, como por exemplo, a formação de vazios de fluência ou qualquer mudança na microestrutura que modifique sua permeabilidade magnética ou condutividade.

O equipamento comercial utilizado para o ensaio de correntes parasitas foi o *OmniScan MX ECA - Olympus* o qual apresenta diversas facilidades para o inspetor devido a sua interface consideravelmente amigável, podendo-se utilizar tanto no laboratório quanto no campo. Uma grande vantagem deste aparelho é sua fácil adaptação às sondas desenvolvidas no laboratório, pois aceita como entrada conexões do tipo BNC. Sua faixa de frequência de operação é de 20Hz - 20MHz. Com o auxílio deste equipamento foram caracterizadas as amostras descritas no item 4.1. Para calibrar o *OmniScan* utiliza-se um bloco de calibração com 8 materiais diferentes. A **Figura 4.9** mostra o aparelho calibrado, diferenciando claramente os materiais magnéticos e não-magnéticos.

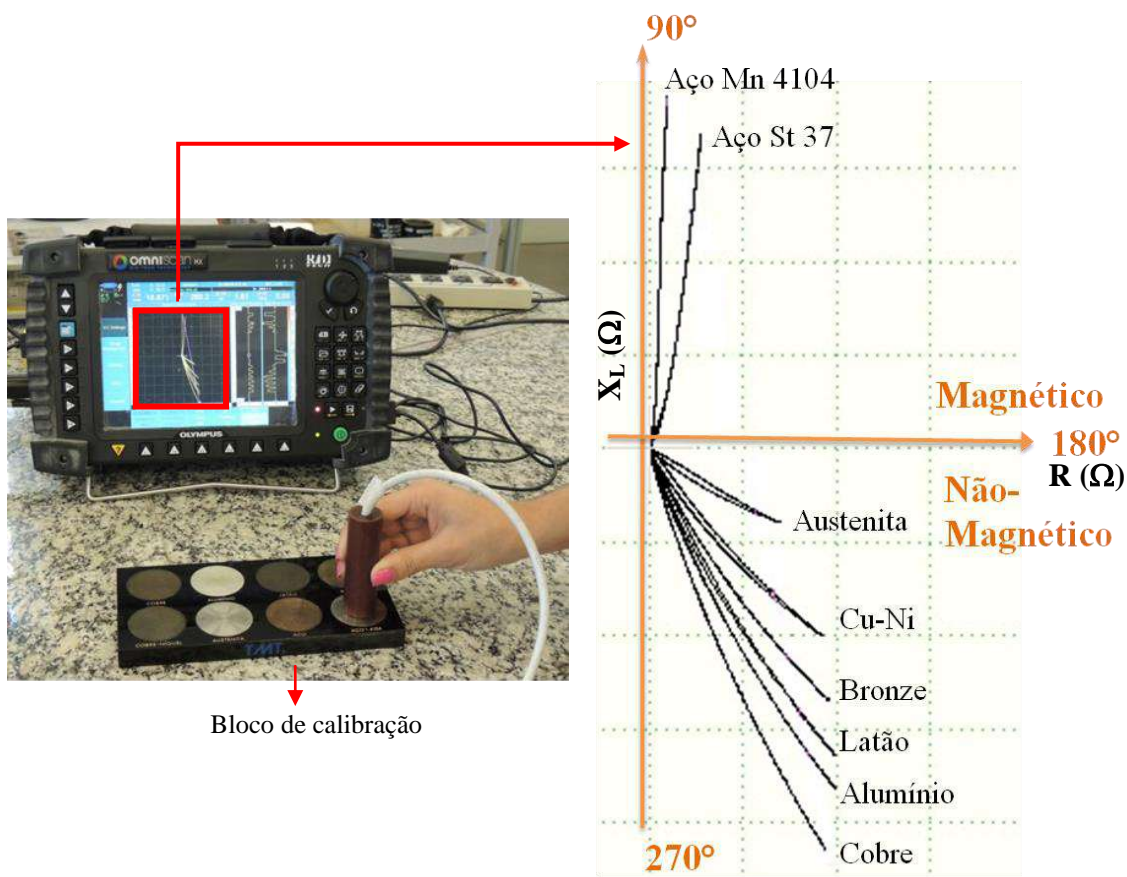


Figura 4.9. Gráfico de calibração obtido com o **OmniScan Olympus**.

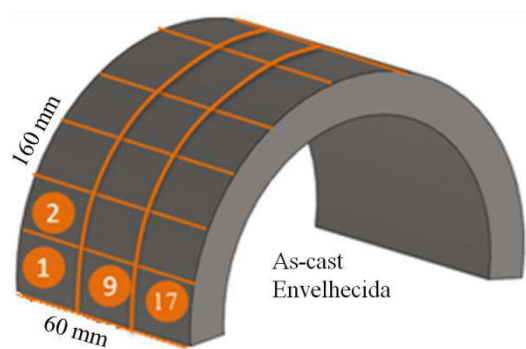
Por meio deste ensaio avaliou-se a amplitude, a forma e principalmente o ângulo de fase do sinal. No presente trabalho estabeleceu-se o seguinte critério de análise: sinais com ângulo de fase entre 90° e 180° descrevem o comportamento de um material magnético, e sinais com ângulo de fase entre 180° e 270° descrevem o comportamento de um material não-magnético, conforme descrito na **Figura 4.9**. Variações de fase, por sua vez, seriam atribuídas a alterações microestruturais do material. A frequência de operação utilizada foi de 5 kHz, uma voltagem de 5V, ângulo de rotação de 90° e ganho vertical de 4dB.

4.7. Metodologia de inspeção das amostras

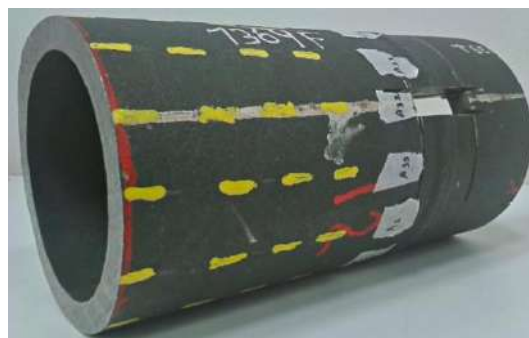
As amostras *as-cast* e *envelhecida*, foram segmentadas em 24 pontos com mesma geometria (20×20 mm) e dispostos em três fileiras de oito pontos cada, conforme a **Figura 4.10a**. Sobre cada ponto foram tomadas 30 medições do ângulo de

fase do plano de impedância, com o objetivo de ter-se confiabilidade e reprodutibilidade estatística nos dados.

A amostra *super-envelhecida* foi primeiramente segmentada em 52 pontos, de dimensões 28×25 mm (*perímetro*×*comprimento*) e dispostos em quatro fileiras de 13 pontos cada, conforme a **Figura 4.10b**. Sobre cada ponto foram tomadas 30 medições do ângulo de fase do plano de impedância. A fim de aumentar ainda mais a resolução da medida, decidiu-se, posteriormente, duplicar a quantidade de número de pontos para 104, reduzindo-se o segmento do perímetro pela metade e fazer 30 novas medições por ponto.



(a) As amostra as-cast e envelhecida apresentam a mesma metodologia.



(b) Amostra super-envelhecida

Figura 4.10. Distribuição dos pontos sobre as amostras para inspeção por correntes parasitas.

4.8. Sensor de magnetismo permanente – PMS

4.8.1. Desenvolvimento do sensor de magnetismo permanente

A técnica utilizada consiste em medir através de um sensor AMR a densidade de fluxo do campo magnético residual na superfície da amostra. Um ímã cilíndrico de 3mm de comprimento por 6mm de diâmetro, com orientação N-S disposta sobre o eixo axial do tubo, conforme apresentado na Figura 4.11, localizado a 19,5mm do sensor AMR, gera o campo magnético a ser detectado. O desenvolvimento do sensor é apresentado no **Anexo I**.

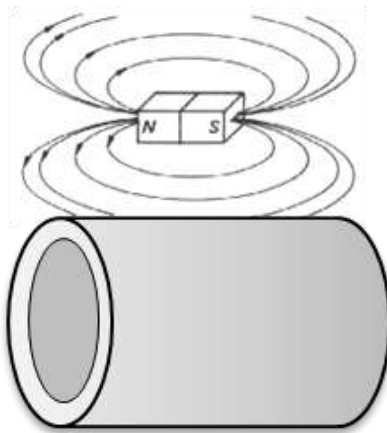


Figura 4.11. Orientação do ímã em relação ao material analisado.

A referência utilizada no desenvolvimento do sensor PMS é o circuito integrado HMC5883L, apresentada na **Figura 4.12**. Este é um sensor magnético que trabalha com a tecnologia AMR desenvolvido pela Honeywell. Geralmente ele é usado como bússola digital na robótica ou automatização por ter boa resolução, baixo ruído e reprodutibilidade em todas as medições de magnitude do campo magnético em qualquer posição do espaço, permitindo medir o campo nos três eixos do plano cartesiano até $\pm 8.1\text{G}$ com uma resolução de 4.35 mG . Além disso, tem taxa de aquisição suficiente para fazer pós-processamento do sinal com o objetivo de melhorar os resultados obtidos nas medições.

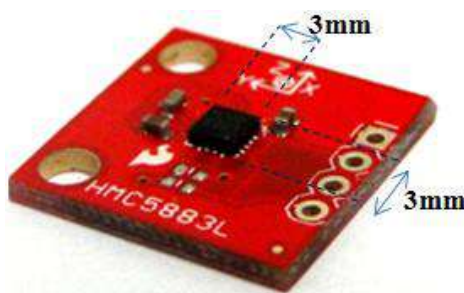


Figura 4.12. Circuito integrado HMC5883L desenvolvido pela Honeywell.

Um microcontrolador e um computador são os responsáveis pela alimentação do sensor AMR e da leitura da sua resposta magnética. Para o correto funcionamento do sensor, este deve ser alimentado a uma tensão de operação de $3,3\text{V}$, o consumo de corrente é de $100\mu\text{A}$ e a leitura dos dados é feita digitalmente através da porta I2C.

O microcontrolador utilizado é um **Arduino UNO R3**, que trabalha com uma tensão de 5V, proporcionada pela porta USB quando conectado ao computador. A **Figura 4.13** apresenta o sistema para a medida da densidade do campo magnético.

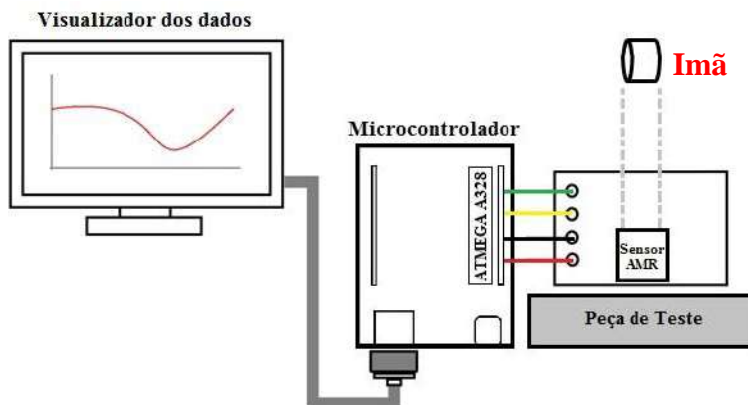


Figura 4.13. Diagrama esquemático dos componentes necessário para o funcionamento do sensor.

Conforme dito anteriormente, por ser um sensor de grande sensibilidade à variação em sua posição espacial, deu-se preferência à fixação de sua posição, alternando-se apenas a posição do material.

4.8.2. Metodologia de varredura de inspeção

A amostra *super-envelhecida* foi inspecionada com o sensor PMS. Ela foi segmentada em 208 pontos, de dimensões 14×13 mm (*perímetro*×*comprimento*) e dispostos em oito fileiras de 26 pontos cada. No **Anexo I** encontram-se mais detalhes sobre o desenvolvimento do sensor.

Capítulo 5

Resultados e Discussões

Neste capítulo são mostrados e discutidos os resultados dos ensaios descritos no **Capítulo** . O capítulo inicia com os resultados da caracterização metalográfica, e seguidamente apresentam-se os dados da caracterização magnética.

5.1. Caracterização metalográfica

A matriz austenítica da amostra classificada como *as-cast* apresenta-se livre de precipitados, como mostrado na **Figura 5.1**, pois sua microestrutura não sofre alterações significativas quando exposta a temperaturas inferiores de 600°C (17). Como estudado por Shi *et al.* (14) as ligas HP no estado bruto de fusão apresentam carbeto eutéticos primários do tipo NbC e M_7C_3 (rico em cromo), em alguns casos $M_{23}C_6$ (45).

Durante o serviço em altas temperaturas o carbono precipita-se com o cromo na forma de carbeto secundários do tipo $M_{23}C_6$. Observa-se na matriz austenítica da amostra *envelhecida* uma nuvem de precipitados finos individualmente resolvidos. Segundo (2) e (14) o primeiro aspecto desta evolução é uma intensa precipitação secundária de carbeto de cromo, $M_{23}C_6$, que assumem uma forma quase-cuboidal e podem precipitar-se nos contornos de grão ou nas inclusões. O tamanho médio desta precipitação é bastante fino, devendo agir como barreira ao deslizamento de discordâncias. A dispersão dos carbeto secundários é tanto mais fina quanto menor a temperatura e o tempo de permanência nela (5). Quanto mais fina essa dispersão maior o endurecimento por precipitação da matriz austenítica, aumentando a resistência à fluência. Na **Figura 5.2** foram identificados carbeto ricos em cromo do tipo $M_{23}C_6$, os quais coalesceram e assumiram forma de filmes grosseiros, foi também identificada uma uniforme e intensa precipitação de carbeto secundários do tipo $M_{23}C_6$, carbeto do tipo NbC e uma fase rica em nióbio e silício, formados a partir da transformação do

carbeto eutético primário NbC, conhecida como fase G. A presença desta fase é um indicador que o material está envelhecido (2).

Na medida em que se aumenta o tempo de exposição ou o material é exposto a elevadas temperaturas, caso particular da amostra *super-envelhecida*, ocorre uma diminuição na quantidade de carbeto secundários, devido a migrarem para os carbeto primários e engrossá-los. Na **Figura 5.3** foram observados carbeto do tipo $M_{23}C_6$ em forma de filmes grosseiros, a quantidade de precipitados secundários no interior da matriz diminui e o tamanho médio dos precipitados aumenta substancialmente, foram também identificados carbeto de NbC, siliceto de Ni-Nb, conhecidos como fase G, e alguns pontos negros sobre os contornos das dendritas em arranjo aleatório de baixa densidade, os quais são interpretados como vazios lenticulares de fluência, embora também possam resultar de simples arrancamento de material durante o polimento metalográfico.

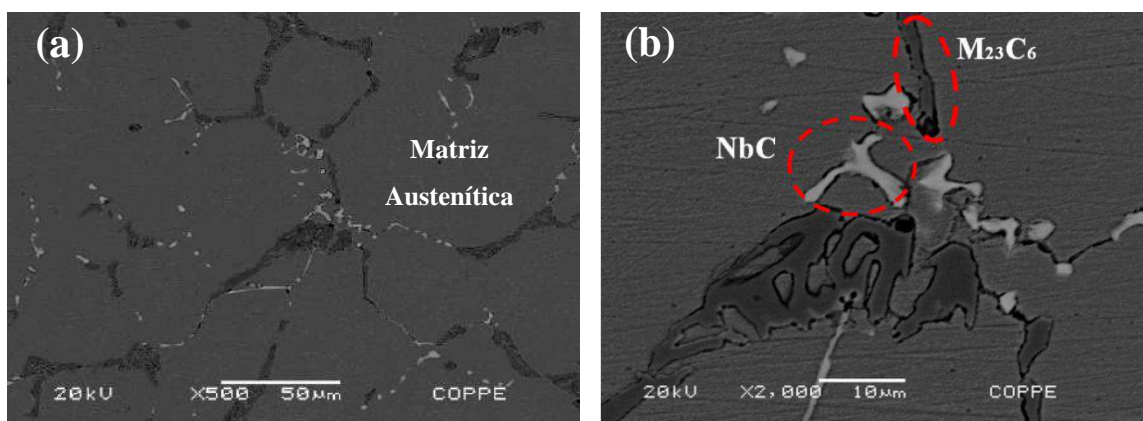


Figura 5.1. Micrografia MEV da amostra *as-cast*, (a) sinalizando a matriz austenítica, e, (b) os carbeto de cromo e NbC. As imagens foram feitas com aumentos de (a) $\times 500$, (b) $\times 2.000$.

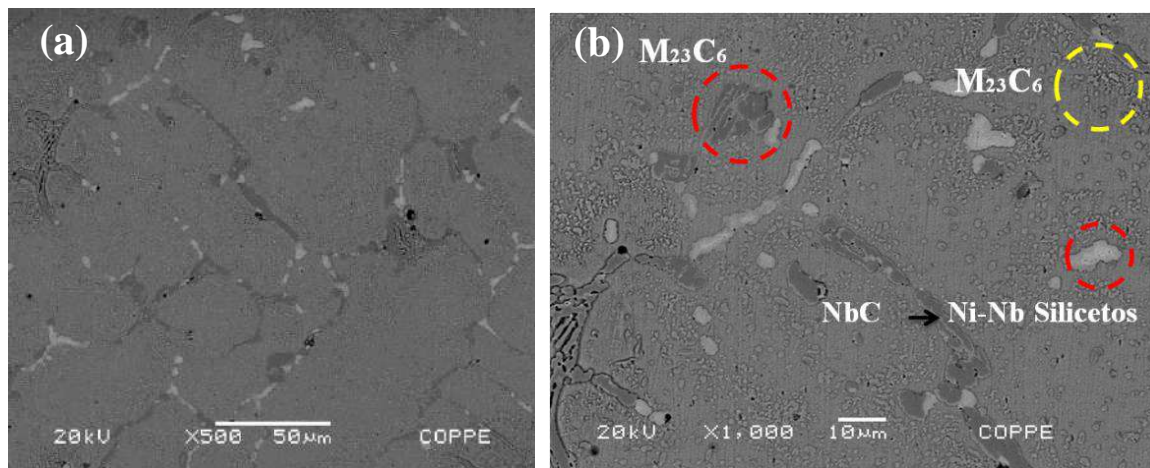


Figura 5.2. Micrografia MEV da amostra *envelhecida*, carbeto presentes na matriz austenítica: $M_{23}C_6$, NbC e silicetos de Ni-Nb. Aumento (a) $\times 500$, (b) $\times 1.000$.

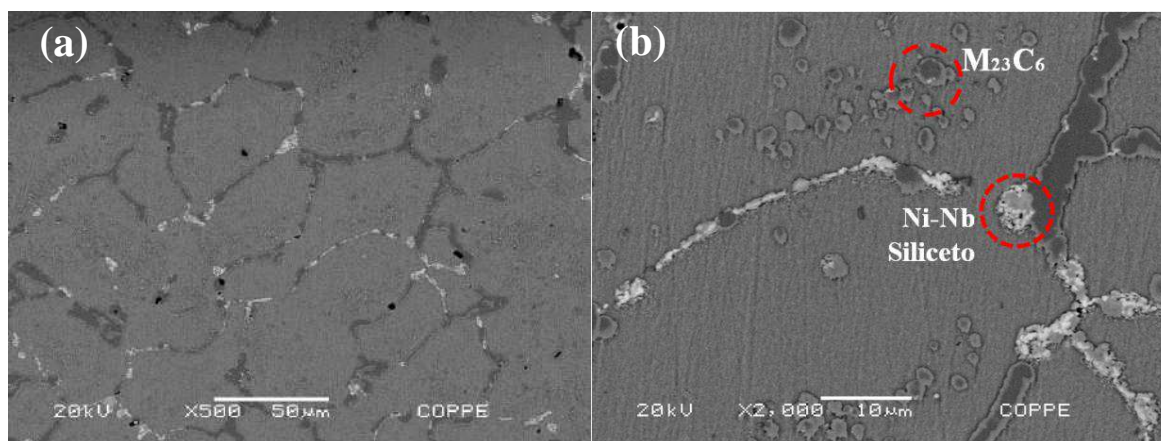


Figura 5.3. Micrografia MEV da amostra *super-envelhecida*. Carbeto presentes na matriz austenítica $M_{23}C_6$, NbC e silicetos de Ni-Nb. Aumento (a) $\times 500$, (b) $\times 2.000$.

Na amostra *as-cast* observa-se que os carbeto de cromo apresentam a forma de escrita chinesa indicando que o material apresentou um grau de envelhecimento muito fraco (46). Nas amostras *envelhecida* e *super-envelhecida* foram encontrados carbeto de cromo ($M_{23}C_6$) precipitados nos contornos das dentritas, carbeto de nióbio (NbC) e uma fase rica em nióbio e silício, indicando que o material esta envelhecido, esta morfologia foi apresentada previamente pelos autores (2), (14), (46).

Conforme observado nas micrografias anteriores, as amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* apresentam variações tanto em sua morfologia microestrutural quanto na fração volumétrica de cada tipo de carbetos.

As propriedades eletromagnéticas do material apresentam mudanças devidas às transformações microestruturais tais como: alteração magnética da matriz, aparecimento de micro-fases magnéticas, ou até mesmo alterações na textura das fases magnéticas no interior do material (47). Estas variações favorecem a avaliação do material por meio dos ensaios magnéticos não destrutivos.

5.2. Caracterização magnética

A seguir será apresentada a caracterização magnética nos corpos de provas descritos no **item 4.1**. Os resultados aqui apresentados são inéditos, e não foram encontradas referências bibliográficas contendo medidas de caracterização de correntes parasitas para aços HP provenientes de fornos de reforma.

5.2.1. Implementação do ensaio de correntes parasitas

Conforme descrito **item 2.4.3** é de vital importância encontrar a frequência mais apropriada de operação na técnica de correntes parasitas. Para determinar a frequência de operação utilizaram-se os sinais de impedância obtidos pela técnica SFEC e os conceitos de profundidade de penetração, descritos a seguir.

5.2.1.1. Medidas de swept-frequency eddy current – SFEC

A medida SFEC, descrita no **item 4.5**, foi feita nas amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida*, a varredura de frequência foi realizada entre 4Hz e 10kHz, esta faixa foi escolhida devido a sonda utilizada operar numa faixa de frequências entre 1 - 8 kHz. A **Figura 5.4** apresenta o sinal da impedância elétrica do sistema sonda/material em função da frequência (**Figura 4.8**), observa-se que para frequências acima de 4 kHz, consegue-se diferenciar claramente as três amostras, portanto para frequências maiores a caracterização torna-se superficial, devido ao efeito pelicular. De acordo com o objetivo

do projeto busca-se determinar uma frequência de operação que consiga separar os sinais das três amostras e que, a caracterização considere a maior penetração de campo possível ao longo da espessura do material, isto está descrito com mais detalhe no **item 5.2.1.2.**

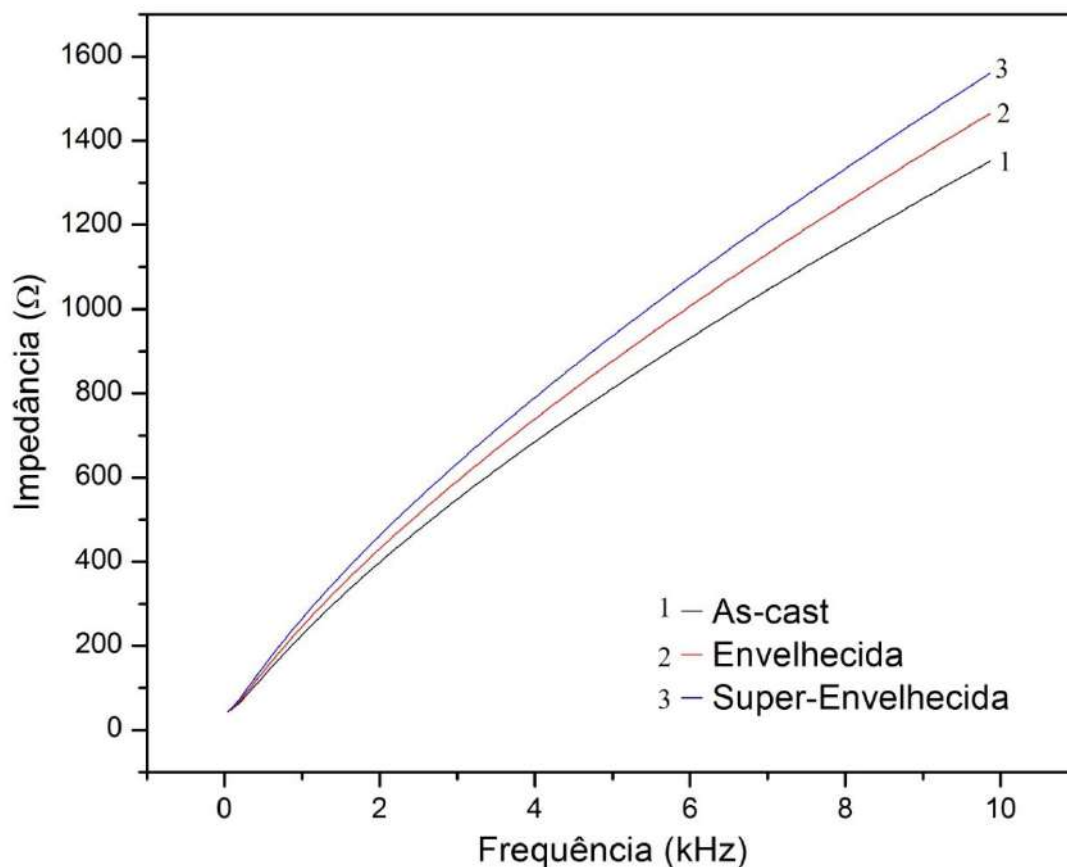


Figura 5.4. Valor absoluto da impedância das três amostras em função da frequência.

5.2.1.2. Estimativa da profundidade de penetração para diferentes frequências

Por meio da **equação 2.4** determinou-se a profundidade de penetração para diferentes frequências, a forma de garantir que dita profundidade considere a espessura total da amostra, a qual está entorno dos 11 mm.

A profundidade de penetração para cada amostra foi determinada com os seguintes valores de condutividade elétrica média: $\sigma_{as-cast} = 1,36 \times 10^6 Sm^{-1}$, $\sigma_{env.} = 0,987 \times 10^6 Sm^{-1}$ e $\sigma_{super-env.} = 1,28 \times 10^6 Sm^{-1}$ (a obtenção dos valores de condutividade elétrica será ampliada no **item Erro! Fonte de referência não**

encontrada.) A permeabilidade magnética absoluta para cada amostra é $\mu = 1,0076 \times 10^{-6} H/m$ (veja **item 0**). A **Tabela 5.1** apresenta o resumo dos cálculos da profundidade de penetração para diferentes frequências. Observa-se que a frequência de operação deveria ser 2,0 kHz, pois a profundidade de penetração está em torno dos **11mm**, no entanto, escolheu-se a frequência de 5 kHz devido a separar claramente os sinais correspondentes a cada amostra por correntes parasitas.

Tabela 5.1. Profundidade de penetração (mm).

<i>f</i> (kHz)	As-cast	Envelhecida	Super Envelhecida
0,2	34,07	40,05	35,21
0,5	21,55	25,33	22,27
1,0	15,24	17,91	15,75
1,5	12,44	14,62	12,86
2,0	10,77	12,66	11,14
2,5	9,64	11,33	9,96
5,0	6,81	8,01	7,04
10,0	4,82	5,66	4,98

De acordo com os critérios anteriores, conclui-se que a técnica *swept-frequency* é uma técnica versátil para determinar a frequência de operação, sendo necessário também calcular a profundidade de penetração para obter a frequência de trabalho que satisfaça os requerimentos do projeto. No entanto, os cálculos da profundidade de penetração não ajudaram na escolha da frequência de operação no presente projeto, devido aos valores obtidos serem bastante diferentes à espessura dos corpos de prova.

5.2.1.3. Medidas de condutividade elétrica

Hasegawa *et al.* (48) estudaram as propriedades magnéticas de um aço HP proveniente de um forno de pirólise, determinaram que a condutividade elétrica de uma amostra *as-cast* e de uma amostra carburizada foi de $0,98 \times 10^6 Sm^{-1}$ e $0,884 \times 10^6 Sm^{-1}$, **pontos 1 e 2** da **Figura 5.5**, respectivamente. Em outro trabalho, Stevens (4) reporta uma condutividade elétrica de $0,5 \times 10^6 Sm^{-1}$ para o aço HP *as-cast*, **ponto 3**

da **Figura 5.5**. Observa-se que ambos os autores reportam diferentes valores de condutividade elétrica para um aço HP em estado bruto de fusão, esta diferença pode estar associada ao fato que a composição química não ser exatamente a mesma.

Conforme descrito no item **Materiais e métodos** a técnica de quatro pontas permitiu determinar a condutividade elétrica ao longo de cada corpo de prova, a descrição e dimensões das amostras analisadas estão descritas na **Tabela 4.1**. A barra de erro foi estimada a partir do desvio padrão das 10 medições feitas para cada amostra.

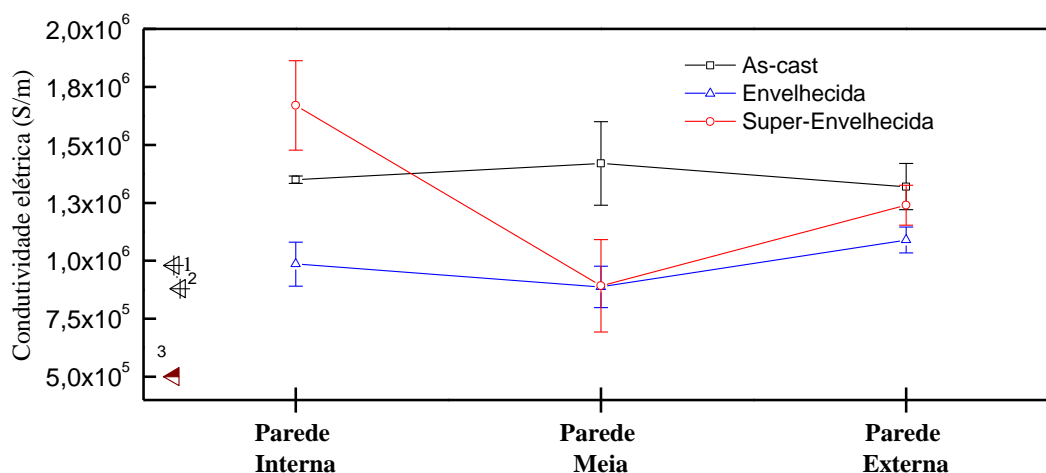


Figura 5.5. Condutividade elétrica das amostras ao longo de sua espessura.

Os resultados de condutividade elétrica da **Figura 5.5** indicam que as amostras apresentam propriedades elétricas diferentes, observa-se na parede interna diferenças significativas da condutividade elétrica das três amostras, na parede meia existe claramente uma diferença entre a amostra *as-cast* das amostras envelhecida e super-envelhecida, e na parede externa os valores das três amostras apresentam a tendência a um valor. Mesmo que sejam detectadas variações de condutividade elétrica entre as três amostras, não é possível estabelecer um critério que relacione diretamente o estado de envelhecimento do material com o valor da condutividade elétrica, devido aos resultados não apresentarem um comportamento linear. Por isso propõe-se estudar detalhadamente as propriedades elétricas e magnéticas do aço HP para trabalhos futuros.

Observa-se uma variação da condutividade elétrica de 2%, 10% e 22% nas amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* ao longo da espessura (tendo em

conta os valores da parede externa e interna). A abrupta variação da condutividade elétrica da amostra *super-envelhecida* pode estar associada à precipitação de carbeto e transformações de fases microestruturais. Estes valores de condutividade foram utilizados na simulação FEM, descrita no **item Erro! Fonte de referência não encontrada.**

5.2.1.4. Magnetômetro de amostra vibrante (VMS)

As amostras analisadas foram retiradas perto da parede externa de cada corpo de prova e estiveram submetidas a diferentes intensidades de campo magnético, onde o campo máximo aplicado foi de 18 kOe. Esta caracterização, junto com as medidas de condutividade elétrica, visou compreender as variáveis que influem nas propriedades elétricas e magnéticas do material. Na **Tabela 5.2** estão descritas as características físicas das amostras.

Tabela 5.2. Características físicas das amostras.

Amostra	Massa (g)	Volume (cm³)
<i>As-cast</i>	0,1093	0,0179
Envelhecida	0,0740	0,0110
Super-Envelhecida	0,0713	0,0115

Como foi mencionado por (47), existe uma influência da morfologia das fases microestruturais do material sob o comportamento magnético macroscópico. Uma primeira tentativa de correlacionar a influência da distribuição das microestruturas com a natureza magnética é através da medida da curva de magnetização em diferentes orientações do material. Com o objetivo de observar o comportamento magnético das amostras, estas estiveram submetidas a uma intensidade de campo magnético, **H**, nos eixos *x*, *y* e *z*, conforme mostrado na **Figura 5.6**.

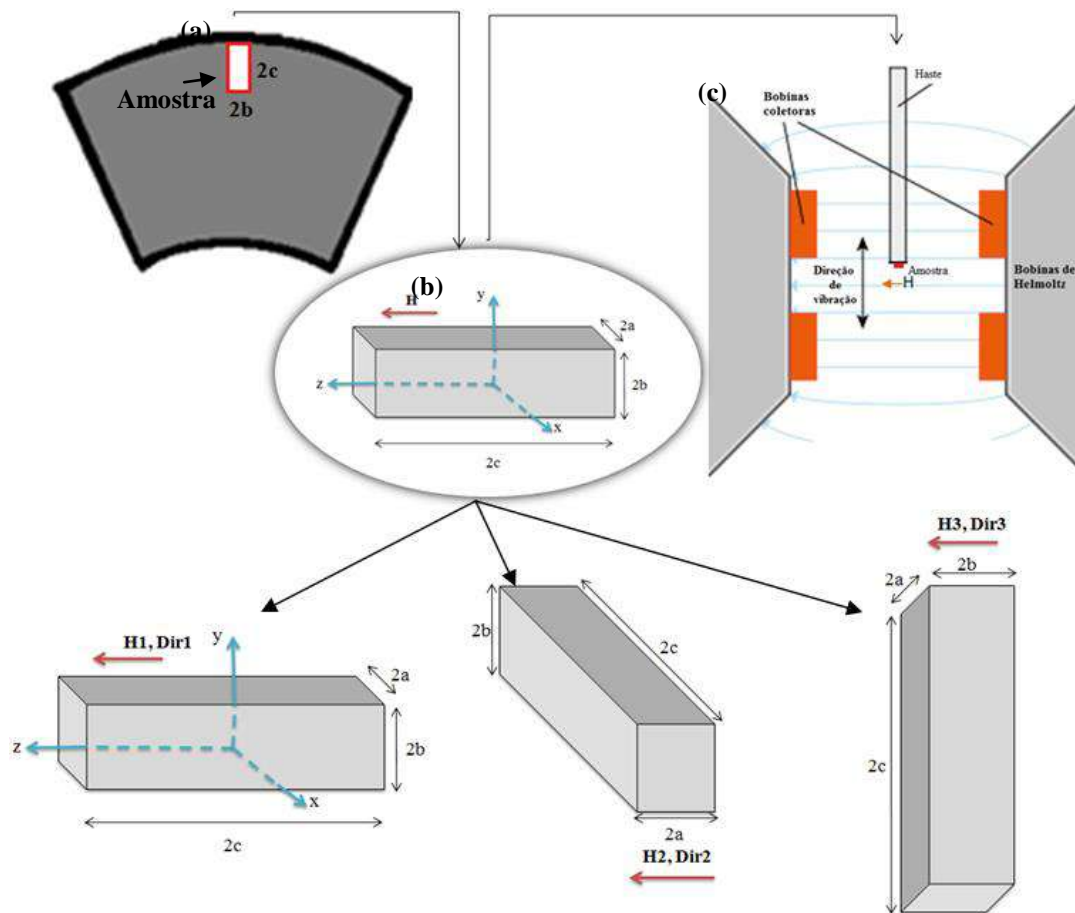


Figura 5.6. Campo (a) A amostra é subtraída perto da parede externa sobre a espessura da amostra, (b) é definida a configuração da amostra e o sobre qual direção vai ser aplicada a intensidade do campo magnético, H , (c) localização da amostra dentro do histeresímetro.

Na **Figura 5.7** tem-se a curva de magnetização das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* comparado com o *níquel* e o *alumínio*. Os valores de magnetização do *eixo Y* da direita correspondem unicamente à curva de níquel, a qual é ferromagnética, pois sua permeabilidade magnética relativa pode variar de $100 < \mu_r < 600$ (43), por outro lado temos que o alumínio é um material paramagnético, pois $\mu_r = 1,000002$. Considerando as curvas do níquel e do alumínio como referência, pode-se concluir que o aço HP apresenta um comportamento paramagnético devido aos valores de magnetização estarem próximos ao alumínio, por outra parte Stevens (4) reportou que o aço HP em estado bruto de fusão apresenta um comportamento altamente paramagnético, onde o material não consegue atingir a saturação magnética.

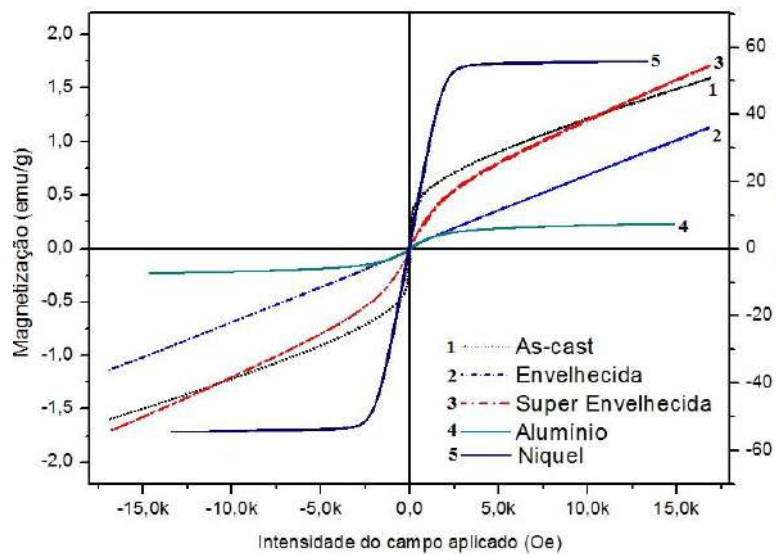


Figura 5.7. Curva de magnetização das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* comparada com o níquel e o alumínio. A intensidade do campo, \mathbf{H} , é aplicado na direção 1. O eixo Y da direita corresponde a curva de níquel.

Conforme observado na **Figura 5.8** a permeabilidade magnética absoluta das três amostras é praticamente 1,0076. Porém quando $0 < \mathbf{H} < 2\mathbf{kOe}$ o material experimenta uma permeabilidade ligeiramente maior, devido aos domínios magnéticos gradativamente se orientarem com o aumento da intensidade do campo. As amostras HP analisadas apresentam uma permeabilidade magnética relativa $\mu_r \cong 1$, valor que permite classificar as três amostras como paramagnéticas, devido a que materiais que apresentem um valor de permeabilidade magnética relativa ligeiramente maior à unidade ($\mu_r > 1$) são classificados como paramagnéticos (49).

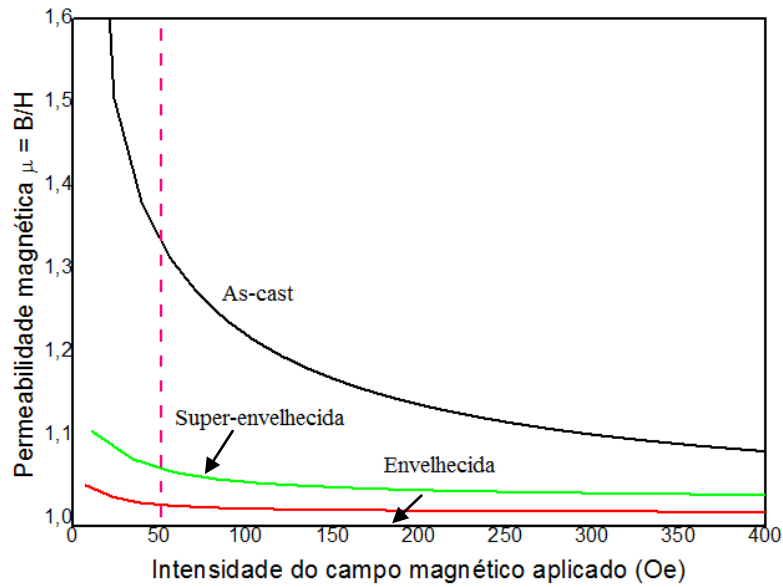


Figura 5.8. Permeabilidade magnética das três amostras.

Na **Figura 5.9** apresenta-se a curva de magnetização para as três amostras, nas direções descritas na **Figura 5.6**. A magnetização é definida como a soma de todos os momentos magnéticos elementares por unidade de volume e pode ser representada da seguinte forma (50):

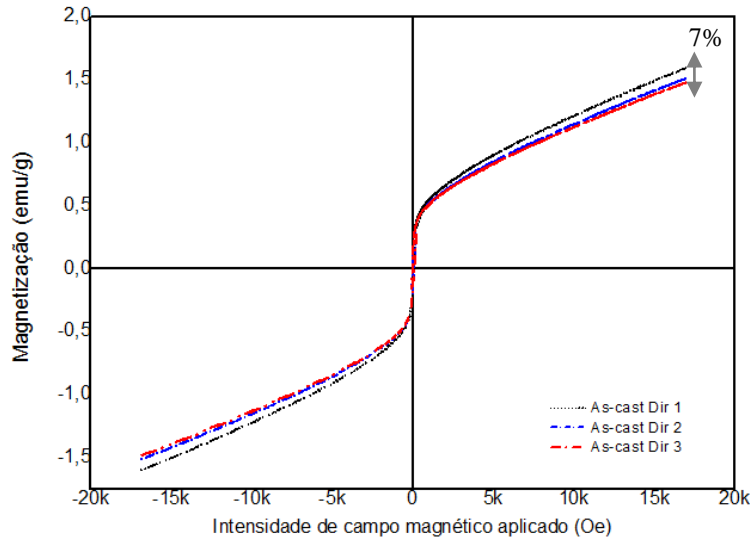
$$\vec{M} = \sum_i^n \frac{\vec{m}_i}{V} \quad \text{Equação 5.1}$$

Onde m corresponde ao número total de momentos magnéticos, e V é o volume total que eles ocupam, mas na prática costuma-se definir a magnetização pela massa \mathbf{m} em vez do volume:

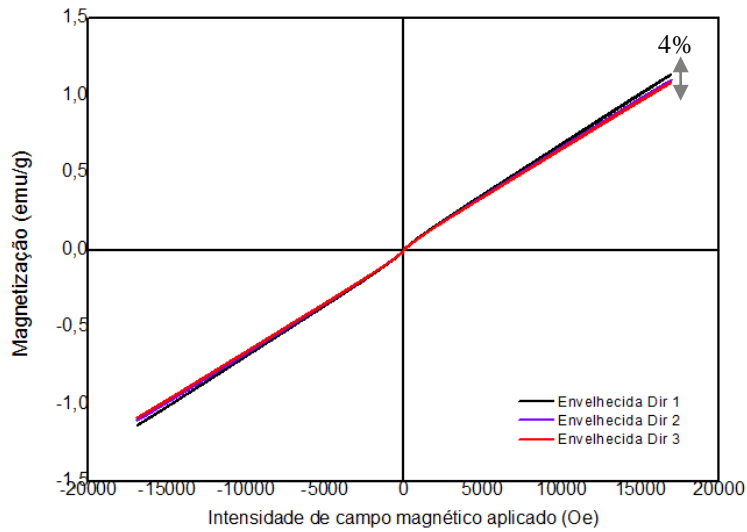
$$M = \frac{nm}{\mathbf{m}} \quad \text{Equação 5.2}$$

Conforme mostrado na **Tabela 5.2**, a massa e o volume de cada amostra são diferentes, portanto a magnetização apresenta variações significativas entre elas por depender destas duas variáveis conforme descrito na **equação 5.1** e **5.2** (50). Na **Figura 5.9(a-c)** observa-se que a magnetização também depende da orientação do material, pois quando a intensidade de campo é **17 kG**, as amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* apresentam uma diferença de 7%, 4% e 20%, respectivamente. Na **Figura 5.9(d-f)** observa-se que a amostra *super-envelhecida* apresenta maior variação da magnetização quando submetida às diferentes orientações, esta diferença poderia estar

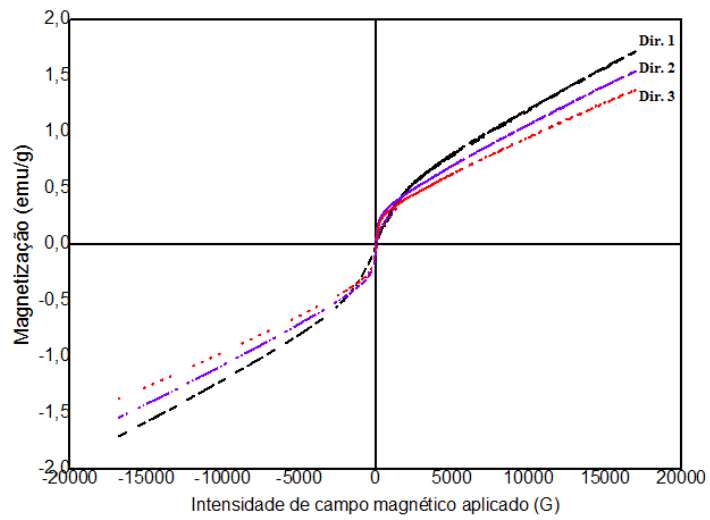
associada à precipitação de fases, à orientação do graus da matriz austenítica, da geometria das amostras, no entanto requer-se um estudo mais profundo que permita concluir com mais confiabilidade a relação entre as transformações microestruturais e a resposta magnética.



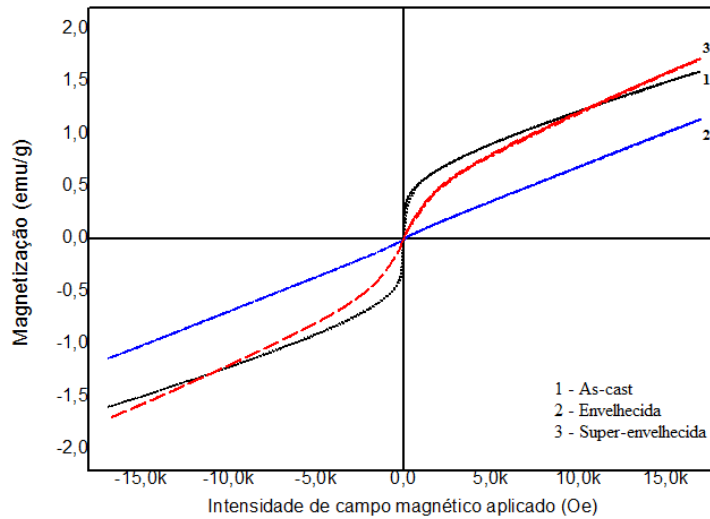
(a) A variação da magnetização da amostra *as-cast* quando \mathbf{H} foi aplicado nas três direções é de 7%, observa-se que as curvas estão perto um da outra.



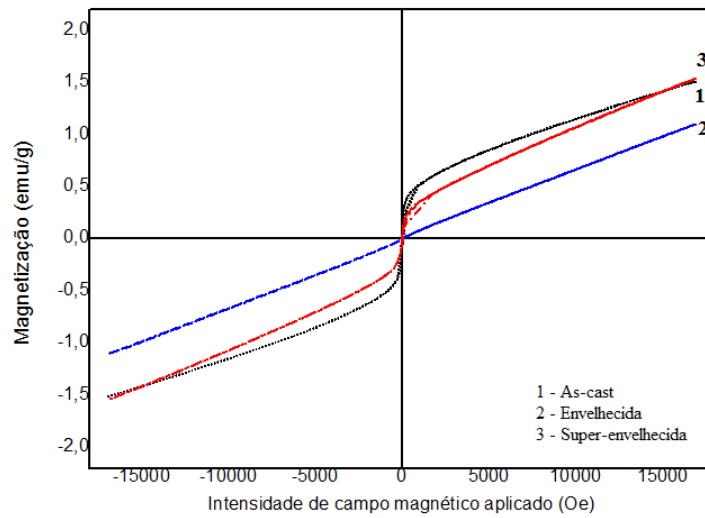
(b) A variação da magnetização da amostra *envelhecida* quando \mathbf{H} foi aplicado nas três direções é de 4%, observa-se que as três curvas estão muito perto um da outra.



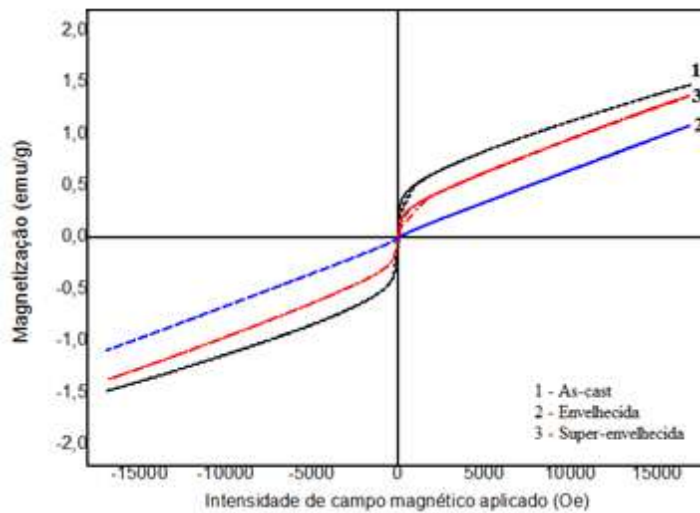
(c) A variação da magnetização da amostra *super-envelhecida* quando \mathbf{H} foi aplicado na três direções é de 20%



(d) Curva de magnetização das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* quando \mathbf{H} é aplicado na direção 1.



(e) Curva de magnetização das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* quando \mathbf{H} é aplicado na direção 2.



(f) Curva de magnetização das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* quando \mathbf{H} é aplicado na direção 3.

Figura 5.9. Curva de magnetização das amostras quando o \mathbf{H} é aplicado nas diferentes direções (a) *as-cast*, (b) *envelhecida*, (c) *super-envelhecida*. As curvas de magnetização das três amostras foram comparadas em um mesmo gráfico nas direções (d) 1, (e) 2 e (f) 3.

As correções devidas ao fator desmagnetizante nas curvas de magnetização foram desprezadas devido ao valor do campo magnético corrigido ser quase imperceptível.

5.2.2. Correntes parasitas

Devido à grande sensibilidade do ensaio por correntes parasitas às variações das propriedades elétricas e magnéticas, é possível detectar as transformações microestruturais que sofre o aço HP quando submetido a altas temperaturas. Conforme descrito por Stevens (4), o aço HP em estado bruto de fusão apresenta um comportamento paramagnético, pois sua matriz é principalmente austenítica. Com o envelhecimento, a matriz torna-se gradativamente ferromagnética devido à precipitação de carbeto de cromo nos contornos de grão (51), (5). Quando o teor de cromo em solução sólida atinge valores menores que 20%, na temperatura ambiente (20°C), a matriz passa gradativamente a exibir um comportamento ferromagnético (3). Este fenômeno favorece a utilização de técnicas baseadas na medida de propriedades magnéticas para a determinação do estado de envelhecimento do material.

Por meio do ensaio de correntes parasitas avaliou-se a amplitude, a forma do sinal e principalmente seu ângulo de fase. Conforme descrito no **item 4.7**, sinais com ângulo de fase entre 90° e 180° descrevem o comportamento de um material magnético, e sinais com ângulo de fase entre 180° e 270° descrevem o comportamento de um material não-magnético. Também foi descrito que as amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida* foram divididas em pontos de medição uniformemente distribuídos em sua superfície. Sobre cada ponto obteve-se o valor de ângulo de fase e amplitude, os valores de fase foram plotados em um mapa de contraste utilizando MATLAB como ferramenta de visualização.

Na **Figura 5.10** observa-se que os sinais de cada amostra são claramente separados, indicando que as transformações microestruturais que sofre o material repercutem significativamente em sua natureza magnética.

- O comportamento da amostra *as-cast* é não magnético, pois sua matriz é principalmente austenítica, o ângulo de fase está entorno de 190° apresentando uma variação de $\pm 10^\circ$ ao longo da superfície da amostra;
- As amostras *envelhecida* e *super-envelhecida* apresentam um comportamento magnético provavelmente devido à precipitação dos carbeto de cromo nos contornos de grão tornar a matriz ferromagnética (4). A amostra envelhecida apresenta um ângulo de fase de 113° com variação de $\pm 12^\circ$ ao longo da superfície da amostra;

- O sinal da amostra *super-envelhecida* apresenta um ângulo de fase de 103° com variação de $\pm 12^\circ$ ao longo da superfície da amostra. Quando o sinal estiver mais próximo ao eixo vertical indica que o material é mais magnético. Conforme descrito no **item 4.1** esta amostra esteve submetida a uma temperatura de operação superior das demais, portanto, a amostra sofreu maior formação de carbeto de cromo (5), (18) e como consequência apresenta um comportamento mais ferromagnético.

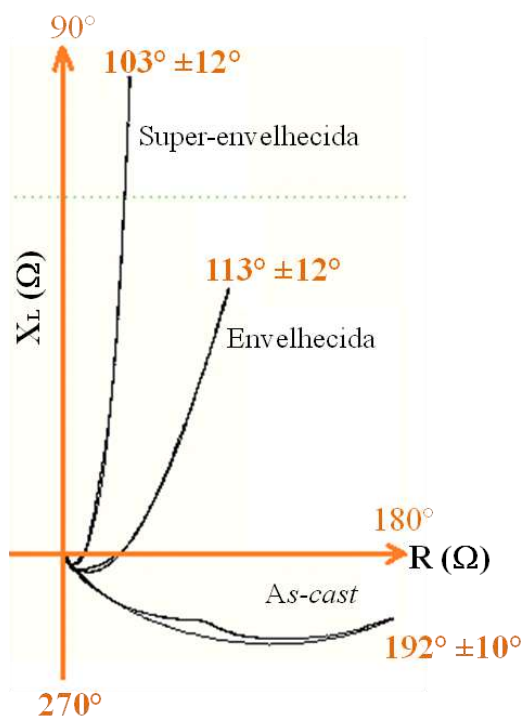


Figura 5.10. Sinais obtidos por meio do *OmniScan Olympus*.

5.2.2.1. Amostra *as-cast*

A apresenta o mapeamento do ângulo de fase da amostra *as-cast* que esteve submetida a uma temperatura de superfície externa de aproximadamente 600°C . Pode-se observar na **Figura 5.11** que o material apresenta mudanças do ângulo de fase quase imperceptíveis, indicando que o material sofreu alterações microestruturais pouco significativas. Conforme descrito no **item 4.6**, sobre cada ponto foram feitas 30 medições para garantir reprodutibilidade nos dados, cujo desvio padrão médio por ponto

é 1,38°. O ângulo de fase ao longo da superfície da amostra oscila entre 181-202° e a amplitude do sinal é de aproximadamente 1,86V.

5.2.2.2. Amostra envelhecida

Na **Figura 5.12** apresenta-se o mapeamento de ângulo de fase da amostra *envelhecida* que esteve submetida a uma temperatura de superfície externa entre 800-900°C.

Conforme descrito no **item 4.6**, sobre cada ponto foram feitas 30 medições para garantir reprodutibilidade nos dados, cujo desvio padrão médio por ponto é 1,10°. O ângulo de fase do material oscila entre 100 - 125° ao longo de toda sua superfície. Os valores associados ao ângulo de fase indicam que o material apresenta um comportamento magnético por estar associado a transformações microestruturais. A amplitude do sinal é de 1.98V.

As variações de ângulo de fase apresentadas na amostra envelhecida são mais heterogêneas quando comparada com a amostra anterior, isto pode associar-se a que o aço HP está submetido a diferentes temperaturas de operação ao longo do eixo longitudinal; observa-se que no eixo radial apresentam-se também variações de suas propriedades magnéticas, talvez devido aos queimadores não estarem distribuídos uniformemente sobre o eixo radial. Pode-se concluir que as variações de magnetismo apresentadas na amostra envelhecida são mais heterogêneas quando comparada com a amostra anterior, indicando que sempre existirão regiões expostas a temperaturas mais elevadas que outras, tanto sobre o eixo radial quanto longitudinal.

5.2.2.3. Amostra super-envelhecida

A **Figura 5.13** apresenta o mapeamento do ângulo de fase da amostra *super-envelhecida* que esteve submetida a uma temperatura de superfície externa de 1.000°C. Os valores de ângulo de fase estão associados a um material magnético, conforme observado na **Figura 5.10**. Este comportamento pode ser explicado devido à intensa precipitação de carbeto quando o material está submetido a altas temperaturas (5). O

material apresenta um ângulo de fase entre 95 - 120°, e o desvio padrão sobre cada ponto é de aproximadamente 1,26°. A amplitude do sinal apresenta uma variação significativa entre 1,5 - 3V, podendo associar-se à presença de vazios, conforme indicado na **Caracterização metalográfica**.

Observa-se que esta amostra apresenta heterogeneidade na direção horizontal e vertical. As zonas vermelhas indicam que o material sofreu maiores variações magnéticas, podendo ser associadas a transformações microestruturais ainda mais significativa que na amostra envelhecida. Para aumentar a resolução do mapeamento do ângulo de fase, foi duplicado o número de medições para 104 pontos, e observam-se maiores detalhes sobre o estado do material. Por exemplo, na linha inferior da **Figura 5.14** são revelados detalhes que não ficaram expostos na **Figura 5.13**. Isto pode trazer uma grande vantagem quanto à informação detalhada do estado material, porém o tempo de inspeção aumenta consideravelmente, sendo esta uma das razões pelas quais foi necessário o desenvolvimento de uma técnica que permita caracterizar confiavelmente o material em um menor tempo - o sensor PMS cumpre com estes requisitos. O ângulo de fase e a amplitude oscilam aproximadamente na mesma faixa de valores mencionados no parágrafo anterior.

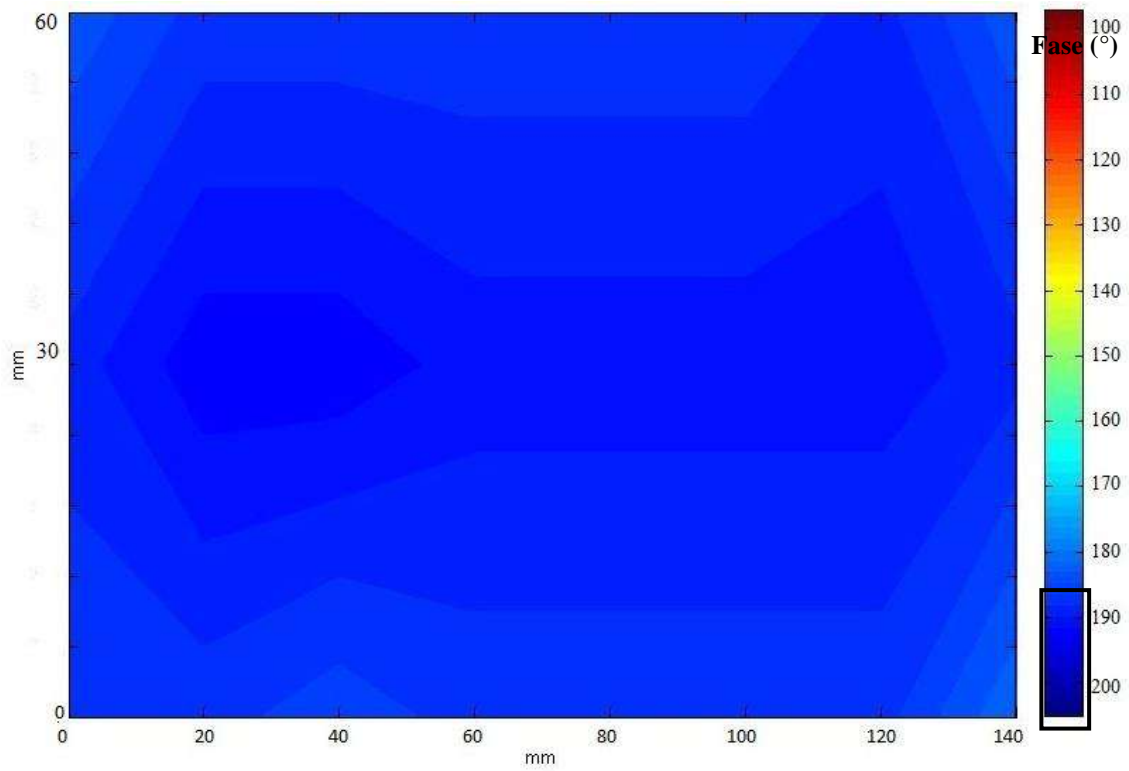


Figura 5.11. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra *as-cast*

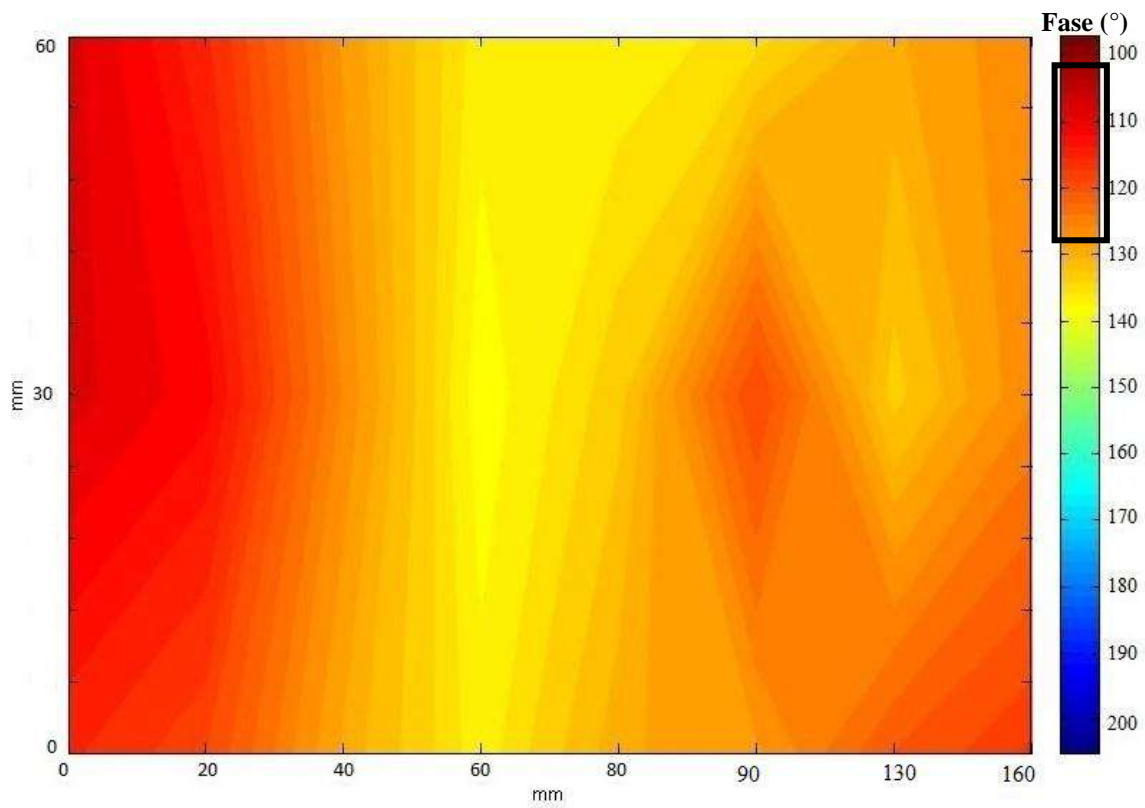


Figura 5.12. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra *envelhecida*.

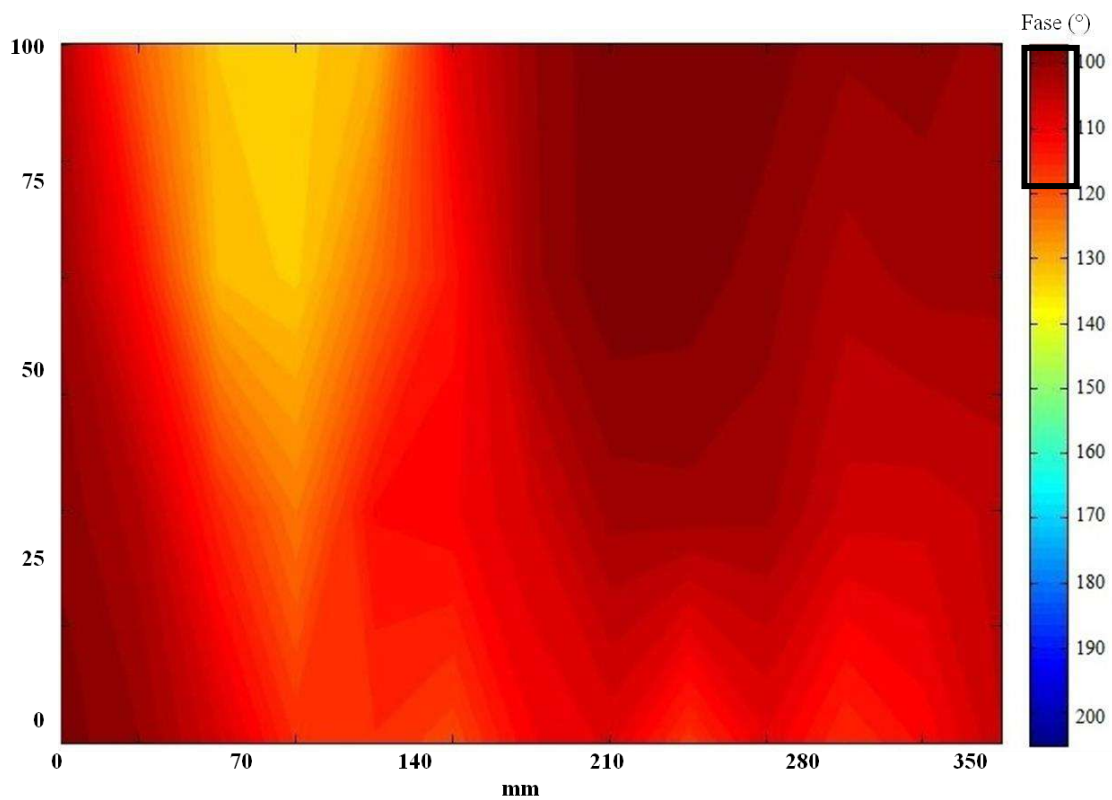


Figura 5.13. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra *super-envelhecida* - matriz de 4×13.

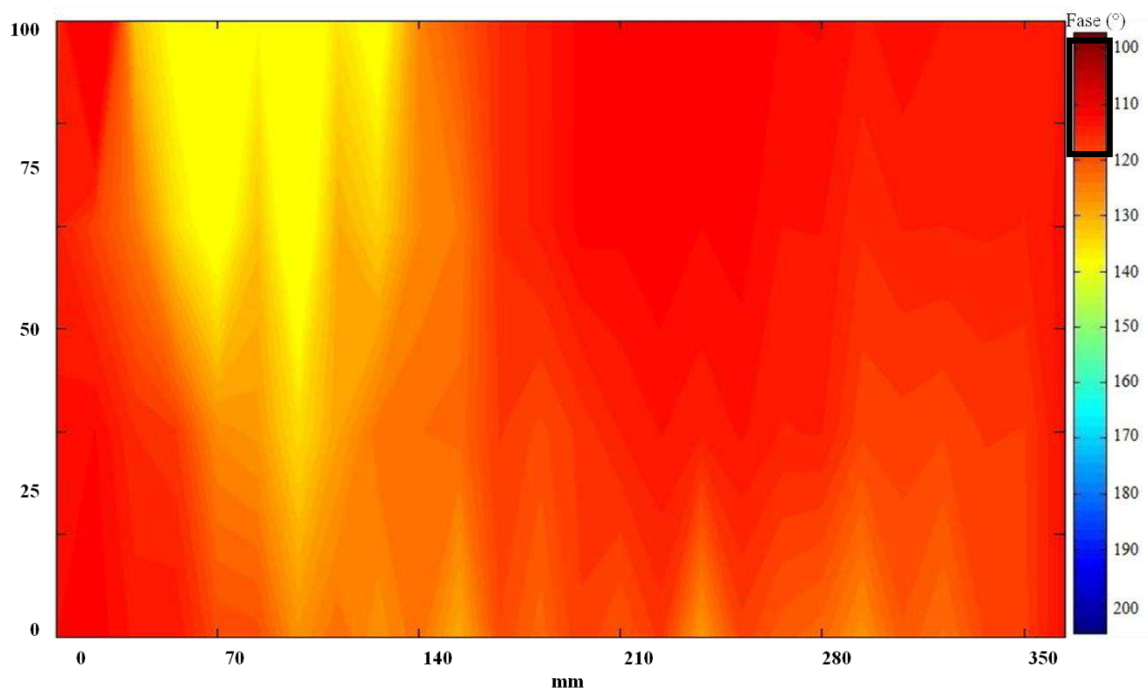


Figura 5.14. Mapeamento do ângulo de fase sobre a amostra *super-envelhecida* - matriz de 4×26.

As medidas de fase apresentadas nas figuras anteriores corroboram que os corpos de prova são magneticamente diferentes. A amplitude e o ângulo de fase do sinal são

proporcionais a seu estado de envelhecimento, sendo mais magnético o material com a fase perto de 90°. Dentro da bibliografia encontrada, os autores (48), (52), (4) utilizaram diversas técnicas de caracterização magnética para tubos de aço HP utilizados em fornos de pirólise. Mesmo que a liga seja a mesma, as transformações microestruturais apresentadas nos fornos de pirólise são diferentes das apresentadas no forno de reforma, pois no primeiro ocorre o fenômeno de carburização. Embora as transformações microestruturais sejam diferentes, esses autores estabelecem que a matriz austenítica do aço HP sofre empobrecimento de cromo quando submetido a elevadas temperaturas, este resultado é validado e utilizado por Silva (52), o qual conclui que a magnetização pode ser explicada devido a esse empobrecimento de cromo e as diferentes transformações microestruturais que sofrem os carbetos.

5.3. Medidas com o sensor PMS

Conforme descrito no **item 4.8.1**, foi determinada a densidade do campo magnético gerado por um pequeno imã na superfície da amostra. Foi avaliado o estado de envelhecimento da amostra *super-envelhecida* com o sensor PMS, as medidas de densidade de fluxo magnético foram plotadas em um mapa de contraste, conforme mostradas na **Figura 5.15**, o número total de pontos foram 208. Este resultado evidencia que a amostra *super-envelhecida* apresenta regiões magneticamente diferentes, as quais podem estar associadas à mudanças microestruturais no eixo radial e longitudinal. As regiões mais vermelhas indicam que o material esteve exposto a uma temperatura maior ou que nessas áreas existiram transformações microestruturais mais significativas.

Embora a calibração e a limitação da caracterização à superfície sejam pontos críticos do sensor PMS, os resultados obtidos apresentam uma maior resolução comparada com a técnica de correntes parasitas devido à rapidez na aquisição dos dados. Na **Figura 5.15** observa-se o mapa de contraste associado às medições obtidas com o sensor PMS, indicando a detecção das variações de magnetismo remanescente na amostra.

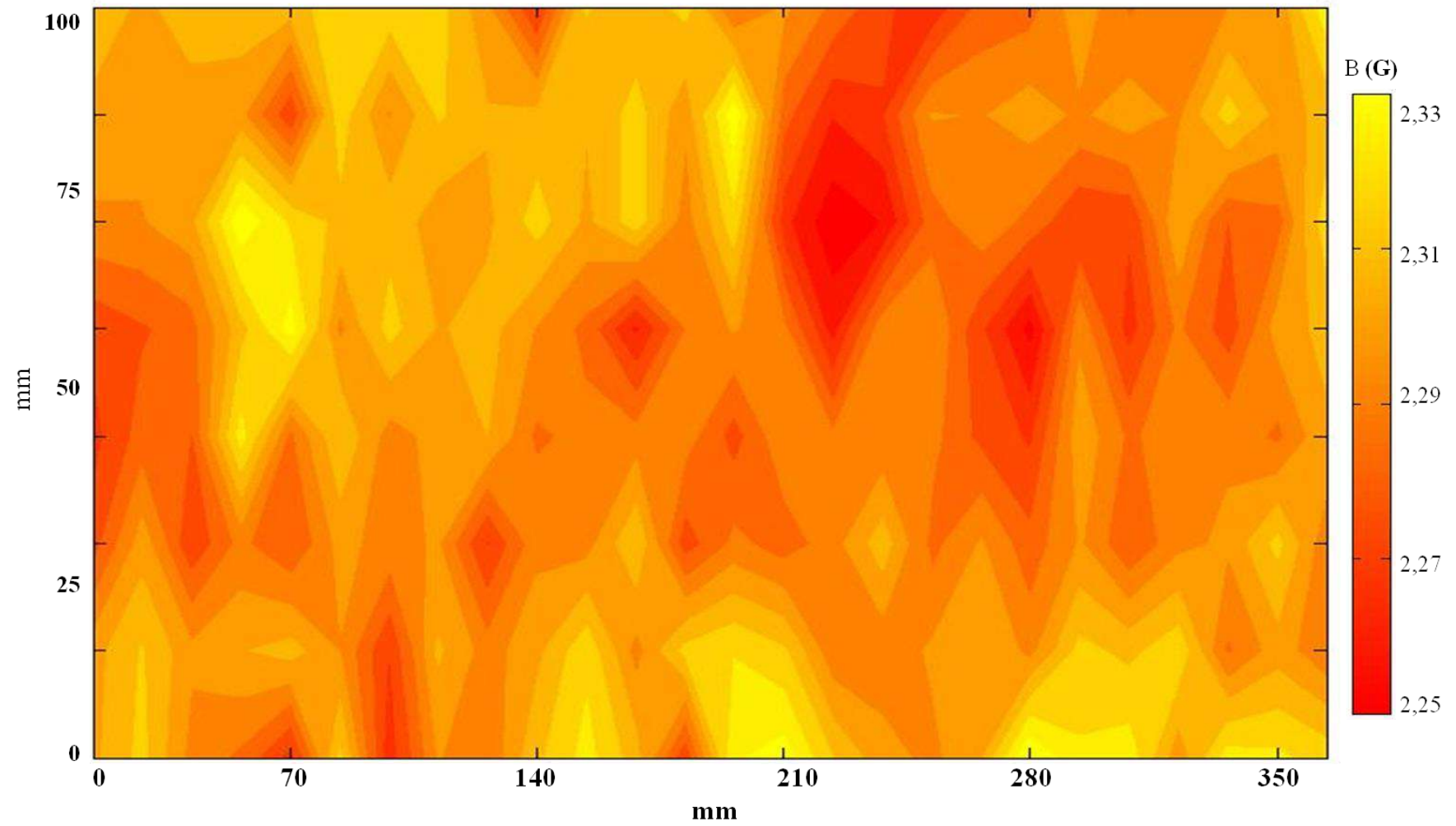


Figura 5.15. Mapeamento da densidade de fluxo magnético sobre a mostra *super-envelhecida*.

5.4. Comparação entre a técnica de correntes parasitas e o sensor PMS

Mesmo que as grandezas obtidas com as duas técnicas sejam diferentes, ambos os resultados conseguem medir a variação de magnetismo das amostras. Com a técnica de correntes parasitas, o ângulo de fase foi escolhido como critério para identificar o magnetismo presente no material e correlacioná-lo com seu estado de envelhecimento e o módulo da densidade de fluxo magnético foi o critério utilizado para o sensor PMS.

Uma das principais diferenças entre estas técnicas de inspeção é o tempo de aquisição dos dados. A inspeção da amostra *super-envelhecida* com o sensor PMS demorou aproximadamente uma hora para obter 208 pontos, no entanto, com a técnica de correntes parasitas foram obtidos 104 pontos em dois dias de trabalho, demonstrando que a taxa de aquisição dos dados é maior quando utilizado o sensor PMS, indicando maior resolução em tempos consideravelmente menores. A técnica de correntes parasitas preenche um dos aspectos mais importantes que é a confiabilidade dos dados por apresentar um desvio padrão pequeno.

Um aspecto crítico na aquisição dos dados é a calibração da técnica utilizada. Uma grande vantagem da técnica de correntes parasitas é a calibração automática do **OmniScan**, porém, o sensor PMS apresenta instabilidade devido à alta sensibilidade às mudanças mínimas na posição do sensor com respeito a peça, sendo este um dos aspectos a serem melhorados em trabalhos futuros.

5.5. Simulação com OPERA

O problema eletromagnético de correntes parasitas foi simulado no software **OPERA** baseado no método de elementos finitos **3D/Elektra**. A estrutura do aço simulado está composta por três camadas, cada uma com espessura de 3,7mm e um valor de condutividade elétrica diferente.

Desta forma, obtiveram-se três simulações correspondente as amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida*, em cada simulação inseriu-se a curva de magnetização, obtida a partir da curva de magnetização descrito no **item 0**, os valores de condutividade inseridos no modelo estão descritos na **Tabela 5.3**.

Tabela 5.3. Propriedades físicas das amostras.

Amostra	Parede	Condutividade (MS/m)
As-cast	Externa	1,32
	Media	1,42
	Interna	1,35
Envelhecido	Externa	1,09
	Media	0,89
	Interna	0,99
Superenvelhecido	Externa	1,24
	Media	1,00
	Interna	1,59

No software **OPERA-3D** definiu-se a geometria da bobina e suas respectivas propriedades magnéticas conforme apresentado na **Figura 5.16**, foram também definidas as propriedades elétricas das amostras, descritas na **Tabela 5.3**. Inseriu-se a curva de magnetização (50 pontos) de cada amostra, obtida a partir dos resultados discutidos no **item 0**. A frequência de excitação da bobina foi de 5kHz.

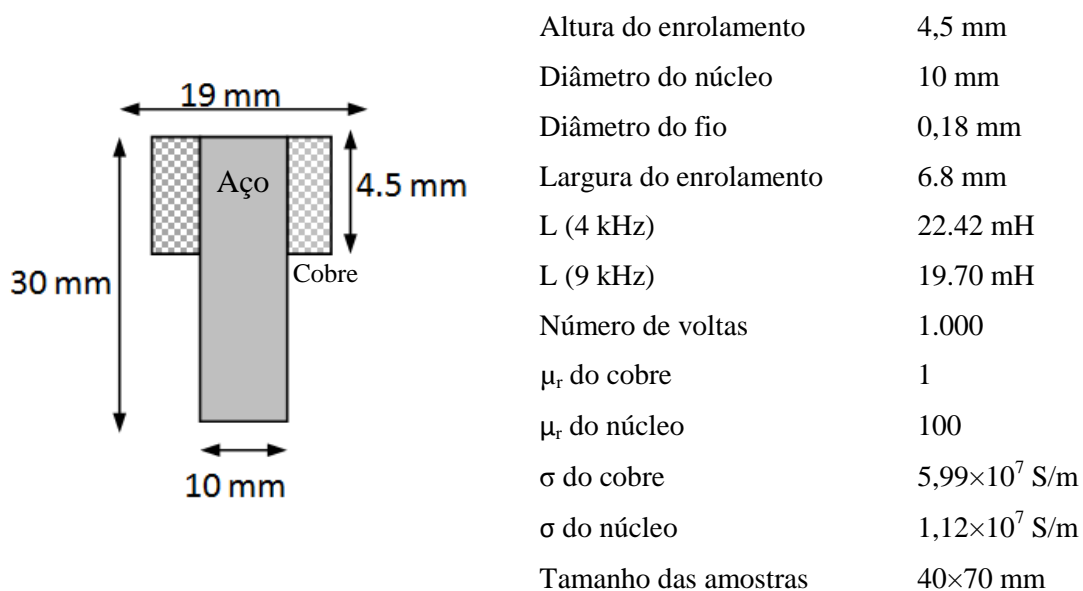
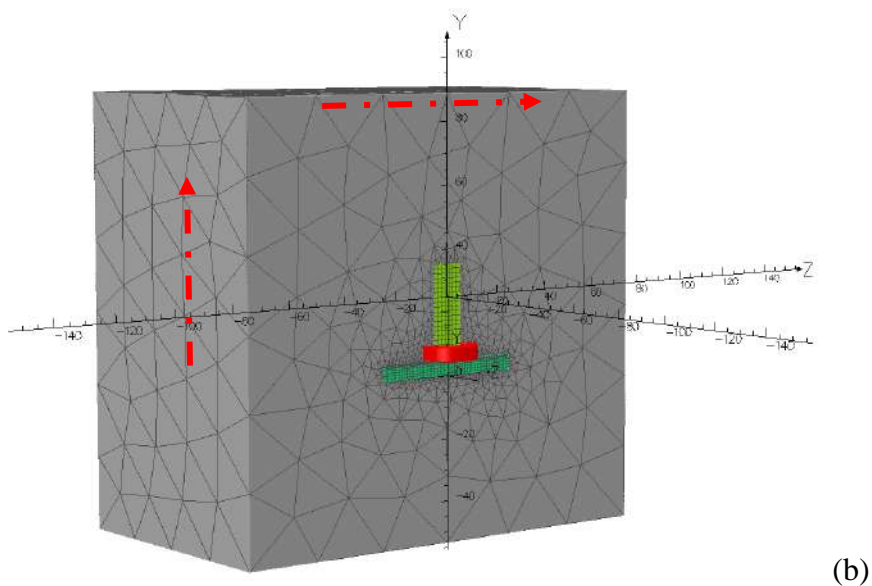
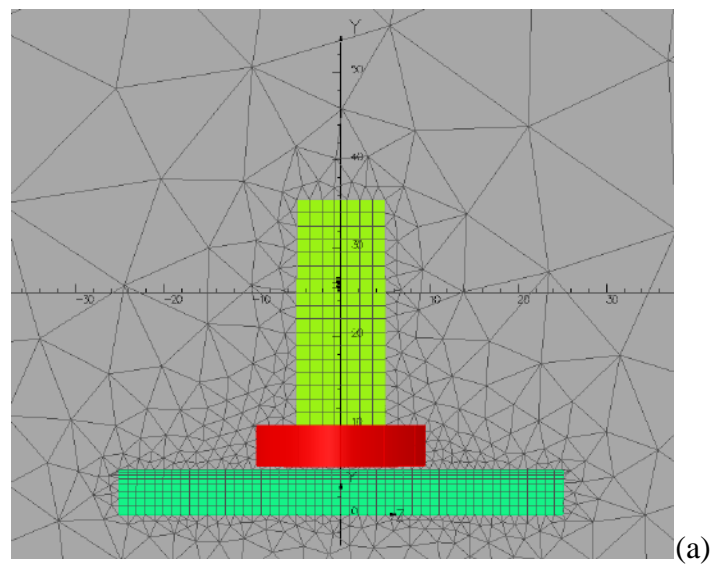
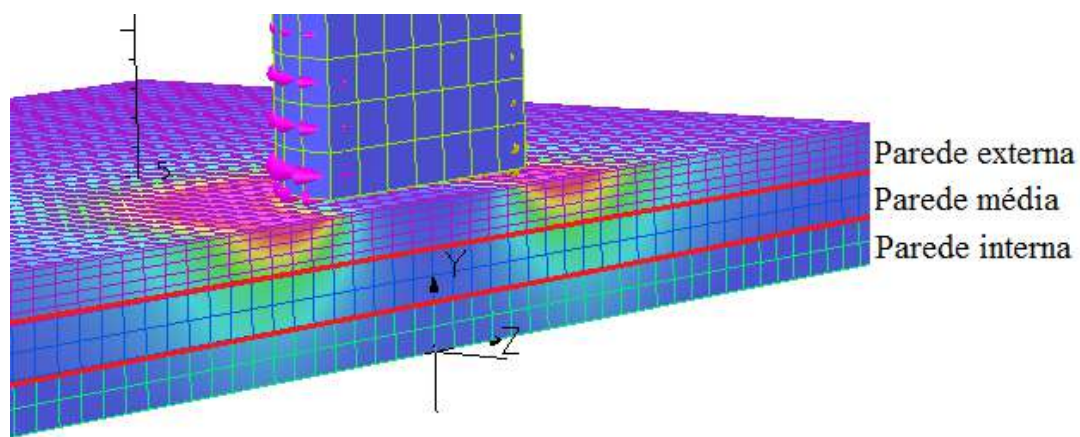


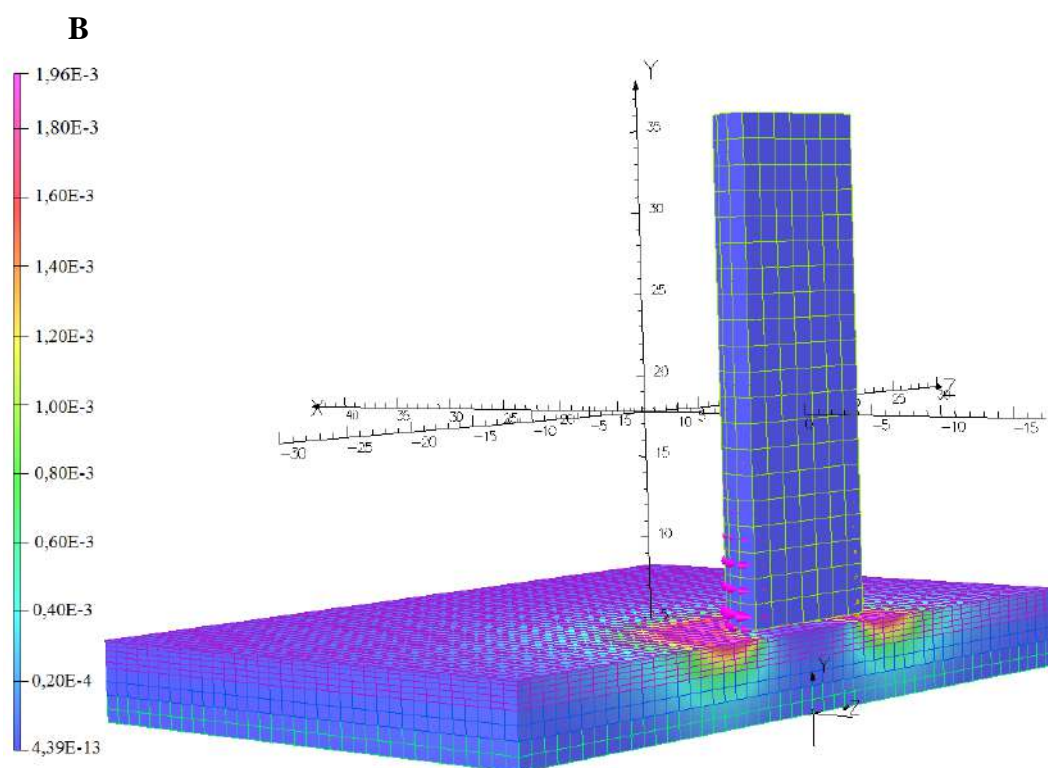
Figura 5.16. Características físicas da bobina

Observa-se na **Figura 5.17(a)** a configuração do sensor, a bobina em torno ao núcleo de ferro, na **Figura 5.17(b)** definiu-se a condição de contorno *tangencial magnética*, na **Figura 5.17(c)** observa-se que o material possui três camadas, cada uma apresenta uma condutividade elétrica diferente, na **Figura 5.17(d)** observa-se as correntes induzidas dentro do material. A malha do modelo possui cerca de 493.570 elementos de diferentes tipos: tetraedros, hexaedros, prismas e pirâmides.





(c)



(d)

Figura 5.17. Modelo desenvolvido em OPERA para obter o plano de impedância das amostras *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida*. (a) Detalhe da geometria e malha do protótipo, (b) malha completa do modelo e condições de contorno utilizadas, (c) material com três camadas, (d) densidade de fluxo magnético para uma frequência de operação de 5kHz.

Uma vez inseridas as propriedades dos materiais e as condições de contorno no modelo **OPERA-3D**, obteve-se o plano de impedância apresentado na **Figura 5.18**. Observa-se que o software consegue separar claramente os sinais das três amostras, assim o sinal da amostra *as-cast* é separada no quadrante definido como não magnético

e as amostras *envelhecida* e *super-envelhecida* no quadrante magnético, sendo esta separação dos sinais consistente ao critério definido no **item 4.6**.

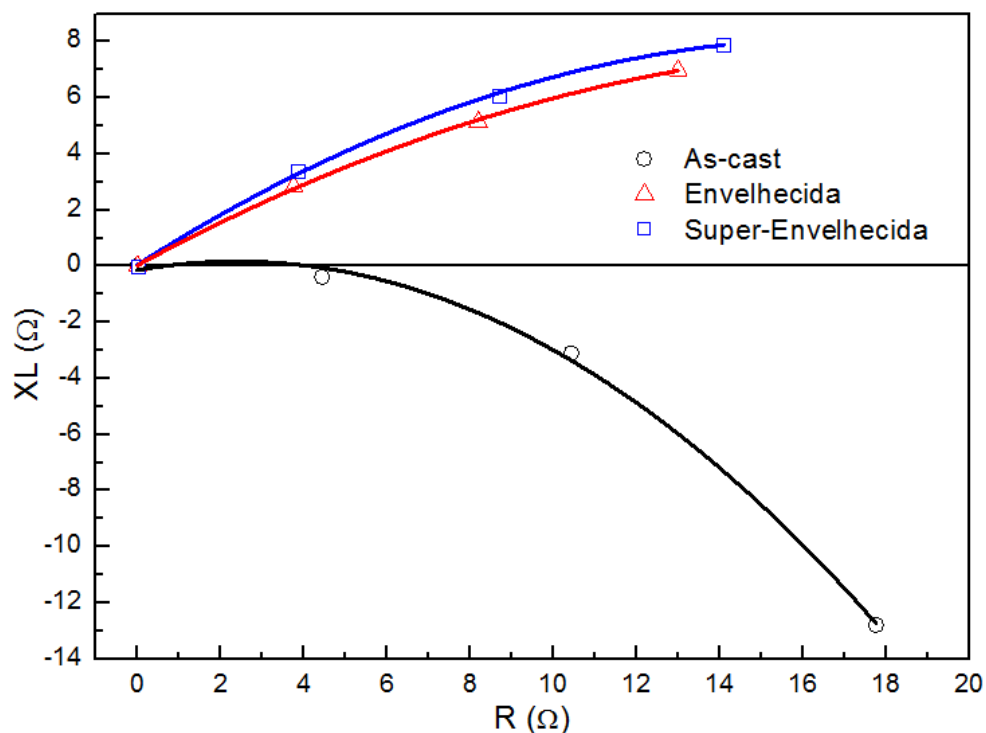


Figura 5.18. Plano de impedância da simulação.

Se compararmos a **Figura 5.10** com a **Figura 5.18**, observamos que a ordem dos sinais é a mesma, porém a amplitude e o ângulo de fase não correspondem aos valores obtidos experimentalmente, devido a isso propõe-se refinar este modelo com o objetivo de obter um resultado confiável à hora de obter um modelo que reproduza fielmente os detalhes de um sistema real, assim poderá estudar-se o comportamento do material quando forem realizadas diversas alterações de maneira fácil e rápida. É importante ter em conta que o aparelho utilizado, **OmniScan MX ECA - OLYMPUS**, realiza diferentes filtros para obter o sinal desconhecidos pelo usuário, indicando que mesmo que os dados inseridos na simulação sejam fiéis às condições reais de operação, existirá alguma diferença entre ambos sinais.

CONCLUSÕES

A caracterização magnética do aço HP permitiu correlacionar o estado de envelhecimento das três amostras, *as-cast*, *envelhecida* e *super-envelhecida*, com os sinais obtidos pelos ensaios magnéticos não destrutivos. As diversas técnicas empregadas durante o desenvolvimento do projeto permitiram concluir o seguinte.

- Foi possível distinguir os estados microestruturais das três amostras de campo com a técnica de correntes parasitas, utilizando como critério a variação do ângulo de fase; sinalizando que, a técnica de correntes parasitas tem potencialidade de aplicação tecnológica na identificação dos diferentes estados de envelhecimento do material;
- As medições de condutividade elétrica e permeabilidade magnética das amostras de campo possibilitaram a modelagem computacional e a obtenção de uma simulação numérica aproximada aos resultados experimentais.
- O melhoramento do sensor PMS, tanto na calibração quanto no design, visa uma ferramenta versátil para a caracterização magnética superficial do material em estudo, devido à rápida taxa de aquisição de dados.

TRABALHOS FUTUROS

Para futuros trabalhos de pesquisa sobre a caracterização magnética não destrutiva de aços HP provenientes de fornos faz-se as seguintes sugestões.

- Realizar uma análise microestrutural mais profunda e detalhada para determinar a estequiometria de cada carbeto presente em cada estágio do material, sua natureza magnética e como ele contribui no comportamento magnético do material;
- Explorar outra configuração do sensor PMS para determinar a presença de diferentes tipos de danos dentro do material, como a presença de trincas ou vazios;
- Propõe-se utilizar bobinas de indução no lugar de um ímã permanente no sensor PMS, com o objetivo de controlar a profundidade de penetração no material;
- Propõe-se melhorar a simulação obtida com OPERA para assim ter um modelo confiável de comparação entre os resultados experimentais e os simulados.

Referências bibliográficas

1. *Damage characterization in two reformer heater tubes after nearly 10 years of service at different operative and maintenance conditions.* **Alvino, A., et al.** s.l. : Engineering Failure Analysis, 2010, pp. 1526-1541.

2. *Microstructural characterization of modified 25Cr–35Ni centrifugally cast steel furnace tubes.* **Almeida, L.H., Ribeiro, A.F. and May, I.L.** s.l. : ELSEVIER, 2003, Materials Characterization, Vol. 49, pp. 219-229.

3. *Calibration of eddy current carburization measurements in ethylene production tubes using ion beam analysis.* **Stevens, K.J. Trompette, W.J.** 3, Lower Hutt : Journal of Physics D: Applied Physics, 2004, Vol. 37, pp. 501-509.

4. *Through-wall carburization detection in ethylene pyrolysis tubes.* **Stevens, K.J. Tack, A.J. Thomas, C.W. Stewart, D.** New Zelaand : Journal of physics D: Applied Physics, 2002, Vol. 34, pp. 814-822.

5. *Structural and magnetic characterization of a carburized cast austenitic steel.* **Silva, I.C. Rebello, J.M.A. Bruno, A.C. Jacques, P.J. Nysten, B. Dille, J.** Rio de Janeiro : Science Direct, 2008, Vol. 59. 1010-1013.

6. *Desarrollo de un equipo para la evaluacion de variaciones de conductividad por reluctancia magnética.* **Spinosa, C.C., Marengo, J.A., Ruch, M.C., Garcia, J.O.** Buenos Aires, Argentina : s.n., 2003.

7. **TSEC.** *Projeto em integridade estrutural de tubos de reforma. Amostras do forno 101-B da FAFEN-BA.* 2011.

8. *Reformer furnaces: materials, damage mechanisms and assessment.* **Silveira, T.L. and May, I.L.** 2C, s.l. : The Arabian Journal for Science and Engineering, 2006, Vol. 31, pp. 99-119.

9. **ASTM, A 297/A 297M - 08.** Standart especification for steel castings, iron-chromium and iron-chromium-nickel, heat resistant, for general application. *Norma.* 2008.

10. *Failure analysis and remaining life assessment of service exposed primary reformer heater.* **Swaminathan, J., et al.** 4, s.l. : Engineering Failure Analysis, 2008, Vol. 15, pp. 311-331.
11. *The system Fe–Ni–Cr: revision of the thermodynamic description.* **Tomiska, J.** Vienna : ELsevier, 2004, Journal of Alloys and Compounds, pp. 176-187.
12. *Comparison of the creep crack growth resistance of HK40 and HP40 heat-resistant steels.* **Zhu, S.J., Wang, Y. and Wang, F.G.** 1990, Journal of Mater Science Letter, Vol. 9, pp. 520-521.
13. **ASTM, A 608/A 608M – 06.** Standard Specification for Centrifugally Cast Iron-Chromium-Nickel High-Alloy Tubing for Pressure Application at High Temperatures. *Norma.* 2006.
14. *Microstructure evolution during service exposure of two cast, heat-resisting stainless steels HP-Nb modified and 20-32Nb.* **Shi, S. and Lippold, J.C.** s.l. : Materials Characterization - ELSEVIER, 2007, Vol. 59, pp. 1029-1040.
15. *Caracterização das transformações microestruturais por carburização em serpentinas de fornos de pirólise através de análise metalográfica.* **Silveira, Tito.** Rio de Janeiro : s.n., 2003.
16. *Microestrutura de tubos de forno de pirólise desativados após 91.000h de operação.* **Silveira, T.F.A., et al.** 6, Salvador : COTEQ, 2002.
17. *Reformer furnaces: materials, damage mechanisms and assessment.* **Silveira, T.L. and May, I.L.** 2C, s.l. : The Arabian Journal for Science and Engineering, 2006, Vol. 31, pp. 99-119.
18. *Criteria for the Evaluation of Damage and Remaining Life in Reformer Furnace Tubes.* **May, I. Le, Silveira, T.L. da and Vianna, C.H.** 1996, International Journal of Pressure Vessels and Piping, Vol. 66, pp. 233–241.
19. *A review of non-destructive techniques for the detection of creep damage in power plant steels.* **Sposito, G., et al.** London : NDT&E International, 2010, Vol. 43, pp. 555-567.

20. **ASM, Committee on Eddy Current Inspection.** s.l. : Metals Handbook, 1989. pp. 164-194. Vol. 17.
21. *Review of advances in quantitative eddy current nondestructive evaluation.* **Auld, B.A. and Moulder, J.C.** 1, s.l. : Journal of Nondestructive Evaluation, 1999, Vol. 18, pp. 3-36.
22. **Stegemann, D.** Fundamentos das técnicas de correntes parasitas. *Fundamentos do método de correntes parasitas.* Linnich : Scientific Series of the International Bureau, 1990, Vol. 1, 3, pp. 23-62.
23. **NDT.** NDT Resource Center - Introduction to Eddy Current Testing. 2012.
24. *An Introduction to Eddy Current Testing Theory and Technology.* **Buckley, J.M.** s.l. : Hocking NDT, 2011.
25. *Non-Destructive Techniques Based on Eddy Current Testing.* **García, J.M., Gómez, J.G. and Vázquez, E.S.** Valladolid : Sensors, 2011, Vol. 11, pp. 2525-2565.
26. *Study of magnetic sensors for pulsed eddy current techniques.* **Tian, G. Y. and Sophian, A.** 5, s.l. : Insight, 2005, Vol. 47.
27. **ONGG.** *Manual avanzado dei nspección por el método de corrientes de Foucault.* Ottawa : Oficina de normas generales de Canadá, 1982.
28. *Time Frequency Analysis of Pulsed Eddy Current Signals.* **Safizadeh, M.S., et al.** 2, s.l. : 73-86, 2001, Journal of Nondestructive Evaluation, Vol. 20.
29. **Ipohorski, M.** Técnicas de Microscopia electrónica. JICA CNEA. *Procesamiento de materiales por plasma.* Buenos Aires : s.n., 2004.
30. **Zegarra, M.G. and Montesinos, S.** *Aplicaciones de microscopia electrónica de barrido (SEM) y análisis de fractura de una aleación de Cu-10 Al.* Chile : s.n.
31. *Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer.* **Foner, Simon.** 7, s.l. : Review of Scientific Instruments, 1959, Vol. 30, pp. 548-557.
32. *Caracterização de revestimentos de níquel compósito por correntes parasitas.* **da Silva, L.L.** Rio de Janeiro : s.n., 2007.

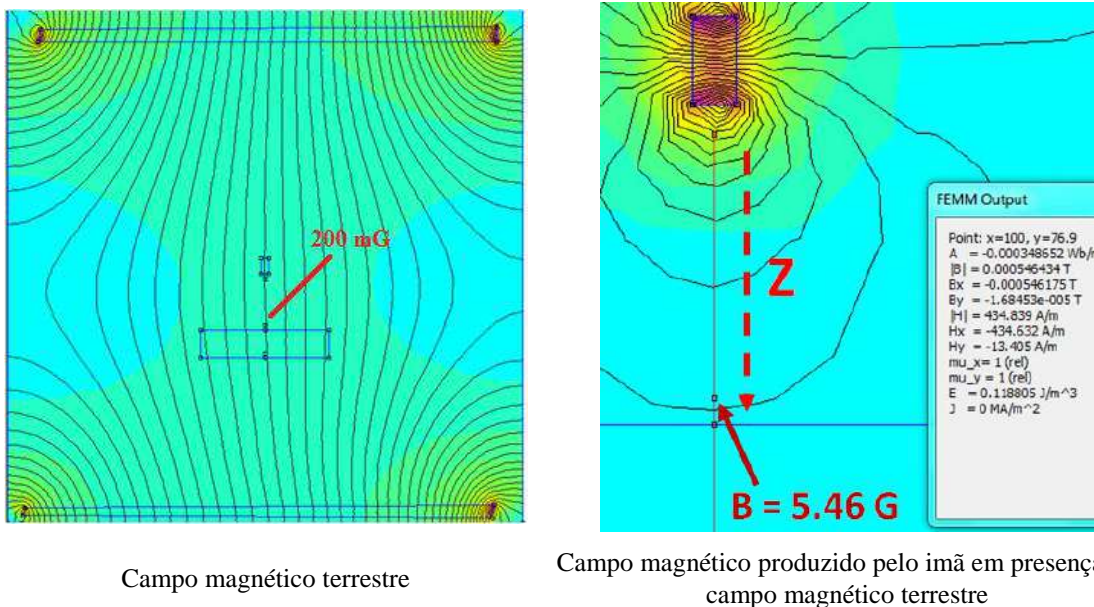
33. *Swept-frequency Eddy Current and Pulsed Eddy Current Simulations By The Finite Element Method*. **Wang, Sheng-Feng**. Tainan, Taiwan : s.n., 2003.
34. *An approach for the simulation of 2D pulsed eddy currents*. **Changqing, L.** 6, s.l. : NDT.net, 2006, Vol. 11.
35. *Correlação entre os sinais de correntes parasitas e o nível de dano em tubos de aço HK-40*. **Martins, M.V.M.** Rio de Janeiro : s.n., 2000.
36. *SEM, EDS, EPMA-WDS and EBSD characterization of carbides in HP type heat resistant alloys*. **Laigo, J., et al.** s.l. : ELSEVIER, 2008.
37. *Estudo da carburização de tubos de ligas de Fe-Cr-Ni aplicadas em fornos de pirólise*. **Biehl, L.V.** Porto Alegre : s.n., 2002.
38. *Microestrutura do aço HK-40 em tubulações para reforma a altas temperaturas*. **Freitas, R.M.V. e S.N., Monteiro.** 2000.
39. *Laboratory detection of degree of carburization in ethylene pyrolysis furnace tubing*. **Mucek, M.W.** 1983.
40. *Influência de surto de temperatura sobre o comportamento dos tubos de fornos de reforma fundidos por centrifugação em liga hp40 modificada ao nióbio*. **Queiroz, F.D.S.** Rio de Janeiro : s.n., 2012.
41. *Medidas de resistividade elétrica dc em sólidos: como efetuar-las corretamente*. **Giroto, E. e Santos, I.** 4, São Paulo : Química Nova, 2002, Vol. 25.
42. *Semiconductor Material and Device Characterization*. **Schroder, D. K.** New York : John Wiley & Sons, 1990, pp. 8-20.
43. **Clegg, A.G.** *Conductors and Superconductors*. G. Newnes. M.A. Laughton e D.F. Warne. *Electrical engineer's reference book*. 16. Oxford : Elsevier Science, 2013, p. 5/3.
44. *Demagnetizing Factors for Rectangular Prisms*. **Chen, D.-X., Pardo, E. e Sanchez, A.** 4, Barcelona : IEEE Transactions on Magnetics, 2005, Vol. 38, pp. 1742-1752.

45. *Niobium Additions in HP Heat-Resistant Cast Stainless Steels*. **Soares, G.D.A., et al.** New York : Elsevier, 1992, Materials Characterization, pp. 387-396.
46. *Effects of Si Content on the Microstructure of Modified-HP Austenitic Steels*. **Ibañez, R.A.P., et al.** New York : Materials Characterization, 1993, Vol. 30, pp. 243-249.
47. *Caracterização das Propriedades Mecânicas de Ferro Fundido Nodular por Análise Harmônica ds Sinais das Correntes Parasitas*. **Fetter, P.M.** Rio de Janeiro : s.n., 2002.
48. *Development of an Eddy Current Inspection Technique with Surface Magnetization to Evaluate the Carburization Thickness of Ethylene Pyrolysis Furnace Tubes*. **Hasegawa, K., Oikawa, T. and Kasai, N.** s.l. : Journal of Nondestructive Evaluation, 2012, Vol. 31, pp. 349-356.
49. **Young, H.D., Freedman, R.A. and Ford, A.L.** University Physics with Modern Physics. 13. s.l. : Addison-Wesley, 2011.
50. **Kittel, Charles.** Diamagnetism and paramagnetism. *Introduction to Solid State Physic.* s.l. : Wiley: New York, 1996.
51. *Corrosion by carbonaceous gases, carburization and metal dusting, and methods of prevention*. **Grabke, HJ.** 4, 2000, Material at High Temperatures, Vol. 17, pp. 483 – 487.
52. *Avaliação da carburização em aços HP por ensaio magnético não-destrutivo*. **Silva, I.C.** Tese de doutorado, Rio de Janeiro : s.n., 2006, pp. 38-39.
53. *The precipitation characteristics of 20%Cr, 25% Ni, Nb stabilised stainless steel*. **Powell, D.J., Pilkington, R. and Miller, D.A.,** 3, s.l. : Acta Metallurgica, 1988, Vol. 36, pp. 713-724.

ANEXO I

Desenvolvimento do sensor PMS

Para determinar a posição exata entre o ímã e o sensor, utilizou-se um modelo magnetostático no **Software FEMM**. Os resultados da simulação foram corroborados experimentalmente. A **Figura AI 1(a)** simula o campo magnético terrestre, de aproximadamente 200 mG^2 , que deve ter sido em conta na simulação, pois o sensor AMR o detecta. A **Figura AI 1(b)** mostra que o campo magnético gerado por um ímã a uma distância de 18.5 mm é de 5.46 G , no ar, e experimentalmente à mesma distância o campo é de 5.6 G , no ar.



Campo magnético terrestre

Campo magnético produzido pelo ímã em presença do campo magnético terrestre

Figura AI 1. Metodologia utilizada para a calibração da densidade do campo magnético gerado pelo sensor no ar.

Como foi mencionado no **item 4.8.1** o sensor AMR consegue medir o campo magnético nos três eixos do plano cartesiano até $\pm 8.1 \text{ G}$. Este critério foi importante para determinar que a posição entre o ímã e o sensor deve estar num ponto tal em que o ímã

² O campo magnético terrestre no Rio de Janeiro é de 233 mG , <http://www.wolframalpha.com/input/?i=magnetic+field>

não sature o sensor (primeira condição de contorno), e que não haja uma perda significativa de sensibilidade (segunda condição de contorno), isto é, deve-se encontrar um valor que: (a) em presença de material mais ferromagnético o sensor não sature, e que (b) o valor de campo magnético não seja tão baixo, pois perde-se sensibilidade para diferenciar as características magnéticas entre um e outro material.

Segundo a simulação, a distância mínima entre o ímã e o sensor deve ser de 15mm, pois o B deve estar abaixo de 8G, conforme observado na **Figura AI 2**.

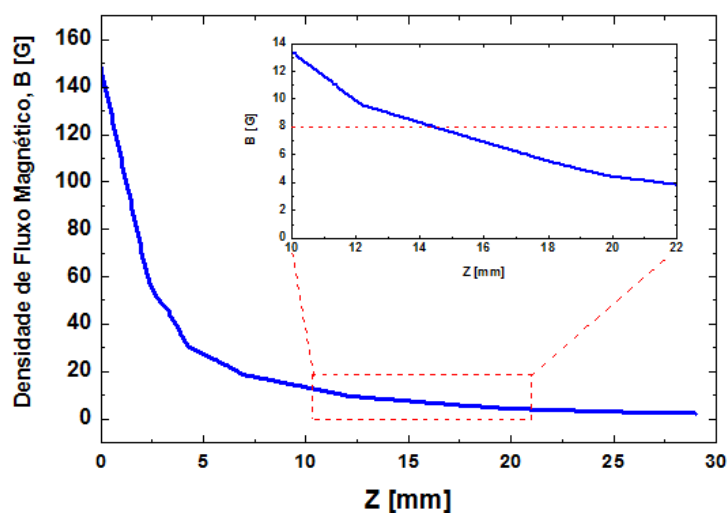


Figura AI 2. Densidade de fluxo magnético gerado pelo ímã em função da distância no ar.

Finalmente, inseriu-se o material com as propriedades magnéticas correspondentes à amostra *as-cast*: condutividade elétrica $\sigma = 7.41 \times 10^5 \text{S/m}$, e utilizou-se a curva BH da livreria do software. Na **Figura AI 3** pode-se observar que, em presença do material, a densidade de fluxo do campo magnético diminui em relação à curva sem material. Além disso, existe uma região onde o contraste é maior, e para determiná-lo a curva *sem material* é subtraída da curva *com material*, conforme mostrado na **Figura AI 4**. Assim, pode-se determinar que a distância de maior contraste entre o ímã e o sensor é de 19.5mm, pois nela o sensor não é saturado e tem-se boa sensibilidade para caracterizar o material.

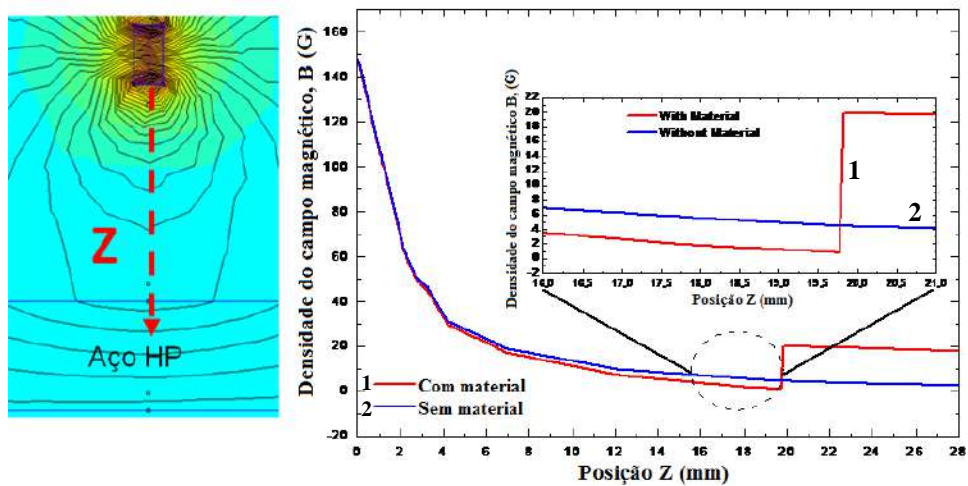


Figura AI 3. Campo magnético em função da distância em presença do material.

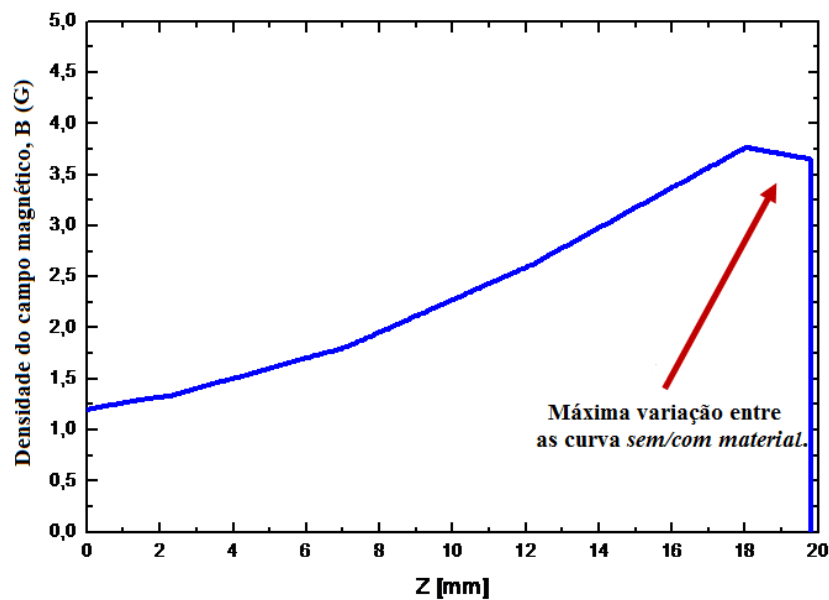


Figura AI 4. Curva de contraste.

Uma vez determinada a distância entre o ímã e o sensor, foram feitas as conexões entre o sensor HMC5883L, o microcontrolador (MC) e o computador. A **Figura AI 5** apresenta o diagrama de comunicação entre os componentes do sensor.

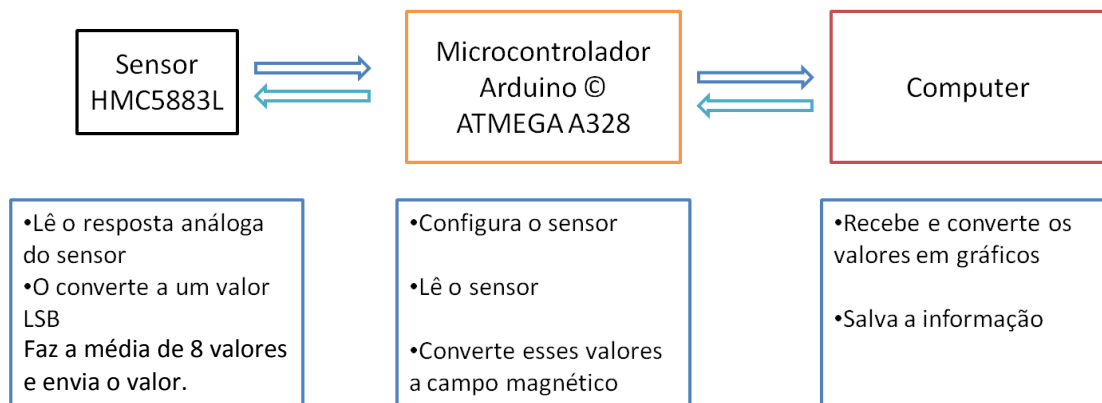


Figura AI 5. Diagrama de comunicação entre os componentes do sensor.

O MC atua como uma ponte de comunicação entre o sensor e o computador, pois ele é o encarregado de ler os valores enviados pelo sensor e convertê-los ao campo magnético. Isto feito, o MC envia esses valores ao computador. Por meio do LABVIEW, esses dados são plotados automaticamente e salvos manualmente. A plataforma de visualização dos dados é apresentada na Figura AI 6.

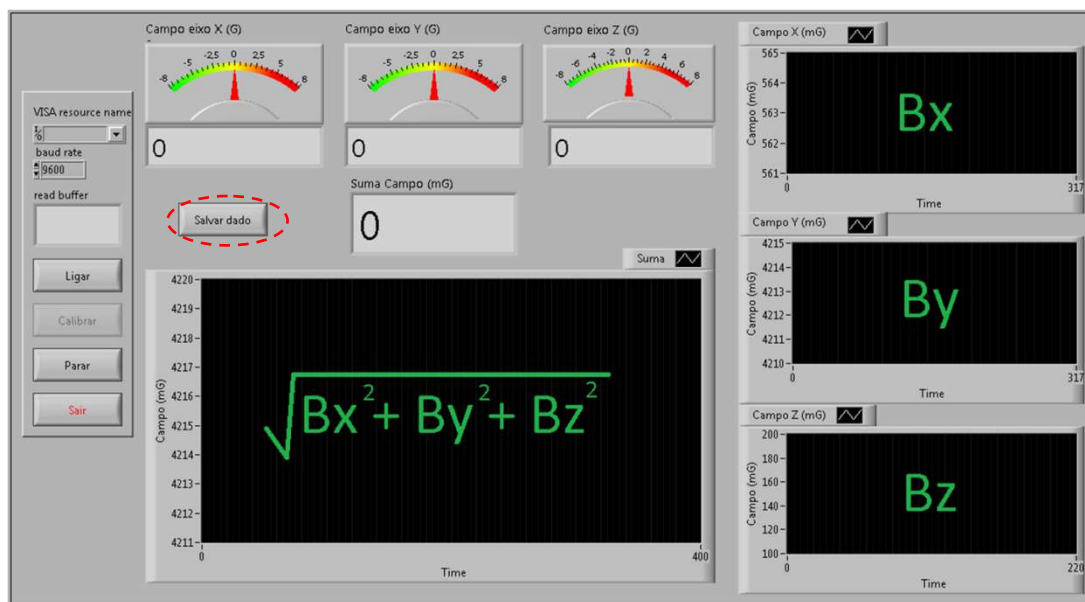


Figura AI 6. Interface de visualização dos dados.