

CARACTERIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803 PELA TÉCNICA NÃO DESTRUTIVA DE CORRENTES PARASITAS PULSADAS

Jessica Pisano Loureiro

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro.

Orientador: João Marcos Alcoforado Rebello

Rio de Janeiro

Dezembro de 2010

CARACTERIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S 31803 PELA
TÉCNICA NÃO DESTRUTIVA DE CORRENTES PARASITAS PULSADA

Jessica Pisano Loureiro

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE
ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO
RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO
GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO.

Examinada por:

Prof. João Marcos Alcoforado Rebello, Dr.

Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr. Ing.

Prof. Renata Antoun Simão, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

DEZEMBRO DE 2010

Loureiro, Jessica Pisano

Caracterização do aço inoxidável duplex UNS S31803 pela técnica não destrutiva de correntes parasitas pulsadas / Jessica Pisano Loureiro. – Rio de Janeiro: UFRJ / Escola Politécnica, 2010.

XIII, 102 p.: Il.; 29,7 cm.

Orientador: João Marcos Alcoforado Rebello

Projeto de Graduação – UFRJ / Escola Politécnica / Engenharia Metalúrgica, 2010.

Referências Bibliográficas: p. 97-102.

1. Correntes parasitas pulsadas 2. Aços inoxidáveis duplex 3. Análise metalográfica 4. Difração de raios-x.

I. Rebello, João Marcos Alcoforado. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ, Engenharia Metalúrgica. III. Caracterização do aço inoxidável duplex UNS S31803 pela técnica não destrutiva de correntes parasitas pulsadas.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica / UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico.

CARACTERIZAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS31803 PELA TÉCNICA NÃO DESTRUTIVA DE CORRENTES PARASITAS PULSADAS

Jessica Pisano Loureiro

Dezembro / 2010

Orientador: João Marcos Alcoforado Rebello

Curso: Engenharia Metalúrgica

Aços inoxidáveis duplex são materiais com microestrutura bifásica formada por ferrita e austenita. Eles possuem boas propriedades mecânicas e resistência à corrosão, sendo conseguidas as melhores propriedades quando essas fases estão em proporções aproximadamente iguais. Quando expostos em altas temperaturas (300°C a 1000°C), pode ocorrer uma mudança no balanço ferrita /austenita e esses aços precipitam fases secundárias que prejudicam algumas propriedades do material. Um exemplo de fase deletéria é a fase sigma, que requer maior atenção. Por possuir duas fases com propriedades magnéticas distintas, a utilização de ensaios magnéticos é adequada para examinar a estrutura desses aços. O ensaio não destrutivo utilizado neste trabalho é a técnica de correntes parasitas pulsadas. Esta técnica vem sendo estudada recentemente, principalmente na caracterização de materiais. Este trabalho tem como objetivo caracterizar aços inoxidáveis duplex com diferentes percentuais de fase sigma através da técnica de correntes parasitas pulsadas, correlacionando-os aos parâmetros da técnica como amplitude do sinal e tempo que o sinal atinge o máximo.

Palavras-chave: Correntes parasitas pulsadas, aços inoxidáveis duplex, análise metalográfica, difração de raios-x.

Dedico a minha família, que com muito amor e apoio, não mediram esforços para que eu chegasse até esta etapa de minha vida.

Agradecimentos

Agradeço a Deus por estar sempre me iluminando;

Aos meus pais Alexandre e Rosana e ao meu irmão Rafael, pelo amor e apoio incondicional;

Ao Eduardo, uma pessoa especial em minha vida;

Aos professores João Marcos Alcoforado Rebello e João da Cruz Payão Filho, pelas orientações e apoio;

A todos os professores do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, que contribuíram para a minha formação;

Ao engenheiro Rodrigo Sacramento da Silva, pela paciência e dedicação que teve comigo;

Aos amigos do Laboratório de Ensaios Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem (LNDC), em especial a doutora Maria Cristina Lopez Areiza, pelos incentivos e apoio constante;

Aos meus amigos de faculdade, por tudo que passamos juntos;

As fiéis amigas do tempo de escola que sempre entenderam a minha ausência;

E a todas as pessoas que de uma maneira ou de outra contribuíram para o andamento deste trabalho.

Sumário

Agradecimentos	vii
Lista de Figuras	xi
Lista de Tabelas	xiv
1. Introdução	15
2. Aços Inoxidáveis	18
2.1. Aços Inoxidáveis Austeníticos	18
2.2. Aços Inoxidáveis Ferríticos	19
2.3. Aços Inoxidáveis Martensíticos	19
2.4. Aços Inoxidáveis Endurecidos por Precipitação	19
2.5. Aços Inoxidáveis Duplex	20
2.5.1. Histórico	20
2.5.2. Características do aço inoxidável duplex	21
2.5.3. Microestrutura	25
2.5.4. Tratamentos térmicos	27
2.5.5. Precipitação de fases intermetálicas	29
2.5.5.1. Alfa primário (α') e fase-G	32
2.5.5.2. Austenita secundária (γ_2)	32
2.5.5.3. Chi (χ)	33
2.5.5.4. R e τ	34
2.5.5.5. Nitretos (Cr_2N e CrN)	35
2.5.5.6. Carbetos (M_{23}C_6 e M_7C_3)	36
2.5.5.7. Epsilon (ϵ)	36
2.5.5.8. Sigma (σ)	37
2.5.6. Propriedades magnéticas	40
2.5.7. Aplicações	41

3. Correntes Parasitas	43
3.1. Histórico	43
3.2. Princípio básico da técnica	43
3.4. Fatores que afetam as correntes parasitas.....	46
3.4.1. Condutividade elétrica	47
3.4.2. Permeabilidade	47
3.4.3. Frequência.....	47
3.4.4. Geometria e forma do material ensaiado.....	47
3.4.5. Proximidade entre a bobina e o material ensaiado.....	48
3.3. Vantagens e limitações do ensaio	48
3.5. Plano de impedância	49
3.6. Tipos de sondas utilizadas.....	50
3.6.1. Sondas Absolutas	50
3.6.2. Sondas Diferenciais	51
3.6.3. Sondas de Reflexão	51
3.7. Aplicações.....	51
3.8. Correntes Parasitas Pulsadas (PEC).....	53
3.9. Outras considerações	57
4. Técnicas de Caracterização	64
4.1. Microscopia Ótica (MO)	64
4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	65
4.3. Difração de Raios-x (DRX).....	70
4.3.1. Geração de Raios-X	71
4.3.2. A Lei de Bragg.....	71
5. Materiais e Métodos	74
5.1. Corpos de Prova	74
5.2. Tratamentos Térmicos	74

5.3. Metalografia	75
5.4. Microscopia Óptica (MO)	76
5.5. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	76
5.6. EDS (Energy Dispersive X-Ray Detector)	76
5.7. Contagem das fases.....	76
5.8. Correntes Parasitas Pulsada	77
5.9. Difração de Raios-x.....	79
6. Resultados e Discussão	81
6.1. Análise Metalográfica.....	81
6.2. Contagem de fases	84
6.3. EDS.....	85
6.4. Correntes parasitas pulsadas (PEC).....	89
6.5. Difração de Raios-x.....	92
7. Conclusões.....	95
8. Referências Bibliográficas	97

Lista de Figuras

Fig. 1. Resistência ao impacto dos aços inoxidáveis duplex e 316L. (17).....	23
Fig. 2. Microestrutura típica na condição comercial do aço duplex (11)	26
Fig. 3. Diagrama binário de fases com teor de fase ferrita constante na faixa de 10 a 90%. (21)	27
Fig. 4. Microestrutura típica do aço inoxidável duplex após um trabalho a quente. (17)	28
Fig. 5. Microestrutura típica após um tratamento térmico a 1300°C. A fase escura representa a fase ferrita enquanto que as ilhas claras representam a fase austenita. (15).....	29
Fig. 6. Diagrama esquemático que mostra as possíveis fases precipitadas no aço inoxidável duplex. (21)	30
Fig. 7. Diagrama de fase pseudo-binário Fe-Cr-Ni para uma seção de 70% de Fe. (28)	31
Fig. 8. Diagrama temperatura-tempo-precipitação para o aço UNS S31803. (18)	31
Fig. 9. Microestrutura de um aço duplex contendo precipitação fina de fase intermetálica austenita secundária na matriz ferrítica e ilhas de austenita. (15).....	33
Fig. 10. Micrografia de microscópio eletrônico de varredura (MEV) das fases: (a) chi e (b) sigma. (16).....	34
Fig. 11. Micrografia de MET mostrando as diferentes morfologias dos nitretos precipitados. (22)	35
Fig. 12. Micrografia feita por MET do aço duplex com precipitados de carbeto na interface ferrita/austenita. (28).....	36
Fig. 13. Desenho esquemático da nucleação da fase sigma na interface ferrita/austenita. (31)37	
Fig. 14. Morfologia da fase sigma em diferentes tratamentos térmicos: (a) 950°C, (b) 850°C, (c) 750°C. (28).....	38
Fig. 15. Microestrutura típica da formação da fase sigma na fase ferrita. (31).....	39
Fig. 16. Evolução da dureza em corpos de prova tratados termicamente. (28).....	39
Fig. 17. Variação da tenacidade com o percentual de fase sigma. (32).....	40
Fig. 18. Exemplos da utilização de aços inoxidáveis duplex: (a) Encaixes de tubulações usados na indústria offshore (36); (b) tubulações. (37)	42
Fig. 19. Desenho esquemático do princípio básico do ensaio de correntes parasitas. (41)	44
Fig. 20. Profundidade de penetração. (38)	45
Fig. 21. Profundidade de penetração padrão de acordo com a frequência de inspeção para diversos materiais. (44).....	46

Fig. 22. Efeito da espessura do material no ensaio de correntes parasitas. (41)	48
Fig. 23. Representação gráfica do plano de impedância. (41)	50
Fig. 24. Exemplos de aplicações da técnica de correntes parasitas na indústria petroquímica: (a) Ensaio em tubos trocadores de calor para detecção de pites, trincas e perda de espessura, (b) Ensaio com tubos de diâmetros extremamente finos utilizando sondas rotativas, (c) Ensaio em turbinas pois pode-se detectar trincas muito pequenas. (47).....	52
Fig. 25. Pulso excitador de onda quadrada e a corrente que passa pela bobina. (40)	54
Fig. 26. Características de um sinal típico de PEC. (51).....	54
Fig. 27. Variação da amplitude do sinal a medida que aumenta a profundidade do defeito. (40)	55
Fig. 28. Sensor magnetoresistivo. (55)	56
Fig. 29. Resultado do ensaio de correntes parasitas para uma frequência de 100kHz. (27).....	57
Fig. 30. Reprodução das telas do programa EDAquis quando feita a varredura do estojo no lado da rosca com entalhe de: (a) 3,0 mm de profundidade e (b) 1,0 mm de profundidade. Detalhe para a detecção de uma imperfeição de usinagem na imagem (a). (57).....	58
Fig. 31. Plano de impedância e componentes verticais e horizontais para dois tipos de defeitos: (a) entalhe axial e (b) furo. (58)	58
Fig. 32. Planos de impedância para corpos de prova de aço AISI 347 com diferentes percentuais de fase martensita ensaiados em diversas frequências. (59)	59
Fig. 33. Sinais obtidos do tubo de referência. (61)	60
Fig. 34. Tela do equipamento de correntes parasitas mostrando os defeitos encontrados no corpo de prova. (62).....	61
Fig. 35. Sinal transiente com os sinais dos defeitos. (48).....	62
Fig. 36. Sinais de PEC para perda de espessura em corpos de prova de alumínio. (65)	62
Fig. 37 . Relação entre a amplitude do sinal com a detecção de defeitos em subcamadas. (67)	63
Fig. 38. Relação entre a amplitude do sinal com a espessura da camada cementada em corpos de prova de aço. (67)	63
Fig. 39. Desenho esquemático do microscópio óptico.	64
Fig. 40. Desenho esquemático do microscópio eletrônico de varredura (MEV). (70).....	66
Fig. 41. Desenho esquemático da interação dos feixes de elétrons com a região de incidência da amostra. (70)	67
Fig. 42. Desenho esquemático do funcionamento do detector de raios-X usado para espectroscopia por dispersão de energia (EDS). (69)	68

Fig. 43. Espectro de EDS para determinação da fase sigma. (10)	69
Fig. 44. Espectro de EDS para as fases contidas no aço duplex: (a) σ , (b) χ , (c) γ , (d) δ e a composição química de cada fase. (19)	70
Fig. 45. Geometria da dedução da lei de Bragg. (72)	72
Fig. 46. Desenho esquemático da sonda utilizada.	77
Fig. 47. Dimensões da sonda utilizada.	78
Fig. 48. (a) Fotografia da sonda utilizada no ensaio, (b) Detalhe do sensor GMR acoplado a bobina.	78
Fig. 49. Equipamentos utilizados no ensaio de correntes parasitas.	79
Fig. 50. Equipamento de difração de raios-x utilizado.	80
Fig. 51. Microestrutura do CP 1 com o tratamento térmico de solubilização.	81
Fig. 52. Microestrutura do CP 3 com o tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 800°C por 30 min.	82
Fig. 53. Microestrutura do CP 5 com o tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 800°C por 1h.	83
Fig. 54. Microestruturas do CP 7 com o tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 750°C por 2h.	84
Fig. 55. Análise por EDS: (a) Imagem de MEV com os pontos onde ocorreu a análise por EDS do CP 3; (b) Espectros de EDS para os respectivos pontos.	86
Fig. 56. Análise por EDS: (a) Imagem de MEV com os pontos onde ocorreu a análise por EDS do CP 5; (b) Espectros de EDS para os respectivos pontos.	87
Fig. 57. Análise por EDS: (a) Imagem de MEV com os pontos onde ocorreu a análise por EDS do CP 7; (b) Espectros de EDS para os respectivos pontos.	89
Fig. 58. Sinal obtido pelo ensaio de PEC para os corpos de prova com diferentes percentuais de fase sigma.	90
Fig. 59. Correlação entre a amplitude do sinal e a percentagem de fase sigma (a) considerando o CP 1 e (b) não considerando o CP 1.	91
Fig. 60. Correlação entre o tempo que o sinal atinge o máximo e a percentagem de fase sigma (a) considerando o CP 1 e (b) não considerando o CP 1.	91
Fig. 61. Difractograma do CP 1.	92
Fig. 62. Difractograma do CP 3.	93
Fig. 63. Difractograma do CP 5.	93
Fig. 64. Difractograma do CP 7.	94

Lista de Tabelas

Tabela 1. Composição química dos principais aços inoxidáveis. (4; 17)	21
Tabela 2. Propriedades mecânicas do aço duplex UNS S31803. (17)	23
Tabela 3. Resultado dos testes de impacto de Charpy em corpos de prova tratados a mesma temperatura por tempos diferentes. (18).....	24
Tabela 4. Vantagens da utilização dos sensores GMR em relação aos sensores Hall e AMR. (56)	56
Tabela 5. Composição química do aço usado no trabalho.....	74
Tabela 6. Corpos de prova com seus respectivos tratamentos térmicos.	75
Tabela 7. Valores de fração volumétrica das fases ferrita, austenita e sigma.....	84

1. Introdução

Atualmente, nas indústrias químicas, petroquímicas, nuclear e de óleo e gás, os aços inoxidáveis duplex são amplamente utilizados. Na maioria dos casos, a utilização desses aços duplex é devido à excelente combinação de alta resistência a corrosão e alta resistência mecânica aliada a uma boa tenacidade.

Os aços duplex são assim chamados por possuírem uma microestrutura formada por duas fases distintas: ferrita e austenita, que quando estão em quantidades aproximadamente iguais (obtidas através do tratamento de solubilização) apresentam melhores propriedades.

Quando utilizados em processos que requerem altas temperaturas, como em ciclos térmicos de soldagem, entre 300°C e 1000°C, estes aços podem precipitar fases intermetálicas que prejudicam as propriedades do mesmo. Uma fase bastante prejudicial que pode ser formada é a fase sigma, que é uma fase dura, frágil e rica em cromo, causando um empobrecimento da matriz em relação a este elemento.

Por possuir duas fases com propriedades magnéticas distintas, a utilização de ensaios magnéticos é adequada para examinar a estrutura desses aços. O material em seu estado solubilizado apresenta características ferromagnéticas, a mesma apresentada pela fase ferrítica, enquanto que a fase austenítica apresenta um comportamento paramagnético. O aumento do percentual de fase sigma acarreta uma diminuição do comportamento ferromagnético do aço duplex, devido a diminuição do percentual de ferrita na microestrutura do material.

O ensaio de correntes parasitas apresenta uma ampla faixa de aplicações na classe de ensaios eletromagnéticos. Este ensaio consiste na geração de correntes parasitas por meio de bobinas quando são excitadas por correntes elétricas variáveis. Através do monitoramento da impedância da bobina pode-se avaliar propriedades elétricas e magnéticas dos materiais e também sua integridade.

A técnica de correntes parasitas é uma ferramenta não destrutiva que possui uma variedade de inspeções e medidas que podem ser executadas. Em circunstâncias apropriadas, a técnica pode ser utilizada para detecção de falhas, medidas de espessura de materiais, medidas de espessura de revestimentos, medidas de condutividade para identificação de

materiais, detecção de danos térmicos e monitoramento de tratamentos térmicos. Além de caracterizar mudanças do tamanho de grão, tipos de microestruturas, mudanças microestruturais e mudanças de dureza após algum tratamento.

Vários ensaios destrutivos foram discutidos na literatura, mas poucos ensaios não destrutivos foram utilizados. Ensaios metalográficos e difração de raios-x nos dão medidas diretas de fase sigma, entretanto precisam de tempo para o processamento e acabamento superficial.

O ensaio não destrutivo que é utilizado neste trabalho para observar a mudança na microestrutura e caracterizar esse tipo de aço é a técnica de correntes parasitas pulsadas, do inglês “pulsed eddy current”, também conhecida como PEC. Esta técnica é nova e vem sendo estudada recentemente, principalmente na caracterização de materiais, tendo maior utilização na detecção e dimensionamento de defeitos.

O objetivo deste trabalho é analisar a técnica de PEC na caracterização do aço duplex de modo confiável, de fácil aquisição e análise de dados.

Este trabalho está organizado da seguinte maneira:

O capítulo 2 apresenta uma breve introdução sobre os aços inoxidáveis, dando maior ênfase aos aços inoxidáveis duplex. É apresentado um histórico, como surgiu e como foi utilizado pela primeira vez na indústria. Suas características, microestrutura, os tratamentos térmicos feitos e as precipitações de fases também são descritos. Por fim, são mostradas suas aplicações na indústria química, petroquímica e nuclear.

O capítulo 3 trata da técnica não destrutiva de correntes parasitas. Um breve histórico e seu princípio básico são mostrados. Também são descritas as vantagens e limitações desta técnica, além dos fatores que influenciam a mesma. Foi feita uma breve descrição sobre o plano de impedância e as sonda utilizadas. A técnica de correntes parasitas pulsadas foi descrita detalhadamente. Por fim, as aplicações desta técnica não destrutiva.

O capítulo 4 é composto por uma descrição dos principais métodos utilizados no processo de caracterização de materiais, como a observação em microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura. A utilização da ferramenta de detecção de fases presentes, como o EDS, também é apresentada. Por fim, é feita uma descrição da técnica de difração de raios-x.

No capítulo 5 é feita uma descrição dos materiais e os métodos utilizados para a realização deste projeto: como foram feitos os tratamentos térmicos nos corpos de prova, a metalografia, a contagem de fases, o ensaio de correntes parasitas pulsada e o ensaio de difração de raios-x.

No capítulo 6 são mostrados os resultados obtidos e são feitas as discussões. Primeiramente são feitas as análises dos resultados de microscopia eletrônica, a contagem de fases, os resultados de correntes parasitas pulsada e, em seguida, os resultados de difração de raios-x.

Por fim, no capítulo 7 são apresentadas as conclusões do trabalho.

2. Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são baseados no sistema ferro-cromo, ferro-cromo-carbono e ferro-cromo-níquel, mas podem conter adições de outros elementos de liga tais como molibdênio, manganês, silício, cobre, titânio, nióbio, vanádio e nitrogênio, que alteram suas microestruturas e propriedades. Eles são classificados de acordo com a sua microestrutura. São eles: aços austeníticos, aços ferríticos, aços martensíticos, aços duplex e aços endurecidos por precipitação (precipitation-hardenable, PH). Os tipos mais comuns de aços inoxidáveis como austeníticos, ferríticos e martensíticos foram descobertos na primeira década do século 20.

Com a descoberta dos aços inoxidáveis, a indústria química e as aplicações em altas temperaturas tiveram uma nova classe de materiais disponíveis, mais adequada a suas instalações. Os números de produção mostram claramente o impacto causado por esses materiais. Em 1934, aproximadamente 56.000 toneladas de aço eram produzidas, enquanto que em 1953, mais de 1 milhão de toneladas era produzida (1).

2.1. Aços Inoxidáveis Austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos têm estrutura cúbica de face centrada. Esta estrutura é obtida através de elementos de austenitização como níquel, manganês e nitrogênio. São chamados de austeníticos por apresentar esta fase estável em temperaturas até mesmo inferiores à ambiente (2). Esses aços são essencialmente não-magnéticos. O teor de cromo geralmente varia de 16% a 26%, o teor de níquel até 35% e manganês até 15%. Molibdênio, cobre, silício, alumínio, titânio e nióbio podem ser adicionados para melhorar certas características como resistência a corrosão por pites ou resistência a oxidação. Enxofre ou selênio podem ser adicionados para melhorar a usinabilidade da liga (3).

Aços inoxidáveis austeníticos possuem boa soldabilidade e tenacidade em baixas temperaturas, enquanto que sua resistência mecânica e resistência à corrosão sob tensão são baixas (4). Apresentam boa ductilidade, mas, no entanto, apresentam alto custo principalmente devido ao níquel adicionado (5). Essas propriedades tornam o aço inoxidável austenítico muito utilizado nas indústrias químicas e petroquímicas.

2.2. Aços Inoxidáveis Ferríticos

Esses aços são ligas contendo essencialmente elementos de liga estabilizadores de ferrita como cromo e possui estrutura cúbica de corpo centrado. O teor de cromo é na faixa de 10,5% a 30%. Alguns graus podem conter molibdênio, silício, alumínio, titânio e nióbio para lhe conferir características particulares. Enxofre ou selênio podem ser adicionados no caso do aço ferrítico para melhorar sua usinabilidade.

Ligas ferríticas são ferromagnéticas. Elas podem ter boa ductilidade e formabilidade, já a tenacidade pode ser limitada em baixas temperaturas, devido ao aumento no teor de cromo. A fragilização dos aços inoxidáveis ferríticos pode ter diversas causas, mas, sem dúvida, o carbono e o nitrogênio desempenham um papel muito importante na maioria dos casos (3). Esses aços possuem normalmente baixo custo e são imunes à corrosão sob tensão (5).

2.3. Aços Inoxidáveis Martensíticos

Esses aços são essencialmente ligas de cromo e carbono que possuem uma estrutura distorcida cúbica de corpo centrado. São ferromagnéticos, endurecíveis por tratamentos térmicos e geralmente são resistentes a corrosão. O teor de cromo é geralmente na faixa de 10,5% a 18% e o teor de carbono pode exceder 1,2%. Essas quantidades são balanceadas para garantir uma estrutura martensítica após o endurecimento. O excesso de carbonetos pode estar presentes para aumentar a resistência ao desgaste ou para manter arestas cortantes, como no caso das lâminas de faca. Elementos como nióbio, silício, tungstênio e vanádio podem ser adicionados para modificar a resposta da têmpera após o endurecimento. Pequenas quantidades de níquel podem ser adicionadas para melhorar a resistência a corrosão e a tenacidade. Enxofre ou selênio podem ser adicionados para melhorar a usinabilidade (3).

2.4. Aços Inoxidáveis Endurecidos por Precipitação

São ligas de cromo-níquel que contem elementos endurecíveis por precipitação, como cobre, alumínio ou titânio. Esses aços podem ser austeníticos, semi-austeníticos ou

martensíticos na condição recozida. Os aços austeníticos podem ser frequentemente transformados em martensíticos através de tratamentos térmicos (3).

2.5. Aços Inoxidáveis Duplex

2.5.1. Histórico

A primeira referência sobre o aço inoxidável duplex surgiu em 1927, quando Bain e Griffith relataram seus resultados em um sistema Fe-Cr-Ni e mencionaram a existência de um campo compreendendo duas fases: austenita e ferrita.

Anos mais tarde, as primeiras toneladas de aço duplex foram produzidas e estudadas. Em 1930, a empresa suíça Avesta Jernverk desenvolveu duas ligas de aço duplex: a 453E (com composição de 25% de Cr e 5% de Ni) e a 453S (com composição de 27% de Cr, 5% de Ni e 1,5% de Mo). Os resultados de resistência a corrosão intergranular em testes com águas salinas se mostraram excelentes, e incluíram esses aços na lista de produção da empresa.

Em 1947, uma nova liga duplex, UR50 (contendo 21% de Cr, 7% de Ni, 2,5% de Mo, 1,5% de Cu e 0,07% de N) se tornou padrão nos navios franceses. Nesta época, o controle de oxigênio, enxofre e carbono não era satisfatório e frequentemente os produtos feitos com a liga UR50 apresentavam trincas e eram frágeis (4; 6).

O tipo de aço inoxidável duplex mais frequentemente usado, segundo (3; 6), na década de 1960 foi o AISI 329. Nesta época, adições de nitrogênio ainda não eram intencionalmente acrescentadas e este tipo de aço era predominantemente ferrítico. Somente com a introdução dos processos de VOD (Vacuum Oxygen Decarburisation) e AOD (Argon Oxygen Decarburisation) foi possível produzir aços duplex com baixo teor de enxofre, oxigênio e outros elementos com propriedades controladas (1; 6; 4). Um dos primeiros aços a ser produzido usando estes processos foi o AVESTA 3RE 60. Ele foi introduzido no mercado por volta de 1972 e tinha cerca de 40% em volume de austenita (3).

Algum tempo depois foi desenvolvido o aço DIN W. Nr. 1.4462, padronizado na Alemanha. Ele possuía alta resistência a corrosão e sua composição é frequentemente empregada hoje em dia.

2.5.2. Características do aço inoxidável duplex

Aços inoxidáveis duplex são assim chamados por possuírem uma microestrutura formada por duas fases (ferrita e austenita) e apresentarem estas fases em quantidades aproximadamente iguais, (6; 7; 8; 9; 10; 11; 12) apresentando boas propriedades mecânicas como elevada resistência mecânica, boa ductilidade, boa tenacidade e boa soldabilidade (13). Esses aços possuem a habilidade de se apassivar e permanecer no estado passivo em diversos meios em que são expostos.

Os aços duplex apresentam alto percentual de elementos de liga, como cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio, que devem ser balanceados de forma apropriada a fim de possuírem frações volumétricas similares de todas as fases e conceder a ferrita e austenita resistência a corrosão e resistência mecânica (1; 4; 7; 8; 14; 15; 16).

Alguns autores (4; 17) montaram a Tabela 1 mostrando a composição química dos principais tipos de aços inoxidáveis.

Tabela 1. Composição química dos principais aços inoxidáveis (4; 17).

UNS	C (%)	Si (%)	Mn (%)	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	N (%)
S 32304	0,03	0,50	1,00	23	4,50	-	0,10
S 31803	0,03	1,00	2,00	22	5,50	3,20	0,18
S 32750	0,03	0,80	1,20	25	7,00	4,00	0,30

Com relação à composição química, os autores (17) separaram os aços inoxidáveis duplex em três grupos:

- a) Aços inoxidáveis duplex de baixa liga: devido ao menor teor de elementos de liga e não possuem molibdênio na composição química. Exemplo: UNS S32304.
- b) Aços inoxidáveis duplex de média liga: se enquadram os duplex mais utilizados, pois apresenta resistência a corrosão intermediária. Exemplo: UNS S31803.

- c) Aços inoxidáveis de alta liga: são designados por superduplex, pois apresentam elevada resistência a corrosão comparável aos superausteníticos que possui entre 5 e 6% de molibdênio. Exemplo: UNS S32750.

Segundo HUANG e SHIH (10), é considerado que qualquer uma das fases, tanto ferrita quanto austenita, que estiver em menor proporção não tenha percentual menor que 30%.

A elasticidade desses aços é superior a duas vezes a elasticidade em aços de única fase, como aços ferríticos ou austeníticos. Eles possuem também alta tenacidade e ductilidade se comparados com aços ferríticos e martensíticos, e alta resistência a corrosão sob tensão e corrosão intergranular, se comparados a aços austeníticos (1; 4; 13; 18). Possuem também limite de escoamento duas vezes maior que para o aço inoxidável austenítico (4; 17). Eles possuem também a vantagem de ter menos teor de níquel, dando ao aço duplex resistência à corrosão similar a dos aços inoxidáveis austeníticos. A combinação de alta resistência e baixo teor de níquel torna o aço duplex uma alternativa bastante atraente em contraste com os tipos austeníticos, especialmente quando o custo do níquel for alto (4).

A extraordinária resistência à corrosão (e outras propriedades) do aço inoxidável duplex pode ser maior do que o requerido em algumas aplicações. Em certas aplicações, como em corrosão sob tensão, o aço duplex pode ser uma solução aceitável, mas pode não ser uma solução econômica de substituição dos aços inoxidáveis austeníticos do tipo 304, 316 ou 317. O maior custo do aço duplex se deve primeiramente a quantidade de elementos de liga como níquel e molibdênio (4).

Os aços inoxidáveis duplex apresentam alta resistência ao impacto na temperatura ambiente. Resultados de ensaios de impacto demonstram que os aços duplex apresentam boa tenacidade. Porém esta tenacidade está limitada a fração volumétrica e a distribuição de ferrita. A Fig. 1 mostra os resultados obtidos por SENATORE et al. (17) no ensaio de impacto (Charpy) para aços inoxidáveis duplex em comparação a liga inoxidável austenítica 316L. Observa-se que a temperatura de transição dúctil-frágil para os aços duplex está em torno de -50°C enquanto que a liga 316L não apresenta este fenômeno, pois esta transição é típica da fase ferrítica.

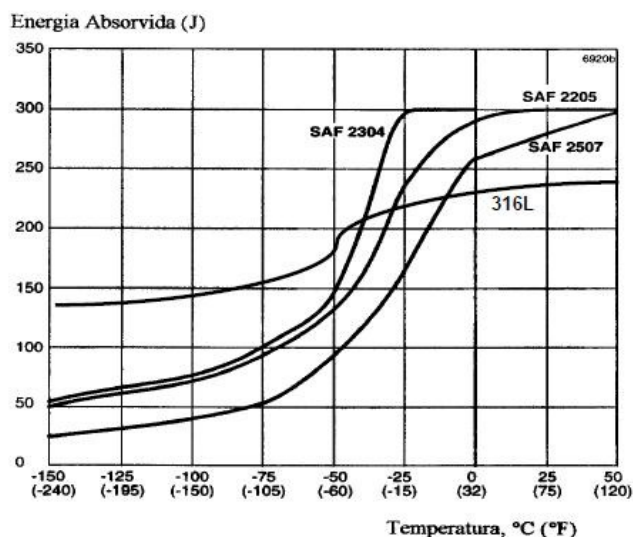


Fig. 1. Resistência ao impacto dos aços inoxidáveis duplex e 316L (17).

Também segundo os autores (17), algumas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex UNS S31803 estão mostradas na Tabela 2.

Tabela 2. Propriedades mecânicas do aço duplex UNS S31803 (17).

AISI / UNS	Resistência ao escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento mínimo (%)	Dureza Vickers	Microestrutura
304L	210	515-680	45	155	Austenita
316L	220	515-690	40	160	Austenita
S 32304	400	600-820	25	230	Duplex
S 31803	450	680-880	25	260	Duplex
S 32750	550	800-1000	25	290	Duplex

Já os autores (18), mostraram o resultado de testes de impacto de Charpy, em corpos de prova de aço duplex com tratamentos térmicos a 850°C em diferentes tempos: 6 min., 40 min. e 600 min. Pode-se perceber que a energia absorvida durante o impacto diminui consideravelmente com o tempo de envelhecimento, como pode ser visto na Tabela 3.

Tabela 3. Resultado dos testes de impacto de Charpy em corpos de prova tratados a mesma temperatura por tempos diferentes (18).

Corpos de prova envelhecidos a 850°C (min)	Energia absorvida durante o ensaio de impacto (J)
6	264 ± 46
40	80 ± 26
600	75 ± 10

Outros autores (19) também provaram que a tenacidade ao impacto de Charpy diminui com o aumento do tempo de tratamento térmico, e a dureza aumenta com o aumento do tempo de envelhecimento do aço.

A resistência a corrosão por pites (pitting corrosion resistance, PRE) no aço inoxidável duplex está associada à composição de elementos de liga como cromo, molibdênio e nitrogênio, através da fórmula:

$$PRE = \% Cr + 3,3 \% Mo + 16 \% N$$

(1; 6; 4; 13; 17)

Segundo alguns autores (1; 20), cromo e molibdênio são formadores de ferrita e se concentram principalmente nesta fase, e o nitrogênio se concentra principalmente na austenita. Nos passos iniciais do desenvolvimento, o aço duplex possuía baixos níveis de nitrogênio e era suscetível à corrosão por pites. Aços duplex mais modernos possuem níveis maiores de nitrogênio (entre 0,2 e 0,32 %), que dão maiores resistências a corrosão na fase austenita em comparação a fase ferrita (1; 4).

Os aços duplex apresentam comportamento intermediário entre os aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos. A condutibilidade térmica dos aços inoxidáveis duplex é maior do que a dos aços inoxidáveis austeníticos. Devido à presença da fase ferrítica, os aços inoxidáveis duplex possuem menor coeficiente de expansão térmica que os austeníticos, fazendo com que estas ligas apresentem comportamento próximo ao dos aços carbono (17).

A alta resistência mecânica e a dilatação térmica próxima à dos aços carbono colocam os duplex em posição privilegiada do ponto de vista de projeto, pois permitem a utilização de equipamentos mais leves, mais seguros, isento de manutenções, além de propiciar aumento da vida útil (17).

Aços duplex com alto teor de carbono têm baixa tenacidade e ductilidade, mas tem excelente resistência ao desgaste. Já os aços com baixo teor de carbono têm melhor conformabilidade e soldabilidade se comparados aos aços inoxidáveis ferríticos (1).

Esses aços estão sujeitos a três tipos de fragilização, como foi mencionado por alguns autores (13):

1. Fragilização causada pela presença de carbeto, particularmente na austenita, em ligas com alto teor de carbono;
2. Fragilização causada pela precipitação da fase α' na ferrita;
3. Fragilização causada pela precipitação de fase σ , particularmente na ferrita.

Em geral, os aços inoxidáveis duplex comercialmente disponíveis contêm teores de cromo entre 17% e 30% e níquel entre 3% e 13%. Cerca de 0,5% a 2% de manganês e silício estão presentes (21).

Aços Inoxidáveis Superduplex

Quando a resistência mecânica e a resistência à corrosão do aço duplex apresentam um comportamento ainda melhor e um número de resistência à corrosão por pites (PREN – Pitting Resistance Equivalent Number) superior a 40, esses aços são chamados de superduplex (22).

A diferença básica entre os aços inoxidáveis duplex e superduplex consiste principalmente nas concentrações de cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio que essas ligas apresentam, sendo que alguns desses elementos interferem diretamente na resistência à corrosão por pite (23).

2.5.3. Microestrutura

Os aços inoxidáveis duplex possuem uma microestrutura formada por duas fases, em uma mistura de cerca de 50% em volume de ilhas de austenita em 50% de grãos de ferrita.

A combinação favorável de propriedades no aço duplex é obtida através da mudança na microestrutura da liga (1; 7; 17; 24). A mudança na microestrutura e na fração volumétrica de cada fase na liga é função da composição e do tratamento térmico (1; 9; 17).

A Fig. 2 mostra uma micrografia típica do aço inoxidável duplex na condição comercial mostrando a fase ferrita (cinza escuro) e a fase austenita (cinza claro).

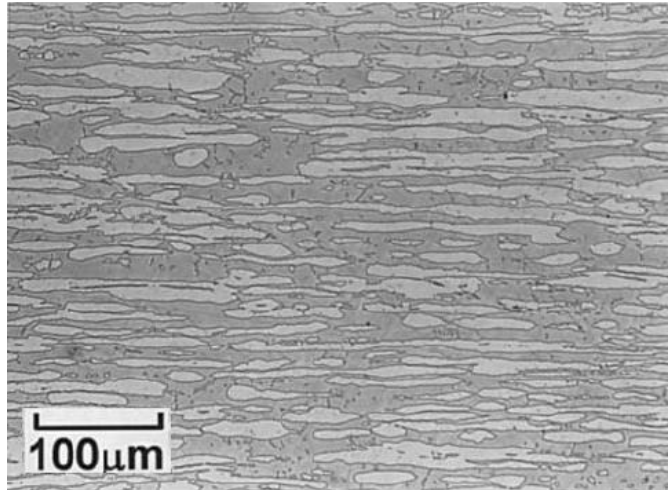


Fig. 2. Microestrutura típica na condição comercial do aço duplex (11).

A microestrutura pode ser obtida através do balanceamento dos elementos de liga. O balanceamento dos elementos de liga nos aços inoxidáveis duplex tem como objetivo controlar os teores de elementos estabilizadores de austenita como níquel, carbono, nitrogênio e de elementos estabilizadores de fase ferrita como cromo, molibdênio e silício (17).

A quantidade de ferrita presente na microestrutura do aço duplex varia com a temperatura, como pode ser visto no diagrama Fe-Cr-Ni da Fig. 3, com quantidade de ferro constante. Pequenas adições de elementos de liga também podem alterar a quantidade de ferrita presente na liga. O efeito dessa pequena adição pode ser visto de acordo com o teor de 'Cr equivalente' e 'Ni equivalente', que reflete nos efeitos estabilizadores de ferrita ou austenita. Esses dois parâmetros podem ser usados para estimar o teor de ferrita do já conhecido diagrama de Schaeffler ou DeLong (21).

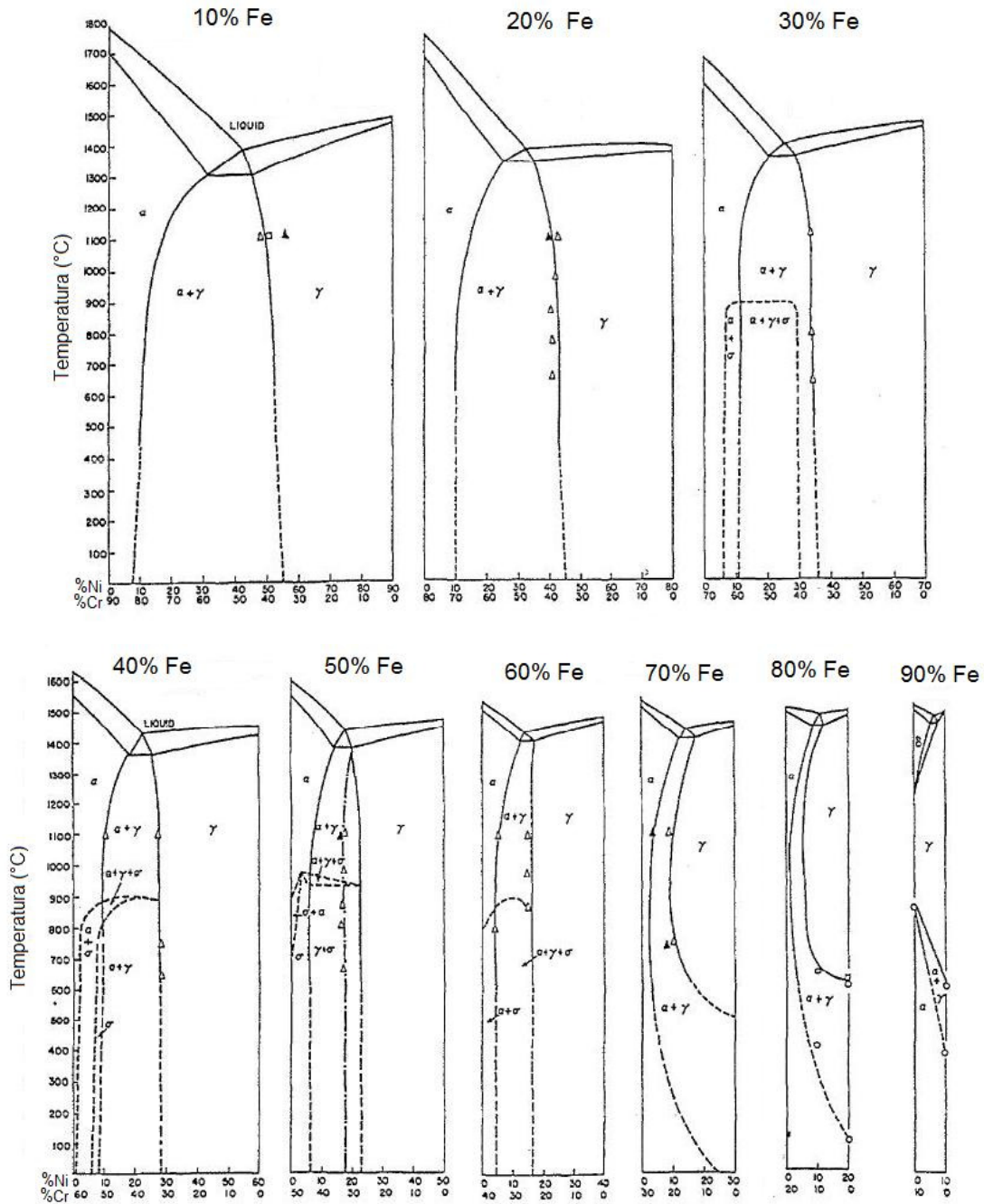


Fig. 3. Diagrama binário de fases com teor de fase ferrita constante na faixa de 10 a 90% (21).

2.5.4. Tratamentos térmicos

Aços inoxidáveis duplex com concentração de cromo de 13% a 90% estão sujeitas a fragilização quando são tratados ou resfriados lentamente em temperaturas entre 400°C e 550°C (3). Esse fenômeno é chamado fragilização a 475°C e causa mudança no comportamento

a tração, fratura e fadiga deste aço (24). Essa fragilização produz aumento na resistência à tração e dureza e uma diminuição na ductilidade, resistência ao impacto e resistência a corrosão (3).

Durante um trabalho a quente, entre 900°C e 1200°C, a microestrutura do aço duplex apresenta um comportamento muito próximo do equilíbrio estável e metaestável, produzindo uma estrutura formada por lamelas, com grãos alongados na direção de laminação e composta por uma matriz ferrítica com ilhas de austenita, como mostra a Fig. 4, feita pelos autores (17). Essa microestrutura se deve ao fato de que a energia da interface ferrita-austenita é menor que a energia do contorno de grão ferrita-ferrita ou austenita-austenita (1).

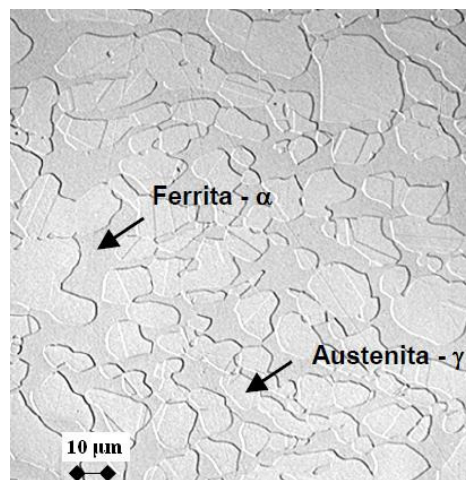


Fig. 4. Microestrutura típica do aço inoxidável duplex após um trabalho a quente (17).

Tratamento de solubilização no aço é feito a fim de obter quantidades iguais de ferrita e austenita, que lhe confere melhores propriedades (1; 7). Esse tratamento é feito levando o aço a temperaturas em torno de 1050°C e após, um resfriamento rápido para que não haja precipitação de fases intermetálicas (1; 12).

Segundo os autores (15; 25), a austenita começa a nuclear em temperaturas de 1300°C e cresce primeiramente nos grãos de ferrita. A Fig. 5 mostra uma micrografia do aço duplex UNS S31803 após um tratamento térmico a 1300°C seguido de um resfriamento rápido. Pode-se observar a presença predominante de ferrita (em concentração de aproximadamente 97%) e a nucleação de austenita (com morfologia de pequenas ilhas, com concentração de aproximadamente 3%).

Segundo os autores, (26) a austenita é nucleada no contorno de grão, mas em baixas taxas de resfriamento, ela pode precipitar no interior do grão ferrítico.

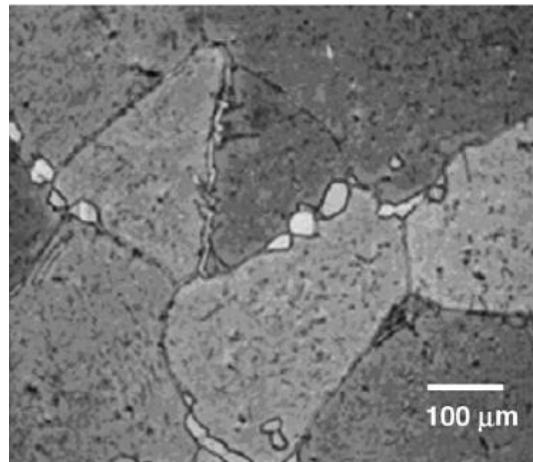


Fig. 5. Microestrutura típica após um tratamento térmico a 1300°C. A fase escura representa a fase ferrita enquanto que as ilhas claras representam a fase austenita (15).

O processo mais importante no aço duplex é a decomposição eutetóide de ferrita delta (δ) em fase sigma (σ) e fase austenita secundária (γ_2), que acontece por causa dos tratamentos térmicos (7; 16; 27).

2.5.5. Precipitação de fases intermetálicas

No diagrama ternário Fe-Cr-Ni para uma faixa de altas temperaturas outras fases além de ferrita e austenita podem ser observadas. Assim, em tratamentos térmicos em altas temperaturas, a estrutura do aço duplex se torna instável e se transforma em outras fases, alterando o balanço das fases ferrita e austenita ou formando fases deletérias (13; 16; 21). Operações de soldagem e conformação a quente, por exemplo, podem produzir transformações microestruturais indesejáveis nos aços duplex (9; 12; 14).

No envelhecimento, tanto a fase ferrita quanto a fase austenita estão sujeitas a decomposição em fases secundárias. Vários estudos vêm sendo feitos nos processos de precipitação de fases secundárias em temperaturas entre 300°C e 1000°C (21).

Precipitação de fases intermetálicas é normalmente associada a conseqüências indesejáveis, como perda de tenacidade e diminuição da resistência a corrosão (9; 10; 11; 12; 15; 16; 18; 20; 19). Isso se deve ao empobrecimento dos teores de cromo, molibdênio e nióbio na matriz (16; 18; 20).

O diagrama esquemático mostrado na Fig. 6 ilustra quais as fases podem ser precipitadas no aço inoxidável duplex de acordo com os elementos de liga presentes (21).

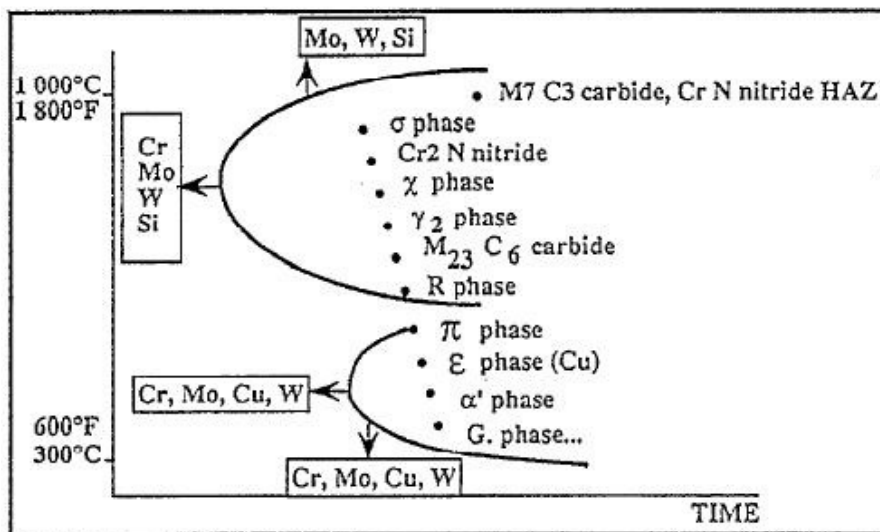


Fig. 6. Diagrama esquemático que mostra as possíveis fases precipitadas no aço inoxidável duplex (21).

A Fig. 7 mostra um diagrama pseudo-binário Fe-Cr-Ni para uma seção correspondente a 70% de Fe. Com ele pode-se observar em que faixas de temperatura o aço duplex apresenta fases estáveis de austenita, ferrita, ou então em que faixa de temperaturas ele precipita fases deletérias (28).

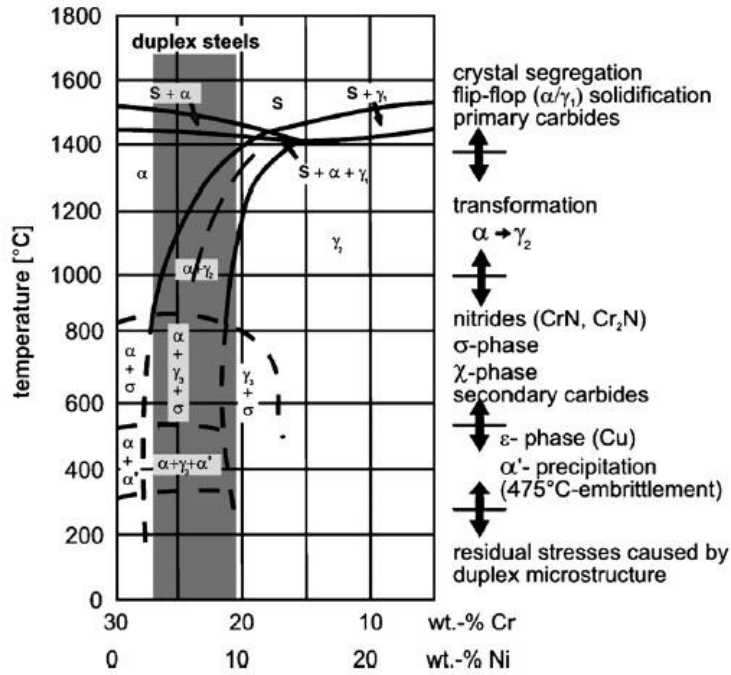


Fig. 7. Diagrama de fase pseudo-binário Fe-Cr-Ni para uma seção de 70% de Fe (28).

A Fig. 8 mostra o diagrama temperatura-tempo-precipitação (Diagrama TTP) com as fases intermetálicas que podem precipitar especificamente no aço duplex UNS S31803 (18).

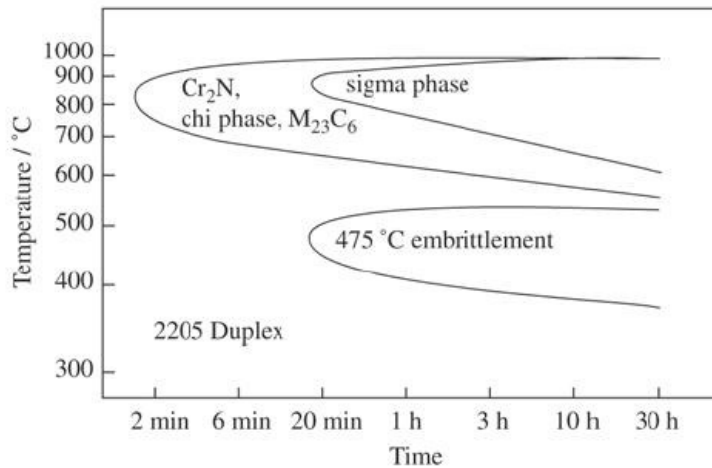


Fig. 8. Diagrama temperatura-tempo-precipitação para o aço UNS S31803 (18).

A seguir serão descritas algumas características das fases que podem ser precipitadas no aço inoxidável duplex, com ênfase na fase sigma, que foi objeto de estudo deste trabalho.

2.5.5.1. Alfa primário (α') e fase-G

A fase alfa primário pode ser observada tanto em aços inoxidáveis ferríticos quanto em aços inoxidáveis duplex, em temperaturas abaixo de 500°C (na faixa entre 280°C e 500°C) (18; 21). É uma fase paramagnética (12).

Segundo alguns autores (12), a formação da fase α' provoca o endurecimento dos aços duplex devido a partículas finamente dispersas desta fase α' na fase ferrita original. O aumento da dureza dos aços com a formação da fase α' é acompanhado pela diminuição da tenacidade.

A reação de fragilização é resultado da formação da fase alfa primário enriquecida de Cr na fase ferrita (13; 21; 24). Através da curva C pode-se perceber que a máxima taxa de fragilização ocorre aproximadamente na temperatura de 475°C (13). Assim foi originado o termo “fragilização a 475°C” (21).

Já a fase G é uma fase rica em precipitados de Ni na fase ferrita. Esta fase precipita na interface ferrita-austenita ou na interface ferrita-ferrita. A composição química desta fase varia e é dependente dos elementos de liga do aço e das condições de envelhecimento. Em geral, ela é enriquecida de Ni, Si, Mo, Mn, Al e C e é empobrecida de Cr e Fe (21).

2.5.5.2. Austenita secundária (γ_2)

A quantidade de ferrita presente na temperatura onde o aço é trabalhado a quente ou tratado geralmente excede a quantidade presente no equilíbrio em baixas temperaturas. Assim, o envelhecimento em baixas temperaturas resultará na redução da ferrita, que se transformará em austenita secundária. Esta fase é chamada de austenita secundária, pois possui uma morfologia diferente da matriz de austenita original (21).

A Fig. 9 mostra uma micrografia típica de um aço duplex contendo a fase intermetálica austenita secundária. Esta fase nucleia e cresce na matriz ferrítica. Note que a fase austenita secundária aparece finamente dispersa na matriz ferrítica, enquanto que a fase austenita aparece em tamanho maior se comparada à fase intermetálica. O tratamento térmico realizado para se obter tal microestrutura foi envelhecimento a 700°C por 30 minutos (15).

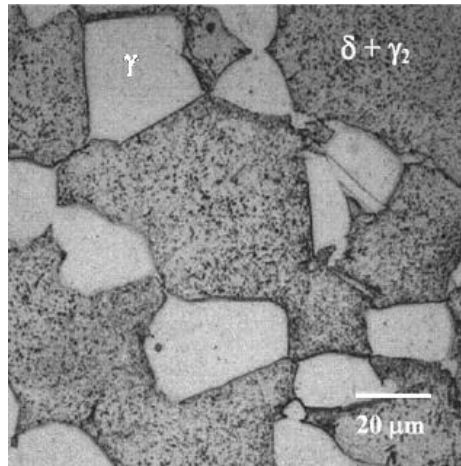
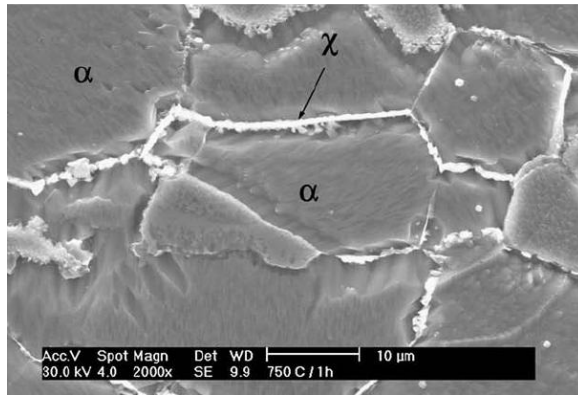


Fig. 9. Microestrutura de um aço duplex contendo precipitação fina de fase intermetálica austenita secundária na matriz ferrítica e ilhas de austenita (15).

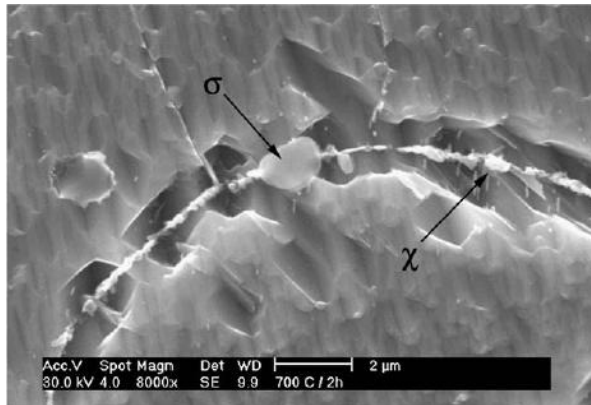
2.5.5.3. Chi (χ)

A fase chi pode aparecer em aços inoxidáveis austeníticos, ferríticos e duplex (16). Em aços duplex, ela é encontrada em temperaturas entre 700°C e 900°C. O cotovelo da curva C geralmente aparece em temperaturas mais baixas em comparação a fase sigma, e aparece em quantidades menores do que a fase sigma. A precipitação da fase chi está relacionada com a presença de Mo, e esta fase possui maior teor de Mo do que a fase sigma (16). Além disso, a fase chi é enriquecida de Cr e Si, assim como a fase sigma, porém em menores frações, e tem um efeito adverso na tenacidade e nas propriedades relacionadas à corrosão do aço. A precipitação da fase chi ocorre nos contornos de grãos ferrita-ferrita e precede a precipitação da fase sigma (5; 16; 28; 19).

Alguns autores (16) mostraram a precipitação da fase chi na interface ferrita-ferrita após um tratamento na temperatura de 750°C por 1 hora e a formação da fase sigma após um tratamento na temperatura de 700°C por 2 horas. A Fig. 10 mostra a imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) das fases chi e sigma.



(a)



(b)

Fig. 10. Micrografia de microscópio eletrônico de varredura (MEV) das fases: (a) chi e (b) sigma (16).

Essa fase é menos importante que a fase sigma, pois sua ocorrência é menos freqüente nas ligas e também pode ser considerada como uma fase prejudicial às propriedades do aço (16; 21).

2.5.5.4. R e τ

A fase R (Fe_2Mo , conhecida como Laves) é rica em composto intermetálico Mo, e tem uma estrutura trigonal. Pode ser observada em precipitação intergranular e intragranular em temperaturas entre 550°C e 700°C (5). Parecida com as fases sigma e chi, a fase R tem efeitos indesejáveis na corrosão por pites. A fase R também reduz a tenacidade do material (21).

A fase tau (τ) é uma fase rara e a literatura sobre aços inoxidáveis duplex raramente menciona sua presença. É mencionado a ser encontrada nas ligas de 22% de Cr, 5% de Ni e 3% de Mo (21).

2.5.5.5. Nitretos (Cr₂N e CrN)

Uma forma de aumentar a resistência à corrosão em meios ricos em cloretos, principalmente em aços superduplex, é adicionando nitrogênio nas ligas. Porém, a adição de nitrogênio leva a precipitação de Cr₂N em temperaturas entre 700°C e 900°C (21; 26; 28). Nitreto de cromo pode ser formado intragranularmente na ferrita como resultado da supersaturação de nitrogênio na ferrita durante o resfriamento, ou intergranularmente na interface ferrita-ferrita ou ferrita-austenita em tratamentos isotérmicos (5; 18; 21). Sua formação causa corrosão por pites como resultado do empobrecimento de cromo localizado. Em aços duplex geralmente são encontrados Cr₂N e a presença de CrN é raramente mencionada (21).

A Fig. 11 mostra as diferentes morfologias dos nitretos precipitados: pontilhado, esfera e acicular. Isto sugere a possibilidade de diferentes estruturas cristalográficas destes precipitados no material (22).

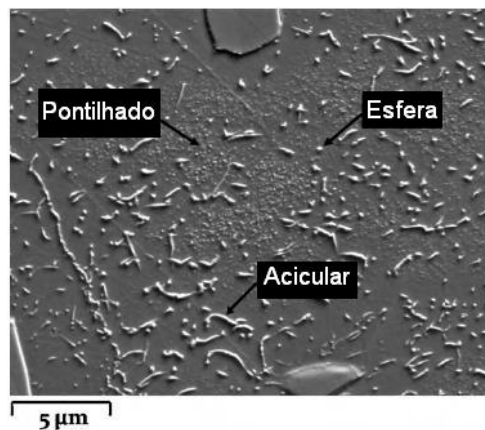


Fig. 11. Micrografia de MET mostrando as diferentes morfologias dos nitretos precipitados (22).

2.5.5.6. Carbetos (M₂₃C₆ e M₇C₃)

Os carbeto precipitados na faixa de temperatura entre 950°C e 1050°C são os M₇C₃ e os que precipitam em temperaturas abaixo de 950°C são os M₂₃C₆. Carbetos precipitam previamente a formação de outras fases, em estágios muito rápidos de envelhecimento (8), podendo ser formados em menos de um minuto. Eles só podem ser evitados por um resfriamento rápido de uma temperatura elevada. A precipitação de carbeto precede a formação de fases secundárias durante o envelhecimento. Carbetos são encontrados, predominantemente, na fronteira entre as fases ferrita e austenita, mas também podem estar presentes na fronteira ferrita-ferrita ou austenita-austenita (5; 8). É conhecido que os carbeto causam sensitização em aços austeníticos em temperaturas elevadas, o que não ocorre em aços duplex por causa da grande oferta de Cr na fase ferrita, que é enriquecida deste elemento (21). A precipitação desta fase no aço duplex pode provocar perda da resistência à corrosão e fragilização do material (8; 13).

A Fig. 12 mostra uma micrografia feita por microscópio eletrônico de transmissão (MET) do aço duplex com carbeto de M₂₃C₆ precipitados na interface ferrita/austenita durante um tratamento térmico a 800°C por 1 hora (28).

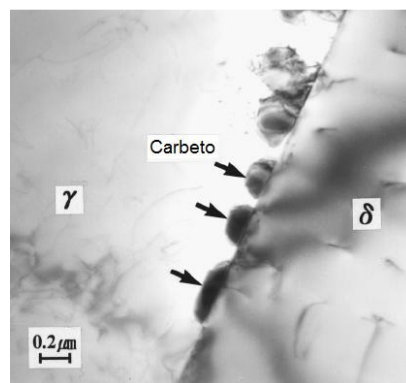


Fig. 12. Micrografia feita por MET do aço duplex com precipitados de carbeto na interface ferrita/austenita (28).

2.5.5.7. Epsilon (ε)

A fase epsilon é similar a fase austenita secundária e tem estrutura cúbica. A análise por EDX (Energy Dispersive X-Ray) é a melhor maneira de diferenciar essa fase da fase austenita secundária (17).

2.5.5.8. Sigma (σ)

A fase sigma é a fase intermetálica mais estudada nos aços inoxidáveis duplex, por ser uma fase com maior fração volumétrica e mais deletéria. Através de uma análise química é visto que a fase sigma é enriquecida de Cr, Mo e Si, com Cr o elemento em maior quantidade (10; 20; 21). Por ser uma fase enriquecida por esses elementos, a precipitação desta fase causa empobrecimento destes nas regiões adjacentes (10), diminuindo assim a resistência a corrosão nesses aços (13; 18; 20).

A fase sigma tem estrutura tetragonal (21; 29; 30) e é dura e frágil (10; 18; 21). Além de ser não-magnética (28). A existência dessa fase, mesmo em pequenas quantidades, provoca efeitos adversos na ductilidade do aço, (15; 21) além de provocar efeitos adversos nas propriedades mecânicas e resistência à corrosão (30). Para prevenir sua formação é requerido um resfriamento rápido após um tratamento a altas temperaturas (21).

A fase sigma se forma por exposição térmica na faixa de temperatura entre 600°C e 1000°C (9; 15; 18; 28; 29; 30), sendo mais rápida entre 800°C e 900°C (13; 14). O mecanismo de precipitação da fase sigma é a transformação eutetóide de ferrita em fase sigma e austenita secundária (16; 28).

A formação da fase sigma depende do teor dos elementos de liga Cr e Mo. A nucleação da fase sigma ocorre nos contornos de grão ferríticos-austeníticos e o crescimento se dá no interior do grão de ferrita (7; 10; 12; 14; 16; 18; 21; 30; 31) como pode ser visto na Fig. 13.

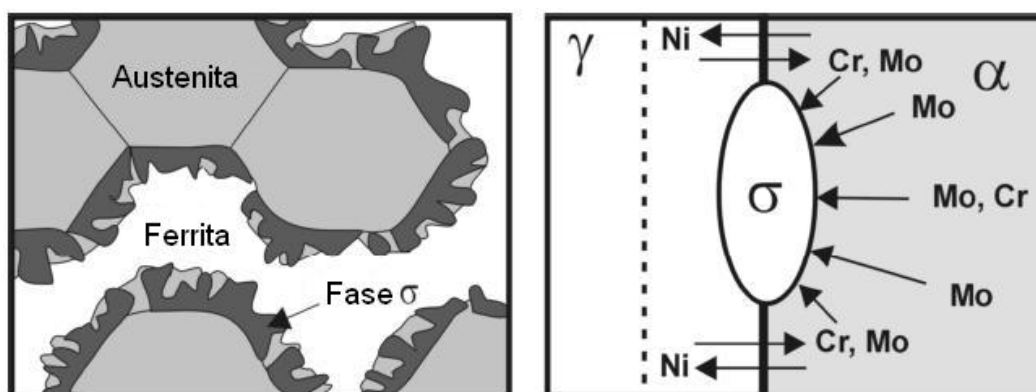


Fig. 13. Desenho esquemático da nucleação da fase sigma na interface ferrita/austenita (31).

Uma vez que a nucleação ocorre, o crescimento da fase sigma é bastante rápido (12; 21). Em geral, o crescimento da fase sigma está relacionado à diminuição da fase ferrita (10; 12; 27). Os elementos estabilizadores de ferrita, especialmente Cr e Mo, aceleram a formação da fase sigma (29); já os elementos estabilizadores de austenita, como o Ni, retardam a formação da fase sigma (10; 29). O nitrogênio não só aumenta as propriedades mecânicas do aço duplex como também melhora a resistência a corrosão por pites e a corrosão por crêvice (10).

Segundo os autores (12), a morfologia da fase sigma pode ser de duas formas: morfologia maciça presente em temperaturas mais altas (900°C) e microestruturas lamelares presentes em temperaturas mais baixas (700°C).

Já outros autores (28), definem a morfologia em três tipos, segundo a temperatura e o tempo de tratamento: em temperaturas de 750°C, possui uma estrutura parecida com um coral; em temperaturas de 850°C, a quantidade de fase sigma que nucleia no começo da precipitação é alta, dependendo da curta distância de difusão; já em temperaturas de 950°C, a fase sigma aparece de forma maciça e maior. A Fig. 14 mostra a morfologia da fase sigma em diferentes tratamentos térmicos, segundo os autores (28).

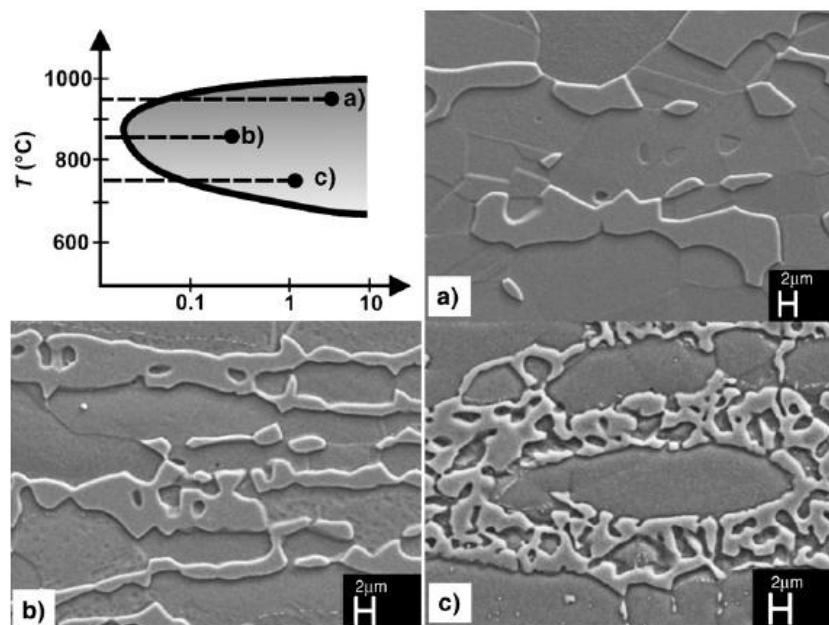


Fig. 14. Morfologia da fase sigma em diferentes tratamentos térmicos: (a) 950°C, (b) 850°C, (c) 750°C (28).

A Fig. 15 mostra a microestrutura típica da formação da fase sigma ocorrendo na fase ferrítica.

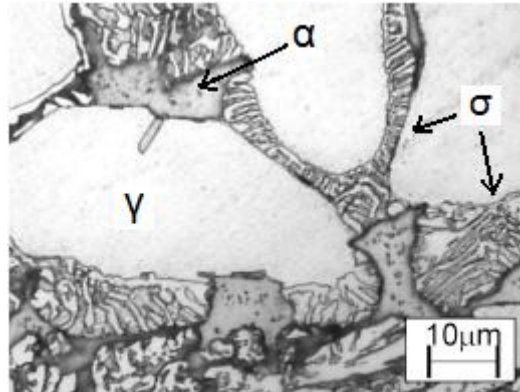


Fig. 15. Microestrutura típica da formação da fase sigma na fase ferrita (31).

POHL, M. (28) mostrou que a dureza do aço duplex está estritamente ligada à porcentagem de fase sigma formada. Seus resultados mostraram que em temperaturas onde a fase sigma ocorre mais rapidamente, a dureza do material cai. Isso pode ser observado na Fig. 16.

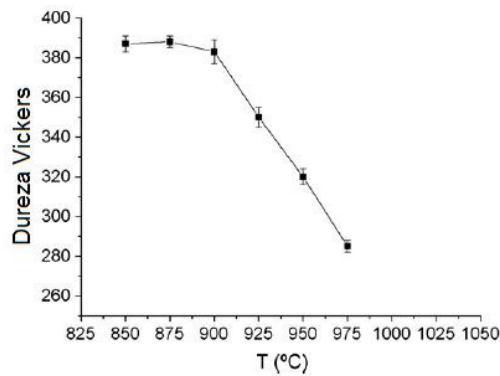


Fig. 16. Evolução da dureza em corpos de prova tratados termicamente (28).

Outros autores (32; 33; 34) também comprovaram este fato. Pequenas quantidades de fase sigma geram uma considerável perda de tenacidade. Isso pode ser visto na Fig. 17.

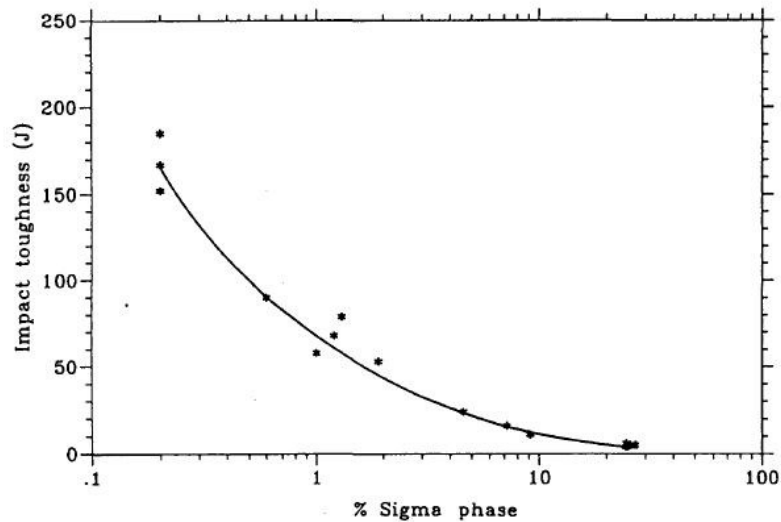


Fig. 17. Variação da tenacidade com o percentual de fase sigma (32).

2.5.6. Propriedades magnéticas

Aços inoxidáveis duplex apresentam uma fina microestrutura de austenita paramagnética e ferrita ferromagnética (25; 27). Essas propriedades magnéticas podem ser modificadas mudando as proporções ferrita/austenita. O material em seu estado solubilizado apresenta características ferromagnéticas, a mesma apresentada pela fase ferrítica, enquanto que a fase austenítica apresenta um comportamento paramagnético. O aumento do percentual de fase sigma acarreta uma diminuição do comportamento ferromagnético do aço duplex, devido a diminuição do percentual de ferrita na microestrutura do material.

A formação de fase sigma provoca uma queda significativa nas propriedades ferromagnéticas do aço. Outras fases paramagnéticas ou menos ferromagnéticas que diminuem o teor de ferrita, além da fase sigma, são nitretos e carbonetos de cromo e austenita secundária. Alguns autores (14) mostram que ensaios que avaliam variações na permeabilidade e/ou saturação magnética constituem boas opções de detecção não destrutiva de fase deletéria sigma.

Outros autores (25; 32; 35) vêm estudando o uso de propriedades magnéticas para a detecção e quantificação da fragilização a 475°C no aço inoxidável duplex. Esse comportamento é atribuído a precipitação de fase α' na ferrita por um mecanismo de

decomposição espinoidal. A susceptibilidade magnética diminui durante tratamentos térmicos prolongados, originando a precipitação de α' .

2.5.7. Aplicações

Os aços inoxidáveis duplex são frequentemente usados em aplicações que exigem excelentes propriedades mecânicas e resistência a corrosão.

A combinação favorável de propriedades torna o aço duplex o mais utilizado em aplicações na indústria:

- Química - como vasos de pressão, reatores, tubulações de trocadores de calor, bombas, tanques de produtos químicos;
- De óleo e gás - principalmente em resfriadores, tubulações e vasos de pressão e blocos de válvulas;
- Petroquímica – reatores tubulares com revestimento de aço carbono, unidades de dessalinização e destilação, carcaças de bombas de dessulfuração, tubulações para meios contendo Cl e HCl ;
- Papel e celulose – digestores, pré-aquecedores, evaporadores, equipamentos de branqueamento contendo cloretos;
- Nuclear - sistemas de recirculação e refrigeração;
- Controle de poluição;

(1; 6; 9; 13; 16; 24; 29)

Eles são usados frequentemente em soluções contendo cloretos (1; 11; 16; 24), como substituição aos aços inoxidáveis austeníticos que estão sujeitos a corrosão sob tensão e a corrosão por pites (1; 16; 24).

A Fig. 18 mostra alguns exemplos práticos da utilização de aços inoxidáveis duplex.



(a)



(b)

Fig. 18. Exemplos da utilização de aços inoxidáveis duplex: (a) Encaixes de tubulações usados na indústria offshore (36); (b) tubulações (37).

3. Correntes Parasitas

3.1. Histórico

O ensaio não destrutivo de correntes parasitas teve sua origem em 1831 quando Faraday demonstrou a indução eletromagnética e formulou experimentalmente as leis da indução (38; 39). Ampère e Lenz aprofundaram seus conhecimentos no fenômeno eletromagnético por observações científicas. No final da década de 1840, Neumann e Helmholtz foram os primeiros a amarrar esses experimentos a tratamentos matemáticos. Este trabalho foi melhor definido por Maxwell em 1851 através das famosas Equações de Maxwell que mantém a base fundamental das aplicações eletromagnéticas até hoje (39).

A primeira aplicação de alto nível do eletromagnetismo foi em 1881, quando Alexander Graham Bell tentou localizar uma bala de revólver alojada no corpo do presidente dos Estados Unidos Garfield. A primeira aplicação industrial do ensaio eletromagnético surgiu por volta de 1930 como uma simples forma de separar metais. Este era inadequado para detecção de defeitos, e o trabalho nesta direção foi procedendo em ambos os lados do Atlântico. O ensaio de correntes parasitas finalmente teve sua maturidade após 1950 quando Dr. Friedrich publicou suas extensas pesquisas em caracterização detalhada dos materiais e o conceito do diagrama de impedância (39).

3.2. Princípio básico da técnica

Quando uma bobina é alimentada por uma corrente elétrica alternada, produz um campo magnético cuja direção é perpendicular à superfície da amostra, denominado campo indutor ou campo primário. Quando a bobina é posta nas proximidades da superfície do material condutor elétrico, o campo indutor induz correntes elétricas na superfície e no interior da amostra chamada de correntes parasitas, ou *eddy current*, em inglês. Essas correntes elétricas alternadas fluem em planos paralelos às espiras da bobina de ensaio e produzem um campo magnético alternado, chamado campo magnético induzido ou secundário, cuja direção é a mesma do campo indutor, porém em sentido oposto (40; 41; 42). Este princípio está ilustrado na Fig. 19.

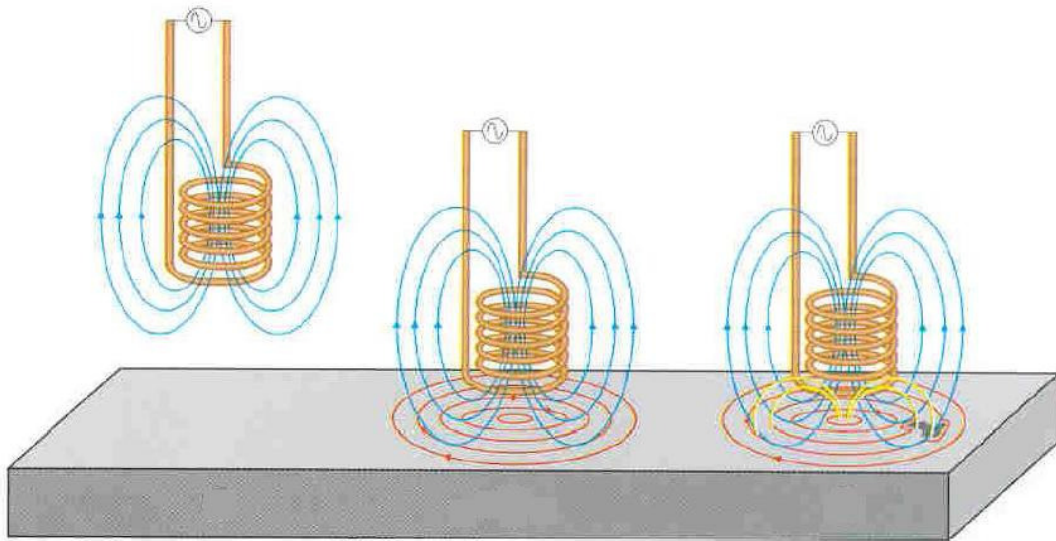


Fig. 19. Desenho esquemático do princípio básico do ensaio de correntes parasitas (41).

O comportamento das correntes parasitas afeta a impedância da bobina e esta é a base para se obter informação no ensaio de correntes parasitas.

Quando uma bobina indutora é colocada em contato com duas amostras com mesmas propriedades, sendo que uma livre de defeitos e a outra com defeitos, os caminhos das correntes parasitas nos dois casos devem ser diferentes. A presença de um defeito no material causa um aumento na resistência à passagem da corrente elétrica naquela região, produzindo uma redução no fluxo de correntes parasitas (40). Portanto variações microestruturais e a presença de defeitos no material resultam em interrupção da corrente e, conseqüentemente, impedâncias diferentes (42). Essa diferença de impedância é usada para analisar as propriedades dos materiais.

Quando um defeito está presente em uma profundidade tal que as correntes parasitas não alcançam, não é possível detectá-lo. Teoricamente, o campo magnético que penetra no material decresce a medida que aumenta a profundidade do material, e a densidade de correntes parasitas que fluem decrescem exponencialmente com a profundidade. A profundidade de penetração padrão δ , do inglês *standard depth of penetration*, é definida como a profundidade em que a intensidade de correntes parasitas é reduzida a $1/e$, ou seja, a 37% do seu valor da superfície (43; 44).

Matematicamente, o valor da profundidade de penetração padrão δ é dado pela fórmula:

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \sigma \mu}}$$

Onde: f é a frequência em s^{-1}

μ é a permeabilidade magnética em T.m/A

σ é a condutividade elétrica em S/m

(38; 43)

Através desta fórmula pode-se ver que a frequência de inspeção determina a profundidade de penetração, pois à medida que a frequência aumenta, a penetração diminui e a distribuição das correntes fica mais densa na superfície do material. Isso pode ser observado na Fig. 20. A condutividade elétrica e a permeabilidade magnética também possuem influência na profundidade de penetração. Materiais ferromagnéticos possuem grande permeabilidade magnética e, portanto, as correntes parasitas induzidas neles têm baixa penetração (40; 43; 45).

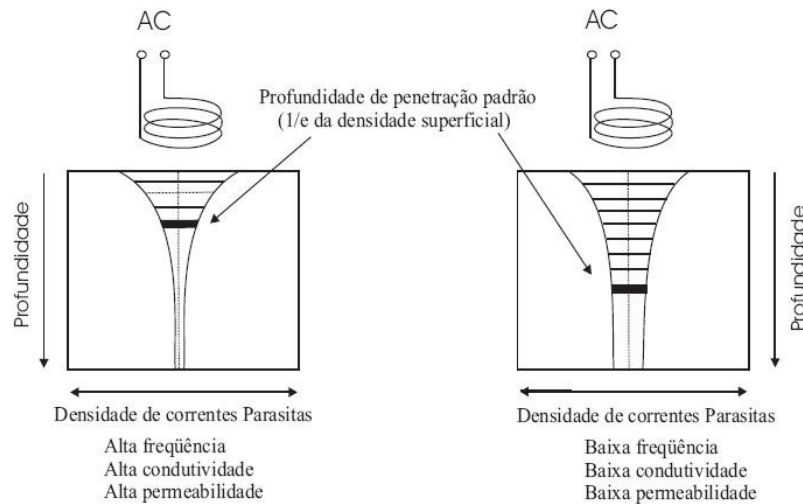


Fig. 20. Profundidade de penetração (38).

A Fig. 21 apresenta a variação da profundidade de penetração padrão com a frequência para diversos materiais. Pode ser observado que a profundidade de penetração aumenta a medida que diminui a frequência de inspeção (44). Portanto, para se atingir maiores profundidades de inspeção em um material, é necessário trabalhar com menores frequências.

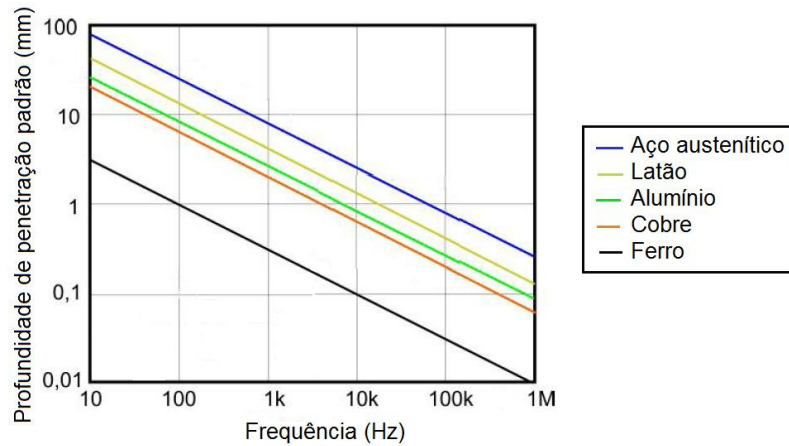


Fig. 21. Profundidade de penetração padrão de acordo com a frequência de inspeção para diversos materiais (44).

A técnica de correntes parasitas é uma ferramenta não destrutiva que possui uma variedade de inspeções e medidas que podem ser executadas. Em circunstâncias apropriadas, a técnica pode ser utilizada para detecção de falhas, medidas de espessura de materiais, medidas de espessura de revestimentos, medidas de condutividade para identificação de materiais, detecção de danos térmicos e monitoramento de tratamentos térmicos. Além de caracterizar mudanças do tamanho de grão, tipos de microestruturas, mudanças microestruturais e mudanças de dureza após algum tratamento (46).

3.4. Fatores que afetam as correntes parasitas

Alguns fatores podem influenciar a impedância da sonda, dentre eles podemos destacar os itens a seguir.

3.4.1. Condutividade elétrica

A condutividade elétrica é uma propriedade característica de cada material. Esta possui um efeito direto de como as correntes parasitas fluem no mesmo. Quanto maior a condutividade do material, maior a corrente que vai passar na superfície deste. Há certos fatores que podem mudar a condutividade do material, como: composição, tratamentos térmicos, endurecimento, etc (40; 43).

3.4.2. Permeabilidade

A permeabilidade pode ser descrita como a facilidade do material ser magnetizado. Para metais não ferrosos e para aços inoxidáveis austeníticos, a permeabilidade é igual a unidade. Para metais ferrosos, a permeabilidade pode ser bastante alta e pode ter uma influencia significativa na resposta das correntes parasitas (43).

3.4.3. Freqüência

A resposta das correntes parasitas é amplamente afetada pela freqüência escolhida. Felizmente, essa é uma propriedade que pode ser controlada pelo operador (43).

A freqüência de inspeção influencia na profundidade de penetração, pois à medida que aumenta a freqüência, a penetração diminui, que faz com que a distribuição de correntes fique mais densa na superfície do material (40).

3.4.4. Geometria e forma do material ensaiado

Em objetos de ensaio muito espessos, o campo magnético gerado não consegue “varrer” toda a espessura da peça, como é mostrado na Fig. 22 (a). Neste caso, a inspeção de todo o material da peça que se situar abaixo de uma dada espessura, poderá deixar de detectar discontinuidades. Pode-se ter a situação em que o objeto ensaiado possui espessura muito fina, de modo que o campo magnético ultrapassa a espessura deste, como está

representado na Fig. 22 (b). Neste caso, um aumento na espessura do objeto aparecerá como se houvesse um aumento na condutividade do material (41).

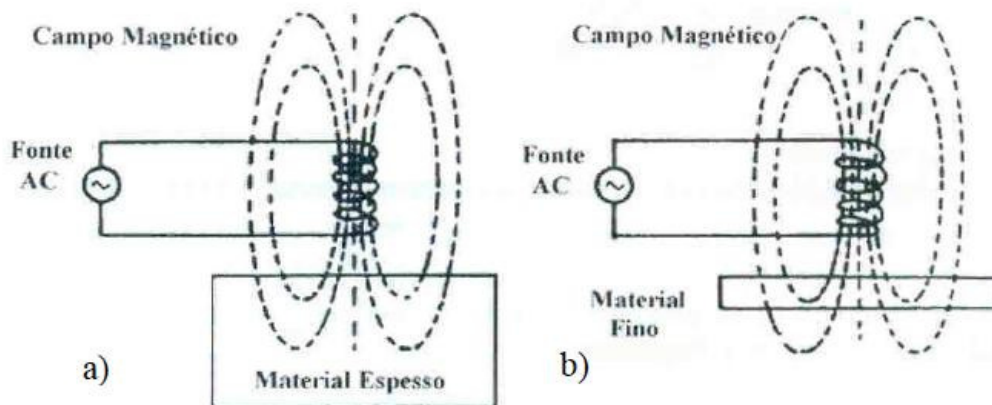


Fig. 22. Efeito da espessura do material no ensaio de correntes parasitas (41).

3.4.5. Proximidade entre a bobina e o material ensaiado

A variação do espaçamento entre a bobina e o material a ser ensaiado é chamada de *lift-off*.

Uma bobina quando energizada e mantida no ar, longe de qualquer material condutor, apresenta um determinado valor de impedância. Se a bobina é levada para perto de algum material condutor, o valor inicial da impedância da bobina começa a mudar, assim que o campo magnético indutor intercepta o material. Essa variação de impedância continua até que a bobina se apóia inteiramente sobre o material. Conseqüentemente, com a variação da impedância da bobina, o sinal apresentado no instrumento de medição também mudará (41).

3.3. Vantagens e limitações do ensaio

Como todo ensaio não destrutivo, o ensaio de correntes parasitas apresenta algumas vantagens e limitações. Algumas vantagens da utilização deste ensaio são citadas a seguir (38; 41):

- sensível a pequenas trincas e outros defeitos,
- detecta defeitos superficiais e defeitos próximos a superfície,

- equipamento é portátil,
- o resultado do ensaio é dado imediatamente,
- não é necessário retirar o material a ser analisado de serviço,
- não é requerido preparo da superfície a ser analisada,
- a sonda não precisa estar em contato com o material a ser analisado,
- o ensaio pode ser usado para outros interesses além da detecção de trincas,
- materiais condutores com formas e tamanhos complexos podem ser inspecionados,

Esta técnica também está sujeita a algumas limitações, dentre estas podemos destacar (38; 41):

- somente materiais condutores podem ser inspecionados,
- a profundidade de penetração é limitada,
- a superfície do material analisado deve ser acessível para a sonda,
- acabamento superficial e rugosidades podem interferir no resultado,
- são necessários blocos padrões de calibração para a configuração do ensaio,
- falhas que se encontram paralelas a direção das linhas de campo não são identificadas,

3.5. Plano de impedância

A resposta do ensaio de correntes parasitas nos instrumentos comerciais é dada através do plano de impedância. Este é uma representação gráfica da impedância da bobina, dada por um número complexo contendo a parte real (componente resistiva R) e a parte imaginária (componente indutiva X_L) (40; 41; 43). A Fig. 23 mostra a representação gráfica do plano de impedância.

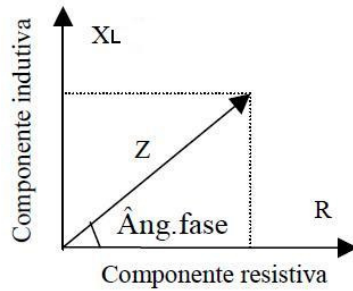


Fig. 23. Representação gráfica do plano de impedância (41).

A apresentação da impedância está associada a uma amplitude e a um ângulo de fase. Assim, toda mudança de impedância é acompanhada de uma mudança na amplitude e na fase do sinal e a mudança na fase traz também informações sobre as condições do material (41).

A impedância Z é dada pela expressão $Z = \sqrt{R^2 + X_L^2}$ e o ângulo de fase é dado pelo ângulo formado entre a componente indutiva X_L e a componente resistiva R . Assim, $\theta = \text{tg}^{-1}(X_L/R)$ (41; 43).

3.6. Tipos de sondas utilizadas

As sondas utilizadas no ensaio de correntes parasitas estão disponíveis em uma larga variedade de formatos e tamanhos. De fato, uma das principais vantagens da inspeção por correntes parasitas é que as sondas podem ser projetadas para uma ampla variedade de aplicações. Elas são classificadas de acordo com a sua configuração e o modo de operação. A configuração geralmente se refere à maneira como as bobinas são “embaladas” para examinar a área de interesse. Já o modo de operação se refere à maneira como a bobina é enrolada e a interface com o equipamento de correntes parasitas. O modo de operação da sonda geralmente possui três categorias: absoluta, diferencial e de reflexão. Cada uma dessas classificações será discutida a seguir (38).

3.6.1. Sondas Absolutas

As sondas absolutas geralmente possuem uma única bobina que é usada para gerar as correntes parasitas e captar as mudanças no campo das correntes parasitas. Através da

medida da variação de impedância de uma sonda absoluta, muitas informações podem ser obtidas sobre o material ensaiado (38). As sondas absolutas são as mais simples e por esta razão são amplamente utilizadas (42).

As sondas absolutas podem ser utilizadas para detecção de falhas, medidas de condutividade dos materiais, medidas de lift-off e espessura (38).

3.6.2. Sondas Diferenciais

As sondas diferenciais possuem duas bobinas acopladas que varrem áreas diferentes do material ensaiado. A resposta da sonda é dada pela diferença da condição das correntes parasitas entre os dois pontos examinados (43).

Quando as duas bobinas estão sobre uma área sem defeitos no material, não existe sinal diferencial entre elas, desde que estejam inspecionando o mesmo material. Entretanto, quando uma bobina passa por um defeito e a outra bobina está sobre um material sem defeito, um sinal diferencial será produzido. Este tipo de sonda possui a vantagem de ser bastante sensível em materiais com defeitos pequenos (38).

3.6.3. Sondas de Reflexão

As sondas de reflexão possuem duas bobinas, similar a sonda diferencial, porém uma é usada para gerar as correntes parasitas enquanto a outra é usada para captar as mudanças geradas no material. A vantagem de usar esta sonda é que as bobinas de geração e de captação do sinal podem ser facilmente separadas para a finalidade pretendida (38).

3.7. Aplicações

O ensaio não destrutivo de correntes parasitas possui importância em plantas nucleares: em inspeções de tubos usados nessas plantas, tanto na produção quanto na manutenção destes tubos. As indústrias petroquímicas, automotivas e aeroespaciais também requerem ensaios de correntes parasitas. Essa grande demanda por esses ensaios resultam em

avanços na técnica, na instrumentação e em características que eram difíceis de imaginar mesmo alguns anos atrás (39).

A Fig. 24 mostra as aplicações da técnica de correntes parasitas na indústria petroquímica. Essas aplicações incluem ensaios em tubos trocadores de calor, embarcações, turbinas, etc.



(a)



(b)

Fig. 24. Exemplos de aplicações da técnica de correntes parasitas na indústria petroquímica:
(a) Ensaios em tubos trocadores de calor para detecção de pites, trincas e perda de espessura,
(b) Ensaios com tubos de diâmetros extremamente finos utilizando sondas rotativas (47).

3.8. Correntes Parasitas Pulsadas (PEC)

A técnica de correntes parasitas pulsadas, do inglês *pulsed eddy current*, difere da técnica de correntes parasitas convencional por ser uma técnica de multi-frequência. Através desta técnica é possível estimar a espessura, a condutividade elétrica e a permeabilidade magnética de revestimentos metálicos em substratos magnéticos ou não magnéticos (40; 48). Além de detectar parâmetros mecânicos e metalúrgicos do material para caracterizar modificações estruturais (48). As correntes parasitas pulsadas, também chamadas de correntes parasitas transientes, foram primeiramente utilizadas por Donald Waidelich da Universidade de Missouri em 1950. Posteriormente, a técnica foi aplicada em inspeção não destrutiva de equipamentos na indústria nuclear (40).

Atualmente a técnica de inspeção por PEC tem sido aplicada com sucesso na detecção de descontinuidades e corrosão (49), caracterização de revestimentos metálicos em metais (50), e pode ser aplicada na caracterização de aços inoxidáveis duplex contendo fase intermetálica sigma.

Diferentemente do ensaio de correntes parasitas convencional onde a bobina excitada por uma corrente AC gera as correntes parasitas no material condutor, no ensaio de correntes parasitas pulsadas a bobina é excitada por um pulso de onda quadrada de voltagem ou corrente. Enquanto que no ensaio convencional a corrente alternada é tipicamente senoidal, contínua e harmônica com o tempo e por isso apresenta uma única frequência, o sinal de uma onda quadrada apresenta um conteúdo em frequência de longo espectro. Com isso, a resposta do ensaio pode ser obtida em diferentes frequências através da aplicação de um único pulso (45; 51; 52; 53).

A mudança de fluxo em torno da bobina gera uma corrente induzida no condutor que aumenta inicialmente e depois decai a zero. Isso pode ser visto na Fig. 25. Essa mudança de corrente que passa na bobina induz correntes parasitas no material e o campo magnético associado se dissipa exponencialmente se aproximando ao estado de equilíbrio (40; 45).

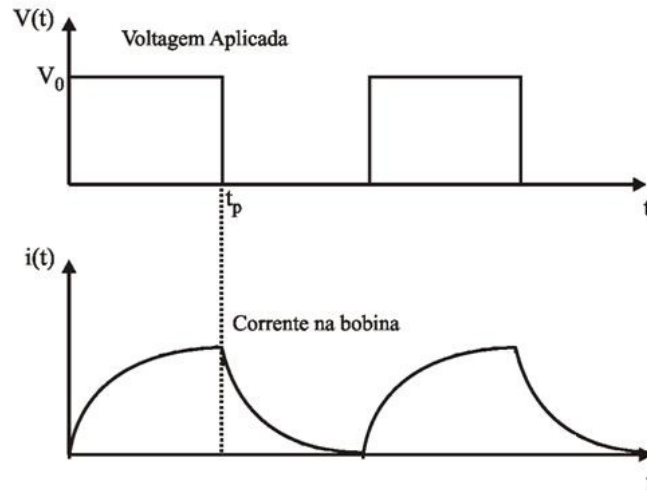


Fig. 25. Pulso excitador de onda quadrada e a corrente que passa pela bobina (40).

O sinal obtido no ensaio de correntes parasitas pulsadas não é obtido no plano de impedância como o ensaio convencional, e sim, em um plano de voltagem versus tempo. Uma ilustração do sinal de PEC e as informações importantes contidas neste, como amplitude do pico, tempo em que ocorre o pico e o tempo em que o sinal cruza o eixo das abscissas é mostrada na Fig. 26.

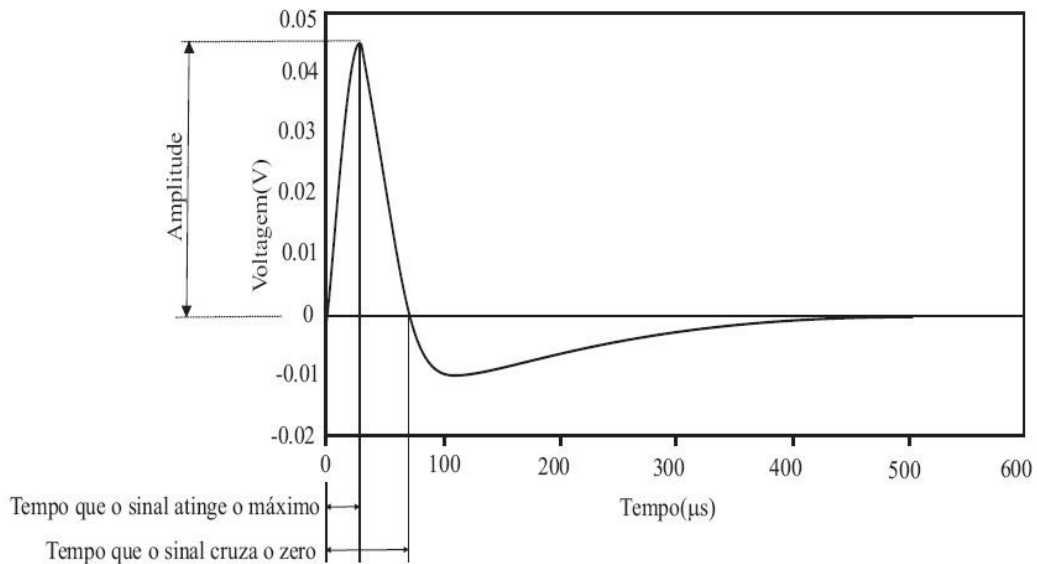


Fig. 26. Características de um sinal típico de PEC (51).

Parâmetros do sinal como a amplitude e a duração do pulso são fundamentais para a detecção de descontinuidades. Por apresentar uma larga faixa de frequências, o sinal refletido contém informações de regiões mais profundas do material. Nas regiões de maior profundidade o pulso é atenuado e atrasado devido a alta dispersão do campo magnético. Portanto, descontinuidades próximas a superfície apresentarão respostas em tempos mais curtos que as mais profundas. Isso pode ser observado na Fig. 27.

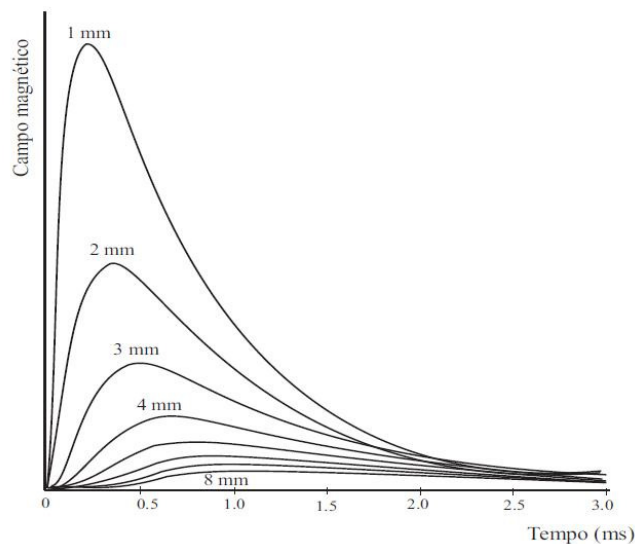


Fig. 27. Variação da amplitude do sinal a medida que aumenta a profundidade do defeito (40).

As vantagens básicas do sistema transiente são, primeiramente, os circuitos, que são relativamente simples comparados com o que é preciso para um teste de corrente alternada de banda larga; em segundo lugar, a resposta transiente contém muitas informações, portanto os sinais devem ser cuidadosamente analisados (48).

O lift-off indica universalmente o efeito da separação do sensor à superfície do corpo de prova que é analisado. Neste ensaio, o lift-off representa uma desvantagem nas medidas, pois a interpretação dos resultados de torna bastante difícil (no ar o campo magnético decresce rapidamente) (48).

Sensores GMR (Giant Magneto Resistance):

Nos ensaios de correntes parasitas pulsadas são usadas tanto as bobinas convencionais quanto os sensores de estado sólido como os sensores GMR, Hall e AMR, para captar o sinal de

resposta das correntes parasitas. Neste trabalho foi utilizado um sensor GMR que é formado por camadas alternadas de material ferromagnético e paramagnético. Em comparação a uma sonda convencional, os sensores GMR possuem alta sensibilidade em uma ampla faixa de frequência (de hertz a megahertz) para campo magnético mais baixo (54). A sensibilidade dos sensores magnetoresistivos é da ordem de alguns nano teslas (55).

Segundo os autores (55), sensores magnetoresistivos representam uma ferramenta efetiva para ensaios de correntes parasitas em materiais condutores. E este tipo de sensor é particularmente usado quando o material ensaiado possui espessura pequena e grande produto $\sigma\mu$.

A Fig. 28 mostra uma vista geral e um diagrama elétrico do sensor magnetoresistivo de modelo Philips KMZ 10. As dimensões são dadas em milímetros. Esses sensores necessitam de um pequeno campo magnético normal a componente B_x para magnetização. Em altos campos magnéticos o sensor é saturado. Por esta razão, o sensor magnetoresistivo em sondas pode ser somente fracamente magnetizado (55).

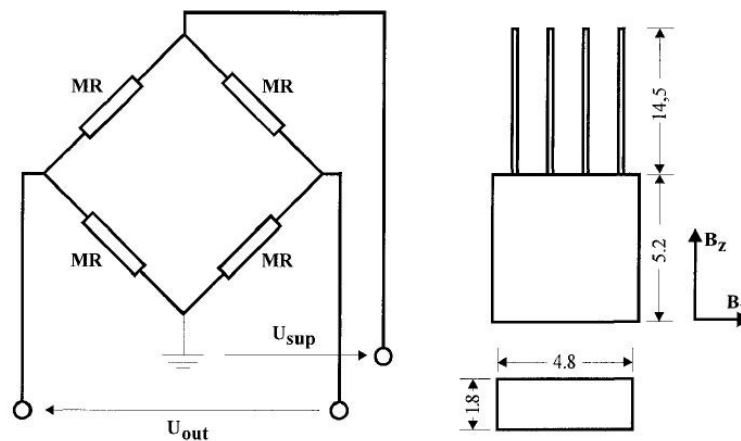


Fig. 28. Sensor magnetoresistivo (55).

Os sensores GMR apresentam algumas vantagens em relação aos sensores Hall e AMR. Essas vantagens estão listadas na Tabela 4.

Tabela 4. Vantagens da utilização dos sensores GMR em relação aos sensores Hall e AMR (56).

	GMR	HALL	AMR
Tamanho físico	Pequeno	Pequeno	Grande
Nível do sinal	Pequeno	Pequeno	Médio
Sensibilidade	Alta	Baixa	Alta
Estabilidade da temperatura	Alta	Baixa	Média
Consumo de energia	Baixo	Baixo	Alto
Custo	Baixo	Baixo	Alto

3.9. Outras considerações

Estudos feitos pelo autor (27) mostram a correlação entre ensaios não destrutivos, dentre eles a técnica de correntes parasitas com o percentual de fase sigma precipitada no aço inoxidável duplex. Corpos de prova com diferentes percentuais de fase sigma foram ensaiados e mostraram comportamentos diversificados. Isto pode ser observado na Fig. 29, que mostra o resultado do ensaio.

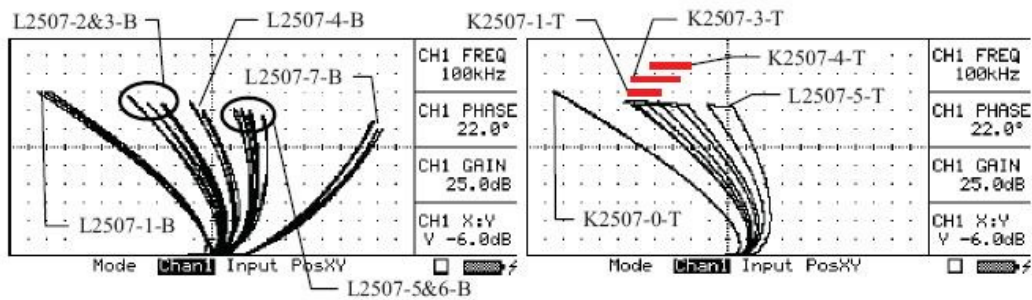
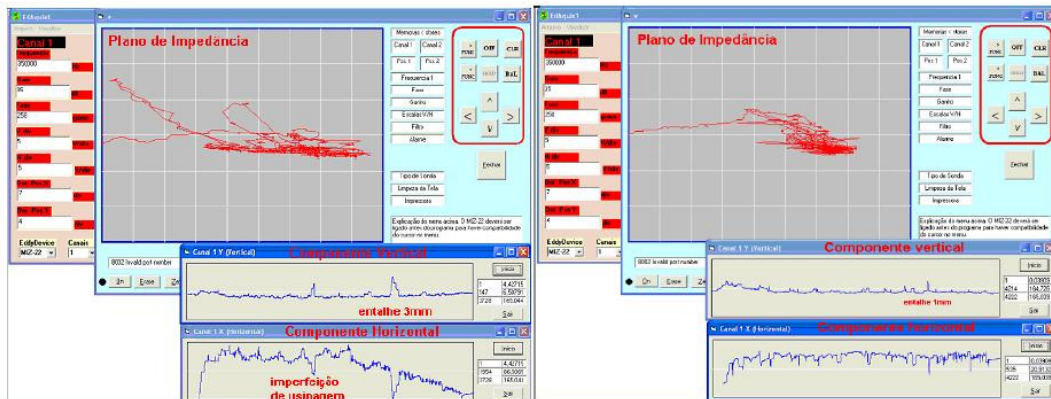


Fig. 29. Resultado do ensaio de correntes parasitas para uma frequência de 100kHz (27).

Na detecção de trincas, a técnica não destrutiva de correntes parasitas se mostrou bastante satisfatória ao detectar trincas com profundidade de 1,0 mm em parafusos e roscas de estojos de sistemas de produção submarinos de Árvore de Natal Molhada (ANM) e Pipeline End Manifold (PLEM), segundo os autores (57). A Fig. 30 mostra as telas do programa EDAquis

desenvolvido pelos autores para coletar, armazenar, analisar e apresentar os resultados do ensaio.



(a)

(b)

Fig. 30. Reprodução das telas do programa EDAquis quando feita a varredura do estojo no lado da rosca com entalhe de: (a) 3,0 mm de profundidade e (b) 1,0 mm de profundidade. Detalhe para a detecção de uma imperfeição de usinagem na imagem (a) (57).

Segundo os autores (58), o ensaio de correntes parasitas mostrou-se uma ferramenta de confiabilidade em inspeções em serviço de tubos defeituosos de geradores de vapor. Em tubos de geradores de vapor, os defeitos principais são trincas e defeitos volumétricos como pites, e a técnica de correntes parasitas conseguiu detectar e diferenciar estes defeitos. A Fig. 31 mostra o plano de impedância e as componentes vertical e horizontal para um entalhe axial e um furo, usando uma sonda de 300kHz.

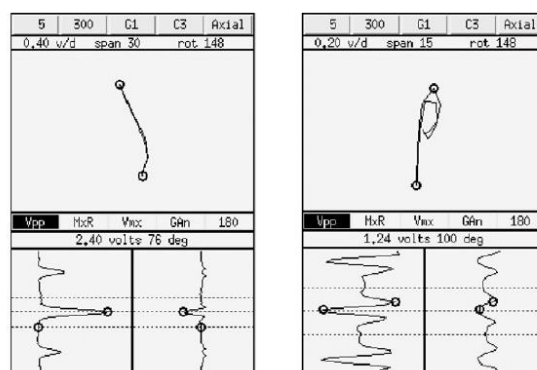


Fig. 31. Plano de impedância e componentes verticais e horizontais para dois tipos de defeitos: (a) entalhe axial e (b) furo (58).

Na caracterização de materiais, alguns autores (59) correlacionaram a impedância da técnica de correntes parasitas com o percentual de fase martensita precipitada em aços inoxidáveis martensíticos. A mudança de propriedades eletromagnéticas causada pela presença de martensita no aço austenítico fez com que o ensaio de correntes parasitas fosse utilizado para observar esta correlação. A Fig. 32 mostra os planos de impedância para corpos de prova de aço AISI 347 com diferentes percentuais de fase martensita feitos em diversas frequências.

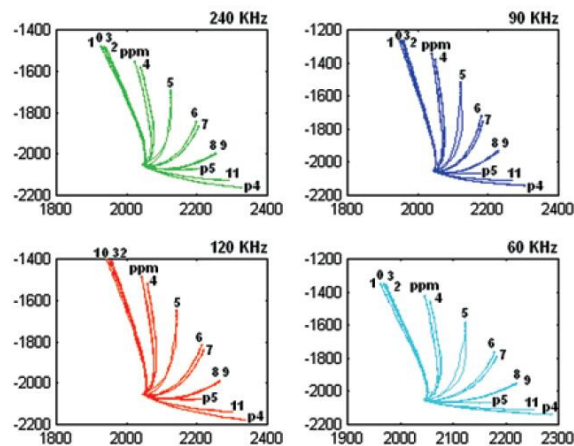


Fig. 32. Planos de impedância para corpos de prova de aço AISI 347 com diferentes percentuais de fase martensita ensaiados em diversas frequências (59).

Os autores (60) estudaram a presença de trincas superficiais em aços ferromagnéticos, apesar da dificuldade causada pela permeabilidade magnética μ , para observar a relação entre a orientação, a forma e o tamanho dos defeitos.

Estudos feitos em reatores tubulares (61) mostram que se utilizarem sondas superficiais internas, além da sonda convencional, para detecção de trincas longitudinais que se formam na superfície interna dos tubos, a sensibilidade e a resolução do ensaio se apresentam muito maiores. É possível detectar rasgos internos de pequenos comprimentos e trincas longitudinais internas com profundidade em torno de 5% a 10% da espessura do tubo. A Fig. 33 mostra o resultado da inspeção de um tubo de referência, mostrando claramente os dois entalhes usinados, o primeiro com 2,0 mm e o segundo em 4,0 mm.

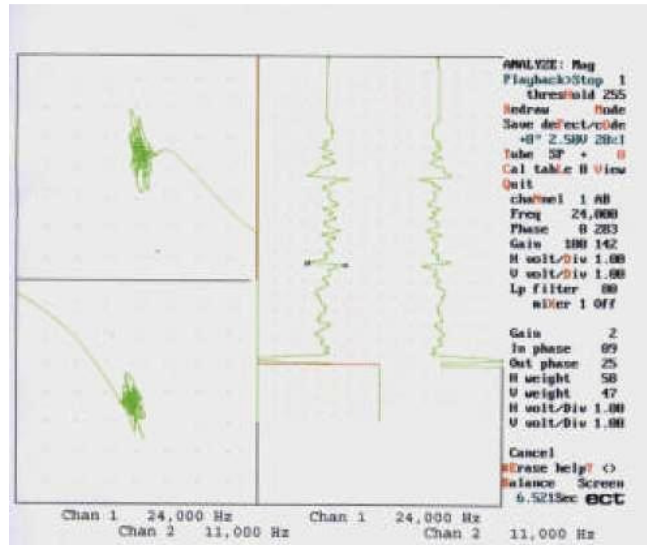


Fig. 33. Sinais obtidos do tubo de referência (61).

Segundo o autor (62), a técnica de correntes parasitas é também usada em processos de fabricação de tubos com costura, como forma de aumentar a confiabilidade do processo, detectando defeitos em três setores da produção: os defeitos que nascem na parede externa do tubo, os defeitos do tipo furo passante e os defeitos que nascem na parede interna do tubo. O monitoramento por correntes parasitas fornece informações sobre o número e o tipo de defeito detectado, o que possibilita tomar ações corretivas durante o processo de fabricação, além do aumento da margem de lucros do fabricante, diminuindo a quantidade de tubos reprovados que poderiam ser aprovados. A Fig. 34 mostra a tela do equipamento com o sinal detectado pela técnica de correntes parasitas.

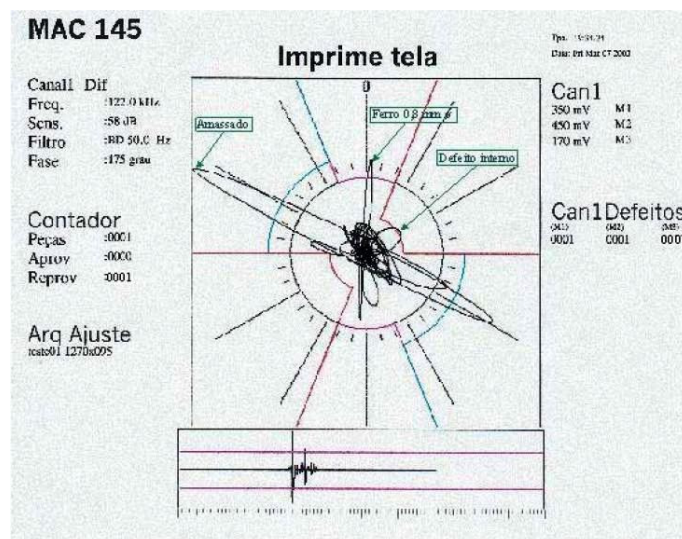


Fig. 34. Tela do equipamento de correntes parasitas mostrando os defeitos encontrados no corpo de prova (62).

Outro autor (63) propõe a técnica de correntes parasitas como substituição a técnica de partículas magnéticas para ensaios com soldas ferríticas. O objetivo principal de seu estudo foi examinar, em serviço, unidades móveis de perfuração offshore. Descontinuidades de 1,6 mm foram detectadas, além de trincas de fadiga e trincas provocadas pelo processo de produção. O ensaio de partículas magnéticas recebeu 87% de confiabilidade, enquanto que o ensaio de correntes parasitas recebeu 100%.

O ensaio de correntes parasitas pode ser usado em uma gama de aplicações industriais. Segundo os autores (64), as áreas mais comuns são detecção de trincas, verificação de tratamentos térmicos e verificação de características de peças e montagens. O ensaio pode ser manualmente, mas o uso de ensaio automático ou semi-automático pode aumentar a confiabilidade da inspeção.

Já o ensaio de correntes parasitas pulsadas se mostrou uma boa ferramenta para a detecção de estruturas em multicamadas e para a determinação de corrosão em subestruturas. O ensaio também foi capaz de detectar defeitos em duas e três camadas abaixo da superfície de ensaio (48). A Fig. 35 mostra o sinal transiente com diversos tipos de defeito.

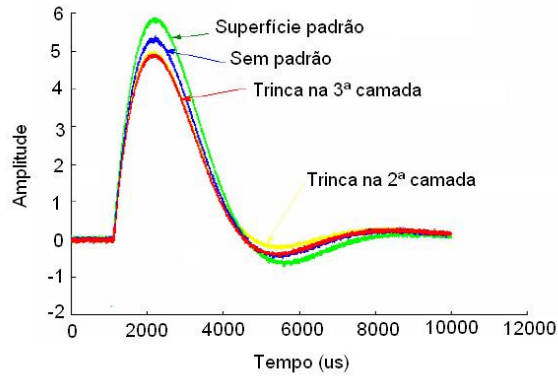


Fig. 35. Sinal transiente com os sinais dos defeitos (48).

Outros estudos (65) foram feitos para identificar trincas superficiais, defeitos e perdas de materiais usando a técnica de correntes parasitas pulsadas. Usando o parâmetro tempo de subida do sinal de PEC, os resultados ofereceram alguns benefícios, como: independência das dimensões da bobina e capacidade de produzir a profundidade de um defeito independente do tipo e da forma. A Fig. 36 mostra a diferença de sinais por perda de espessura usando o parâmetro tempo de subida.

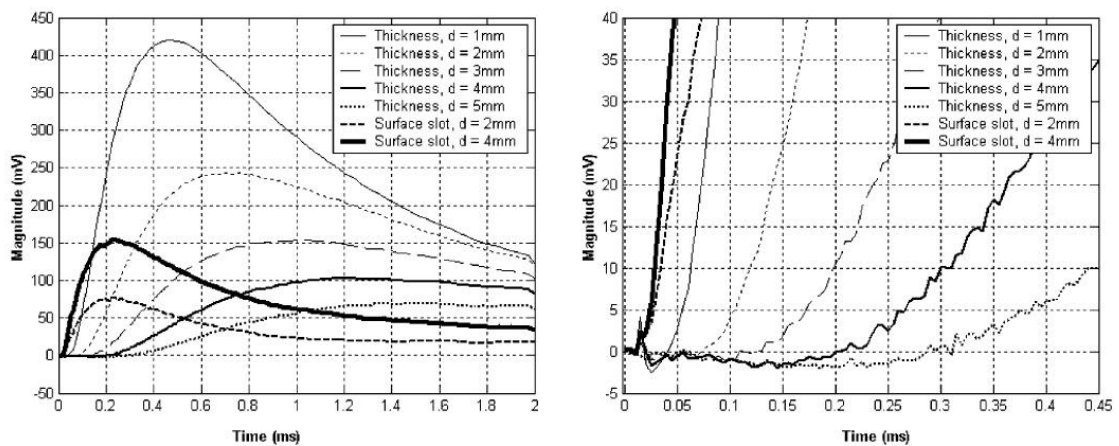


Fig. 36. Sinais de PEC para perda de espessura em corpos de prova de alumínio (65).

Estudos foram feitos (66) para analisar a capacidade de inspeção de juntas sobrepostas para detecção de trincas superficiais e sub-superficiais em aeronaves utilizando a técnica de correntes parasitas pulsadas.

Alguns autores (67) mostraram a influência dos parâmetros principais do ensaio de correntes parasitas pulsadas e deram algumas informações otimizadas sobre estes. A utilização desta técnica em aplicações de corrosão, a detecção de trincas em várias camadas do material, a penetração do ensaio muito maior e a não caracterização de camadas cementadas foram alguns resultados obtidos neste estudo. A Fig. 37 mostra como a técnica de PEC é capaz de detectar defeitos em subcamadas no material, e correlaciona a amplitude do sinal de PEC com a distância da subcamada. A Fig. 38 mostra os resultados obtidos para a caracterização de camadas cementadas usando o filtro FFT para ajustar melhor o sinal. Mesmo com tratamento de sinais o resultado mostrou-se complexo e difícil de caracterizar.

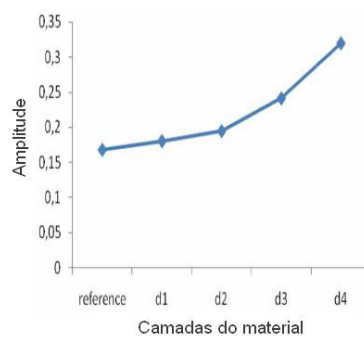


Fig. 37 . Relação entre a amplitude do sinal com a detecção de defeitos em subcamadas (67).

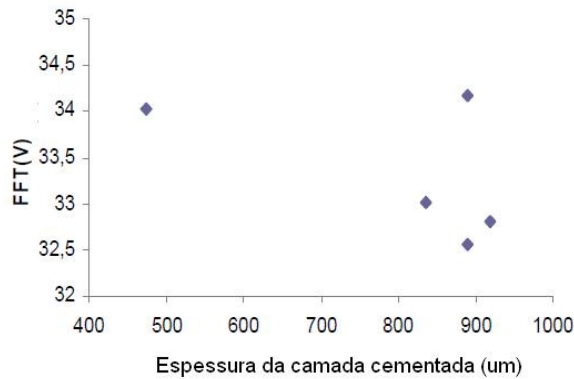


Fig. 38. Relação entre a amplitude do sinal com a espessura da camada cementada em corpos de prova de aço (67).

4. Técnicas de Caracterização

4.1. Microscopia Ótica (MO)

A técnica de microscopia ótica (MO) tem como objetivo permitir a observação de estruturas menores que a resolução do olho humano ($\sim 100 \mu\text{m}$). Na microscopia ótica, a luz transmitida ou refletida por uma amostra interage com o olho após passar por uma coluna de magnificação.

O microscópio ótico nos dá uma rápida análise de proporção de fases e uma informação sobre a morfologia, microestrutura e tamanho de grão de cada fase (68).

A Fig. 39 mostra, através de um diagrama esquemático, os principais componentes do microscópio ótico.

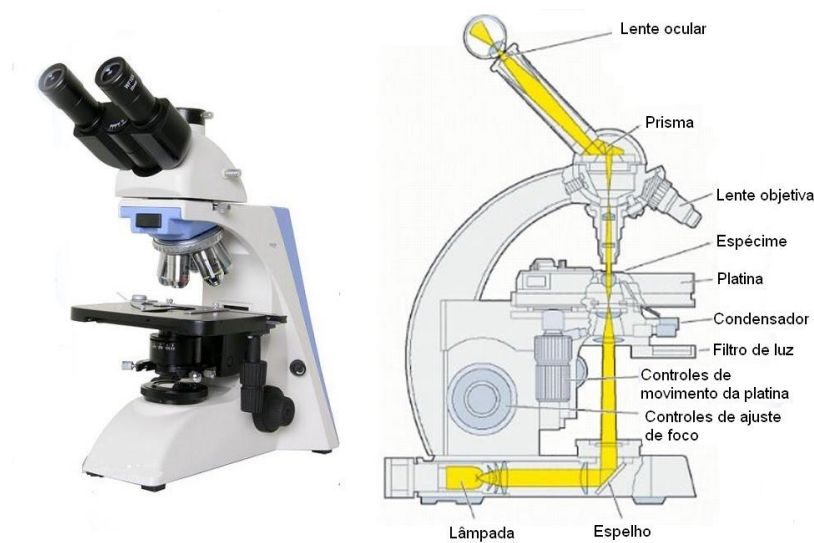


Fig. 39. Desenho esquemático do microscópio ótico.

4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um dos mais versáteis instrumentos disponíveis para a observação e análise das características microestruturais de materiais sólidos.

O princípio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) consiste em utilizar um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para explorar a superfície da amostra, ponto a ponto, por linhas sucessivas e transmitir o sinal do detector a uma tela. O sinal de imagem é resultado da interação do feixe incidente com a superfície da amostra. O sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, permitindo a observação (69).

A maioria dos instrumentos usa como fonte de elétrons um filamento de tungstênio (W) aquecido, operando numa faixa de tensões de aceleração de 1 a 50 kV. O tungstênio é tipicamente usado por ser o metal com mais alto ponto de fusão e mais baixa pressão de evaporação, permitindo que seja aquecido para a emissão de elétrons.

O feixe é acelerado pela alta tensão criada entre o filamento e o anodo. Ele é, em seguida, focalizado sobre a amostra por uma série de três lentes eletromagnéticas com um *spot* (diâmetro do feixe de elétrons) menor que 4 nm. O feixe interagindo com a amostra produz elétrons e fótons que podem ser coletadas por detectores adequados e convertidas em um sinal de vídeo (69). A Fig. 40 mostra o desenho esquemático do MEV.

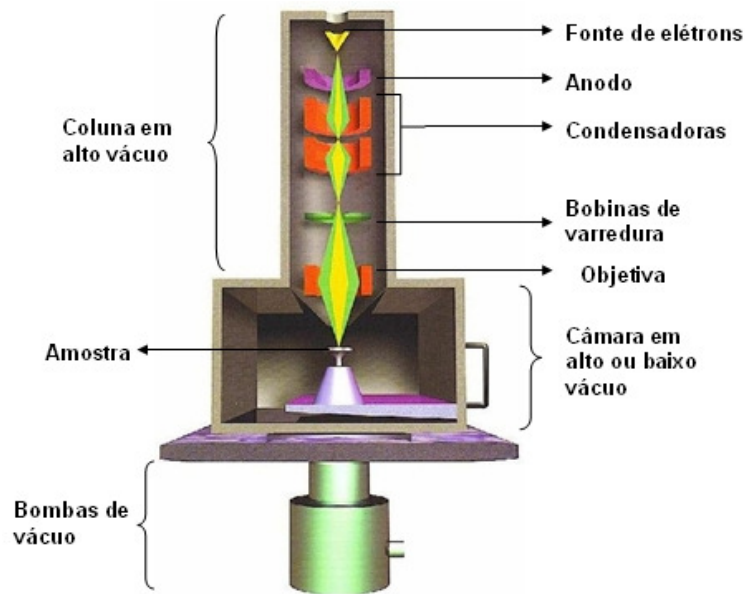


Fig. 40. Desenho esquemático do microscópio eletrônico de varredura (MEV) (70).

A imagem formada a partir do sinal captado na varredura eletrônica de uma superfície pode apresentar diferentes características, uma vez que a imagem resulta da amplificação de um sinal obtido de uma interação entre o feixe eletrônico e o material da amostra. Diferentes sinais podem ser emitidos pela amostra. Dentre os sinais emitidos, os mais utilizados para obtenção da imagem são originários dos elétrons secundários e/ou dos elétrons retroespalhados (69). O que diferencia estes sinais é o volume de interação entre o feixe incidente de elétrons e a profundidade da amostra. Este volume de interação gera os sinais que são detectados e utilizados para a formação da imagem e para a microanálise (70). A Fig. 41 mostra o desenho esquemático da interação dos feixes de elétrons com a região de incidência da amostra.

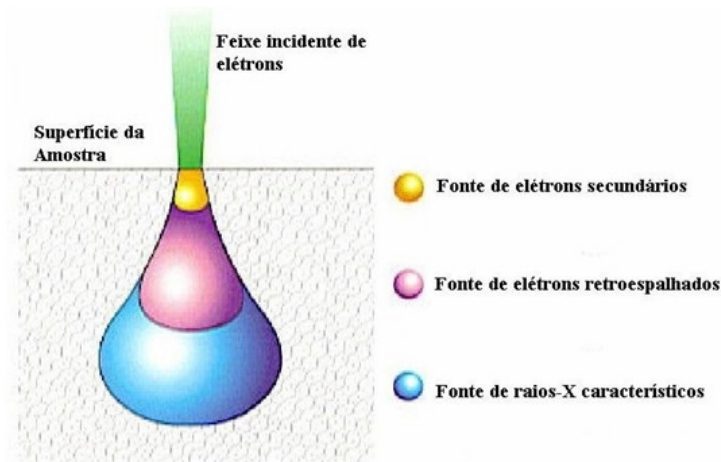


Fig. 41. Desenho esquemático da interação dos feixes de elétrons com a região de incidência da amostra (70).

EDS (energy dispersive x-ray detector)

O EDS é um acessório essencial no estudo de caracterização microscópica de materiais. Quando o feixe de elétrons incide sobre um material, os elétrons mais externos dos átomos e os íons constituintes são excitados, mudando de níveis energéticos. Ao retornarem para sua posição inicial, liberam a energia (E) adquirida a qual é emitida em comprimento de onda com frequência eletromagnética (ν) no espectro de raios-x, de acordo com a relação $E = h \cdot \nu$, onde h é a constante de Planck. Um detector instalado na câmara de vácuo do MEV mede a energia associada a esse elétron. A Fig. 42 mostra o desenho esquemático do funcionamento do detector de raios-x usado para espectroscopia por dispersão de energia (EDS).

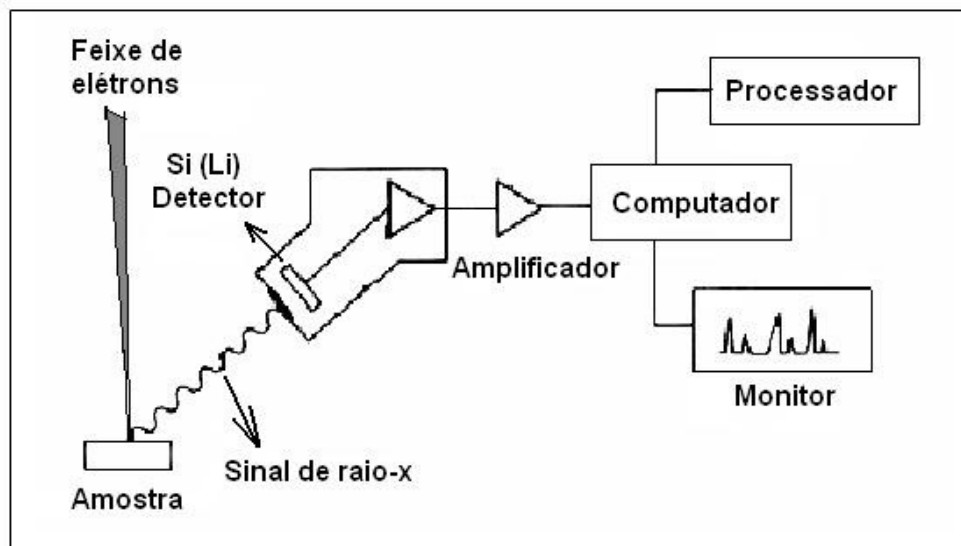


Fig. 42. Desenho esquemático do funcionamento do detector de raios-X usado para espectroscopia por dispersão de energia (EDS) (69).

Como os elétrons de um determinado átomo possuem energias distintas, é possível, no ponto de incidência do feixe, determinar quais os elementos químicos estão presentes naquele local e assim identificar em instantes que mineral está sendo observado. O diâmetro reduzido do feixe permite a determinação da composição mineral em amostras de tamanhos muito reduzidos (< 5 9m), permitindo uma análise quase que pontual. Além da identificação do material, o equipamento ainda permite o mapeamento da distribuição de elementos químicos, gerando mapas composicionais de elementos desejados.

Esses mapas composicionais possuem a abscissa sendo a energia dos fótons (keV) e a ordenada o número de fótons recebidos (contagens). O tempo necessário para adquirir o espectro de boa qualidade fica em torno de 2 minutos.

A Fig. 43 mostra um exemplo de espectro obtido para a determinação da fase sigma. Podemos observar, pelo espectro, que a fase sigma possui grandes concentrações dos elementos químicos Cr e Mo (10).

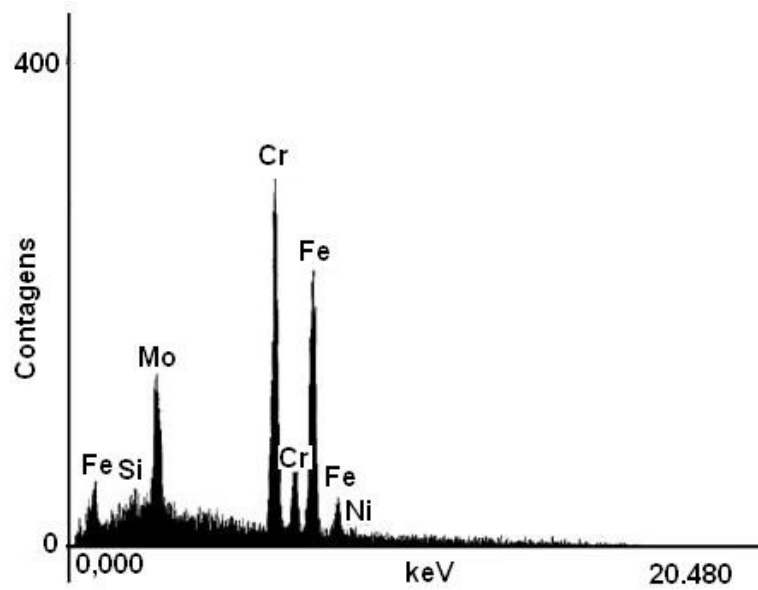
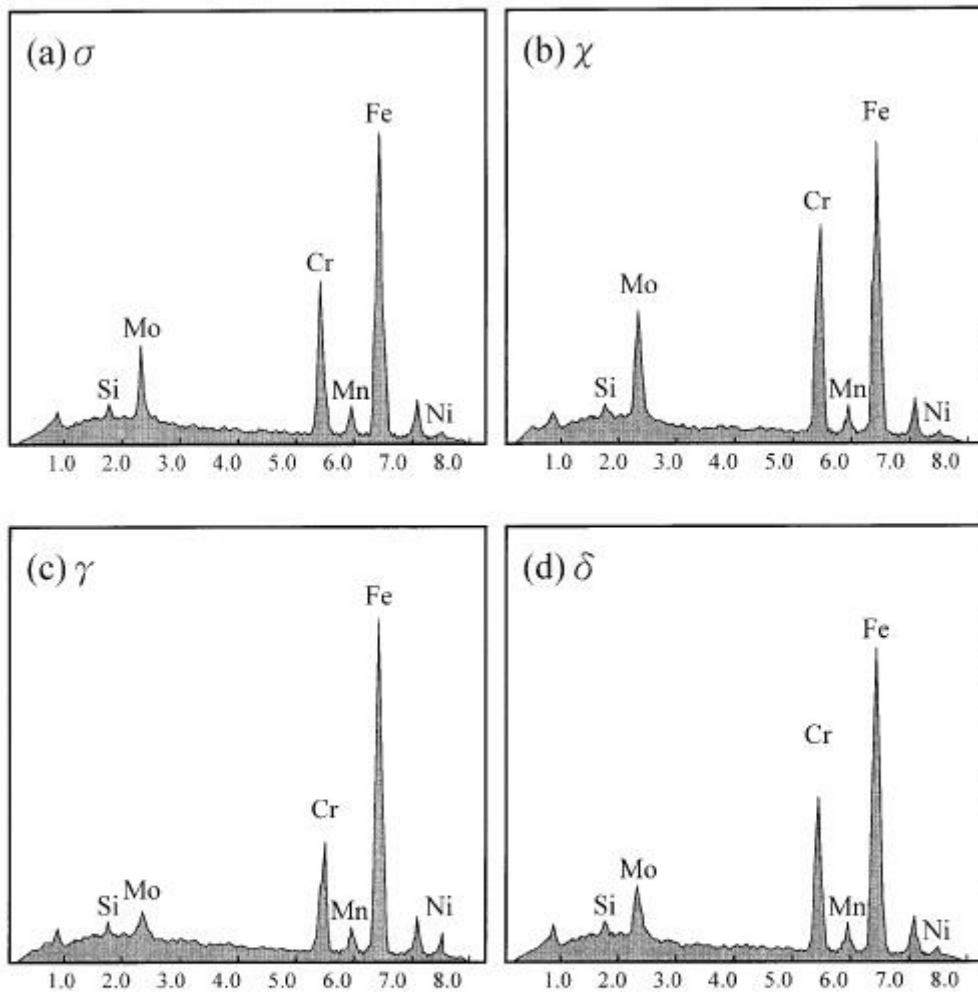


Fig. 43. Espectro de EDS para determinação da fase sigma (10).

A interpretação dos espectros é facilitada por uma base de dados que contém, para cada elemento, as energias e a intensidade das raia que as produziu. É possível localizar, para cada energia do espectro, a lista dos elementos que possuem uma raia neste domínio energético. E, também para cada elemento, fazer aparecer sobre o espectro um diagrama em barras representando a posição e as energias das raia deste elemento.

Outro exemplo de EDS feito pelos autores (19) para o aço inoxidável duplex mostrando a composição das fases ferrita e austenita e as fases intermetálicas sigma e chi está na Fig. 44. Este aço foi envelhecido a 900°C por 1 hora.



Chemical Compositions (wt%)			
Phases	Cr	Ni	Mo
σ	28.6	2.8	7.5
χ	25.7	2.6	14.6
γ	19.8	6.9	2.2
δ	25.1	3.4	4.5

Fig. 44. Espectro de EDS para as fases contidas no aço duplex: (a) σ , (b) χ , (c) γ , (d) δ e a composição química de cada fase (19).

4.3. Difração de Raios-x (DRX)

A caracterização microestrutural desses materiais não deve ser feita apenas por meio de microscopias óptica e eletrônica de varredura. Ensaio de difração de raios-x constituem

uma técnica eficaz e rápida para detectar as fases presentes na microestrutura e os parâmetros de rede de cada fase.

4.3.1. Geração de Raios-X

Raios-X são radiações eletromagnéticas com energia de fótons na faixa de 100 eV – 1000 keV. Por causa do comprimento de onda dos raios-x serem comparados ao tamanho atômico, estes são ideais para sondar o arranjo estrutural dos átomos e moléculas no material.

Raios-X são gerados quando um feixe de elétrons acelerados através de um campo de alta tensão bombardeia um alvo fixo. Quando os elétrons colidem com os átomos do alvo, um espectro contínuo de raios-x é emitido. Os elétrons de alta energia também podem ejetar elétrons das camadas internas dos átomos através do processo de ionização.

Os tubos de raios-X mais comumente utilizados são cobre e molibdênio, que emitem de 8keV a 14keV de raios-X com comprimentos de onda correspondente de 1,54 e 0,8 Å.

4.3.2. A Lei de Bragg

W. L. Bragg propôs uma interpretação simplificada para o fenômeno de difração de raios-x. Ele propôs que os planos cristalinos refletem raios-x como os espelhos planos refletem a luz visível (71).

Tal analogia não deve ser levada por completo, pois para que haja reflexão de raios-x é necessário que haja interferência construtiva, ou seja, reforço das ondas refletidas. A interferência construtiva entre os raios refletidos da origem aos picos no padrão de difração.

O processo de interferência construtiva da radiação espalhada pelos planos adjacentes de uma estrutura cristalina, cujos átomos são arranjados de forma organizada e periódica é descrito conforme a lei de Bragg (71).

Para deduzir tal equação, consideremos um feixe de raios-x incidindo sobre planos paralelos de distância interplanar d , sob um ângulo θ (72) , como mostra a Fig. 4.7.

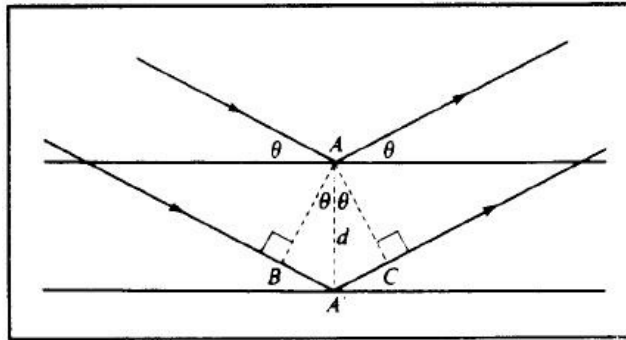


Fig. 45. Geometria da dedução da lei de Bragg (72).

Para que haja interferência construtiva dos feixes de raios-x refletidos pelos diferentes planos é necessário que a diferença entre os caminhos percorridos seja múltipla do seu comprimento de onda λ . A diferença de caminho mostrada na Fig. 45 é \underline{BAC} . Portanto,

$$\underline{BAC} = n\lambda$$

onde n é um número inteiro que representa os feixes em fase.

Por semelhança de triângulos temos que:

$$\underline{BA} = \underline{AC}$$

$$2BA = n\lambda$$

e

$$\text{sen}\theta = BA/d$$

Portanto:

$$\mathbf{n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \text{sen}\theta}$$

que é a conhecida Lei de Bragg.

A Lei de Bragg é uma das mais importantes leis para interpretar dados de difração de raios-x.

O difratograma, devidamente indexado, mostra em cada pico as fases cristalinas presentes e seguida por um conjunto de números entre parêntesis, contendo três algarismos

que representam os índices de Müller dos planos atômicos refletos. Difrátogramas, numa faixa de ângulos de difração que varia entre 40° até 60°, são muito comuns de se encontrar em trabalhos publicados na literatura técnica.

A limitação desse ensaio está vinculada à quantidade de microconstituintes e fases precipitadas, os quais devem apresentar-se em concentrações superiores a 5% em volume na microestrutura.

5. Materiais e Métodos

5.1. Corpos de Prova

Foram utilizados 8 corpos de prova de aços inoxidáveis duplex do tipo UNS S31803 (também conhecido como 45N, SAF 2205 ou DIN W. Nr. 1.4462), com composição química dada na Tabela 5.

Tabela 5. Composição química do aço usado no trabalho.

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni
0,034	0,283	1,78	22,02	2,87	5,58

Os corpos de prova foram cortados nas dimensões 50 mm de comprimento, 32 mm de largura e 4 mm de espessura.

5.2. Tratamentos Térmicos

Com o objetivo de mudar a microestrutura do aço inoxidável duplex e induzir a precipitação de fase sigma foram feitos 4 tratamentos térmicos.

Foram realizados tratamentos térmicos de solubilização em todas as amostras a fim de igualar a composição das fases ferrita e austenita, garantindo assim ótimas propriedades do aço duplex.

O tratamento de solubilização foi feito na temperatura de 1120°C por 1 hora e após, um resfriamento rápido para garantir que nenhuma fase intermetálica precipite.

Após os tratamentos de solubilização, cada corpo de prova recebeu um tratamento térmico específico a fim de precipitar certa quantidade de fase intermetálica sigma. Dois deles só receberam o tratamento de solubilização.

Os corpos de prova e os respectivos tratamentos térmicos estão descritos na Tabela 6. Note que foram feitos os mesmos tratamentos em 2 corpos de prova, para avaliar a reprodutibilidade do ensaio.

Tabela 6. Corpos de prova com seus respectivos tratamentos térmicos.

Corpos de Prova	Tratamentos térmicos
CP 1	1120°C – 1h
CP 2	1120°C – 1h
CP 3	1120°C – 1h + 800°C – 30 min.
CP 4	1120°C – 1h + 800°C – 30 min.
CP 5	1120°C – 1h + 800°C – 1h
CP 6	1120°C – 1h + 800°C – 1h
CP 7	1120°C – 1h + 750°C – 2h
CP 8	1120°C – 1h + 750°C – 2h

A utilização de corpos de prova com diferentes quantidades de fase sigma foi feita para avaliar se o ensaio de correntes parasitas pulsadas é capaz de caracterizar e correlacionar este efeito.

5.3. Metalografia

Para que fosse feita a análise quantitativa das fases presentes e sua caracterização microestrutural, bem como tamanho de grão e morfologia, foram retirados dos corpos de prova pequenas amostras de 15 mm de comprimento, 5 mm de largura e 4 mm de espessura. Estas foram embutidas com embutimento condutor. O lixamento foi feito usando as seguintes lixas: 100, 220, 320, 400, 500, 600 e 1500. O polimento foi feito com pastas de diamante de 6 µm, 3 µm e 1 µm. Foi feito ataque eletrolítico usando a solução de NaOH 30% em um potencial de 3 V por 15 segundos. Esta solução revela principalmente a fase ferrita e a fase sigma (73). O processo de ataque eletrolítico foi feito utilizando a norma ASTM A 923 (74).

5.4. Microscopia Óptica (MO)

Com o objetivo de se analisar qualitativamente os microconstituintes de todas as amostras, estas foram analisadas, inicialmente em um microscópio ótico, modelo OLYMPUS BX 60M.

5.5. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As análises microestruturais do aço inoxidável duplex foram realizadas através da microscopia eletrônica de varredura utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de 30 kV com capacidade de baixo vácuo (ZEISS MA-25) e sistemas de detecção de EDS e EBSD (Sistema integrado Oxford Inca Synergy 350).

A microscopia eletrônica é uma das técnicas mais importantes, pois através dela é feita a identificação das fases de acordo com a sua morfologia.

Foram capturadas 30 imagens em campos aleatórios dos corpos de prova para que fossem feitas, posteriormente, as medidas de fração volumétrica.

5.6. EDS (Energy Dispersive X-Ray Detector)

Além das imagens de MEV foram feitas análises de espectrometria de energia dispersiva de raios-X (EDS) nas amostras. A análise por EDS foi feita com o objetivo de analisar as fases presentes na amostra de acordo com o elemento químico presente com cada uma das fases.

5.7. Contagem das fases

A contagem das fases ferrita, austenita e sigma foi feita de acordo com a norma ASTM E 1245-03 (75), utilizando as 30 imagens capturadas com o MEV. Com o software ImagePro® foi possível obter uma medida de fração volumétrica média dos corpos de provas.

5.8. Correntes Parasitas Pulsada

Para o ensaio de correntes parasitas pulsadas foi utilizado um gerador de onda quadrada Agilent 33250 A, um osciloscópio Tektronix TDS 2022 B, uma sonda de fabricada no LNDC e uma bateria de 9 V.

O ensaio consiste na geração de pulsos de onda quadrada que excitam a bobina. O tamanho do pulso utilizado neste trabalho foi de 1 ms, com uma freqüência de 100 Hz e amplitude de 3 V. A resposta da bobina durante o ciclo de onda quadrada foi captada pelo sensor GMR e transferida para o osciloscópio.

A sonda possui uma bobina de núcleo de ar com as especificações mostradas na Fig. 46. A componente do campo elétrico resultante perpendicular à superfície do corpo de prova é medida usando um sensor GMR no eixo da bobina, alimentado por uma bateria de 9 V.

A sonda possui também um ímã polarizador, que tem a função de aumentar a faixa de leitura do campo magnético, facilitando assim a interpretação dos resultados.

O desenho esquemático da sonda utilizada é mostrado na Fig. 46 e suas dimensões está mostrada na Fig. 47.

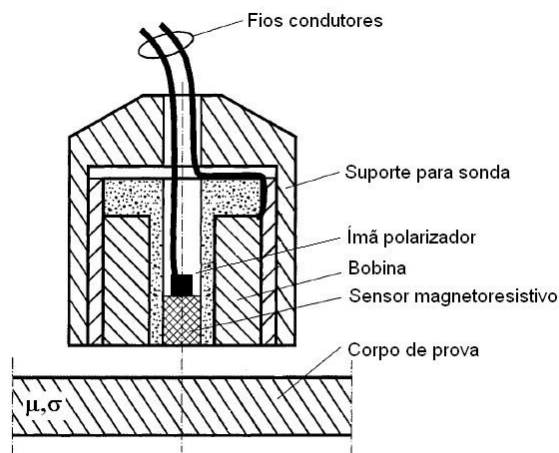


Fig. 46. Desenho esquemático da sonda utilizada.

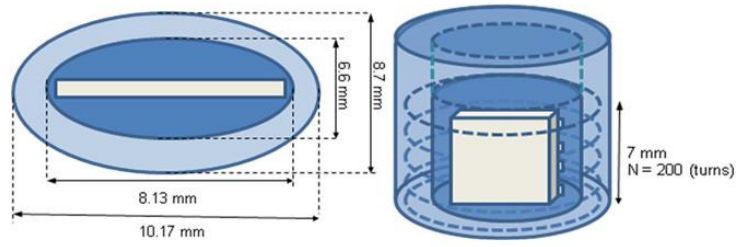


Fig. 47. Dimensões da sonda utilizada.

A fotografia da sonda utilizada no ensaio é mostrada na Fig. 48.

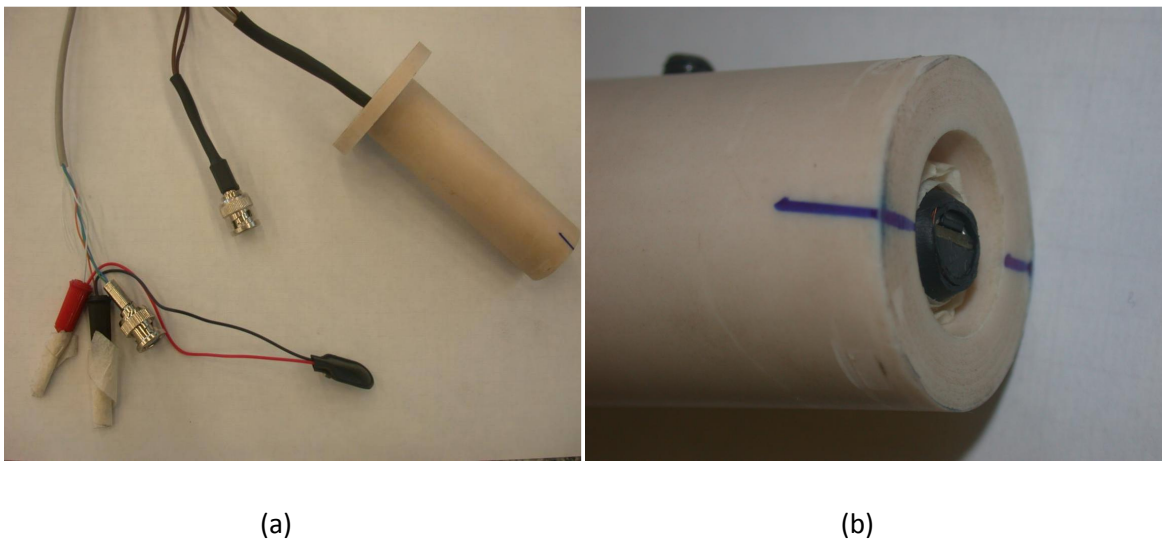


Fig. 48. (a) Fotografia da sonda utilizada no ensaio, (b) Detalhe do sensor GMR acoplado a bobina.

A Fig. 49 mostra os equipamentos utilizados no ensaio de correntes parasitas.

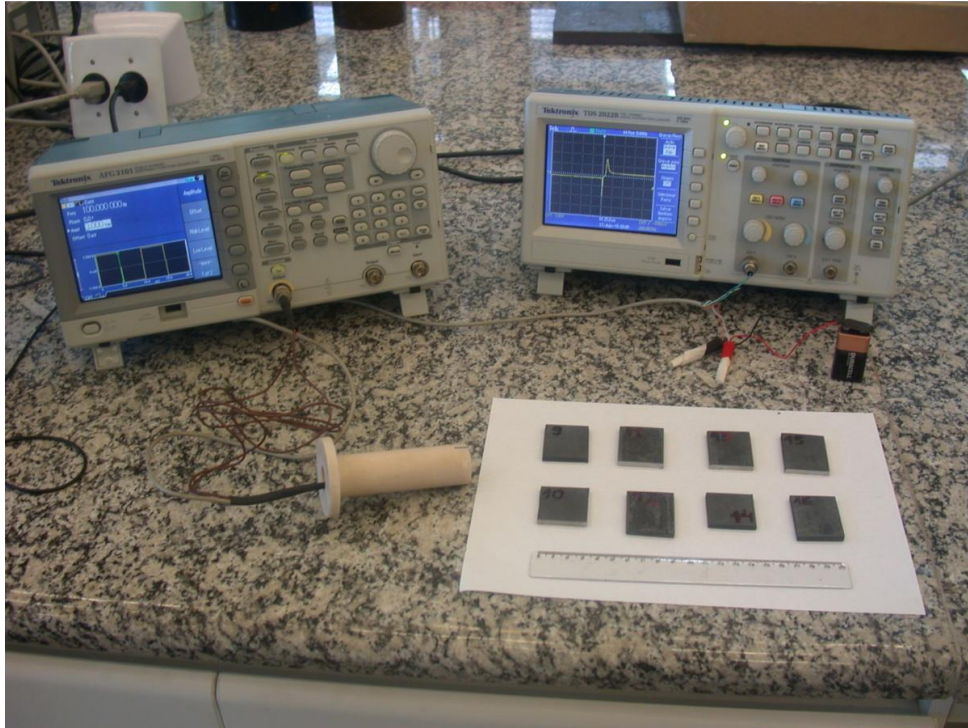


Fig. 49. Equipamentos utilizados no ensaio de correntes parasitas.

Foram feitas 30 leituras em diferentes regiões de cada corpo de prova. A resposta das leituras para cada corpo de prova foi transferida para o software matemático Microsoft Origin[®], onde foi feita uma média aritmética dos sinais, a fim de minimizar os ruídos existentes.

5.9. Difração de Raios-x

A técnica de difração de raios-x foi utilizada para identificar as fases presentes nos aços inoxidáveis duplex nas diferentes condições de tratamentos térmicos.

O equipamento utilizado foi um D8 Discover da Bruker AXS em uma configuração θ - 2θ , com goniômetro horizontal e com $1/4$ de círculo Euleriano, mostrado na Fig. 50. A fonte de radiação utilizada foi a do cobalto ($\text{CoK}\alpha$) com comprimento de onda de 1.78897\AA , uma fonte de 35KV, 40mA e uma velocidade de varredura de variável mas em média com varreduras de $0,01^\circ/\text{min}$, a temperatura ambiente. A ótica primária utilizada foi ad o espelho de Goebel, que gera feixes de raio-x paralelos. A ótica secundária constou de um detector do tipo PSD (Point Scanning Detector) que possibilita análises precisas com grande rapidez. Os picos representam

reflexões de planos atômicos posicionados de tal forma em relação ao feixe, que a Lei de Bragg seja plenamente satisfeita.

As fases cristalinas foram identificadas pela indexação dos picos utilizando padrões difratométricos individuais de cada fase disponibilizados em arquivos eletrônicos da coleção JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standards), utilizando-se os softwares PDF Maint e EVA. A análise quantitativa foi realizada empregando-se o método de Rietveld, que tem como principal característica o ajuste dos parâmetros estruturais de um modelo da estrutura e parâmetros instrumentais. O ajuste desses parâmetros é feito a partir de uma rotina matemática chamada de mínimos quadrados. Esses parâmetros atingem valores realísticos pela concordância do difractograma calculado com o difractograma experimental (76).



Fig. 50. Equipamento de difração de raios-x utilizado.

6. Resultados e Discussão

6.1. Análise Metalográfica

A microestrutura do aço inoxidável duplex foi caracterizada por microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV).

Neste tópico serão apresentadas somente as micrografias dos corpos de prova ímpares, pois não há necessidade de mostrar as duas imagens iguais, visto que a reprodutibilidade dos tratamentos térmicos foi garantida.

A Fig. 51 mostra a microestrutura característica do CP 1 que foi submetido ao tratamento térmico de solubilização. Pode-se observar que a microestrutura é formada por fase ferrita (δ) e fase austenita (γ). Não foi observada a presença de fase sigma neste caso.

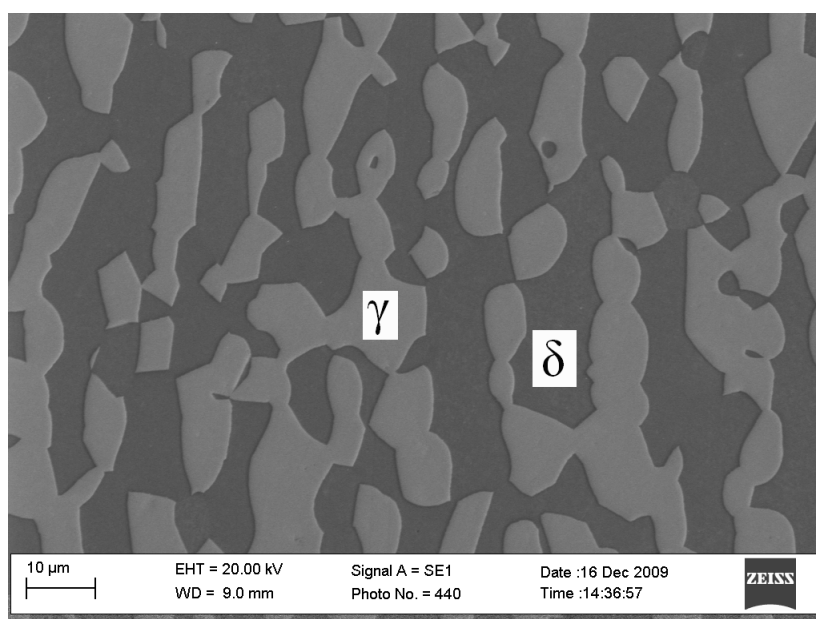


Fig. 51. Microestrutura do CP 1 com o tratamento térmico de solubilização.

A Fig. 52 mostra a microestrutura característica do CP 3 submetido ao tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 800°C por 30 min. Pode-se observar que a microestrutura é formada por fase ferrita (δ), fase austenita (γ) e fase sigma precipitada (σ), como pontos brilhantes, na interface entre as fases ferrita e austenita.

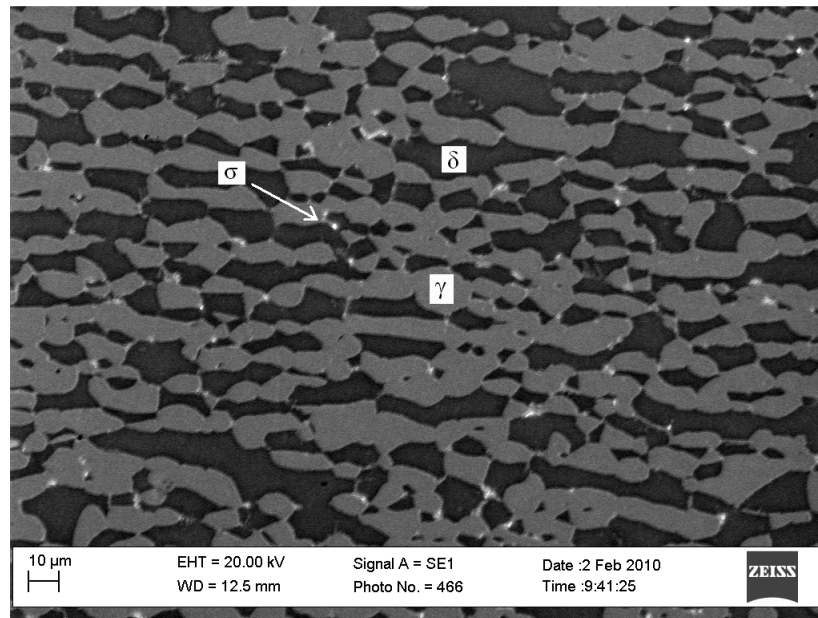


Fig. 52. Microestrutura do CP 3 com o tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 800°C por 30 min.

Essa precipitação de fase sigma na interface entre as fases ferrita e austenita foi citada na revisão como sítio preferencial para nucleação de fases secundárias.

A Fig. 53 mostra a microestrutura característica do CP 5 submetido ao tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 800°C por 1h. A microestrutura é formada por fase ferrita (δ), fase austenita (γ) e fase sigma (σ) precipitada nos contornos de grãos. Pode-se perceber que a fase sigma nucleia nos contornos de grão e cresce no grão ferrítico.

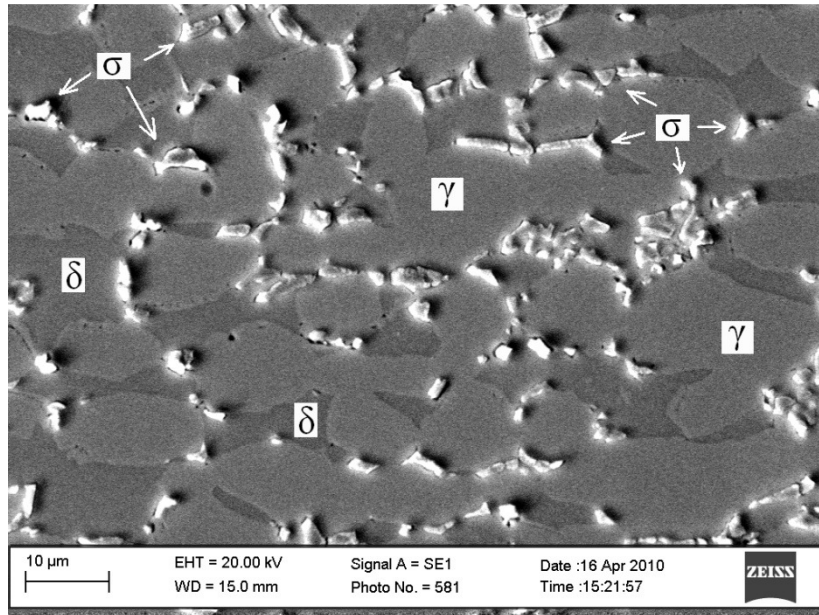


Fig. 53. Microestrutura do CP 5 com o tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 800°C por 1h.

A Fig. 54 mostra a microestrutura característica do CP 7 submetido ao tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 750°C por 2h. A microestrutura é formada por fase ferrita (δ), fase austenita (γ) e fase sigma (σ) precipitada no grão ferrítico. Pode-se observar que a fase sigma toma o lugar da fase ferrita. A medida que cresce o percentual de fase sigma, decresce o percentual de fase ferrita.

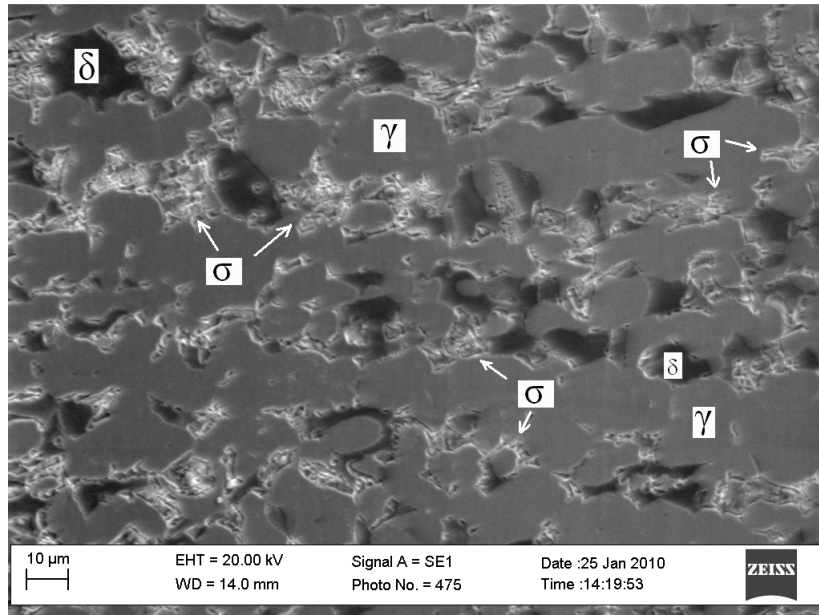


Fig. 54. Microestruturas do CP 7 com o tratamento térmico de solubilização seguido de um envelhecimento a 750°C por 2h.

6.2. Contagem de fases

Com imagens semelhantes às imagens mostradas previamente, foi feita a contagem das fases presentes em cada amostra e foram obtidos os valores de fração volumétrica de cada fase.

A Tabela 7 mostra os valores de contagem das fases sigma, ferrita e austenita para os corpos de prova de aço duplex.

Tabela 7. Valores de fração volumétrica das fases ferrita, austenita e sigma.

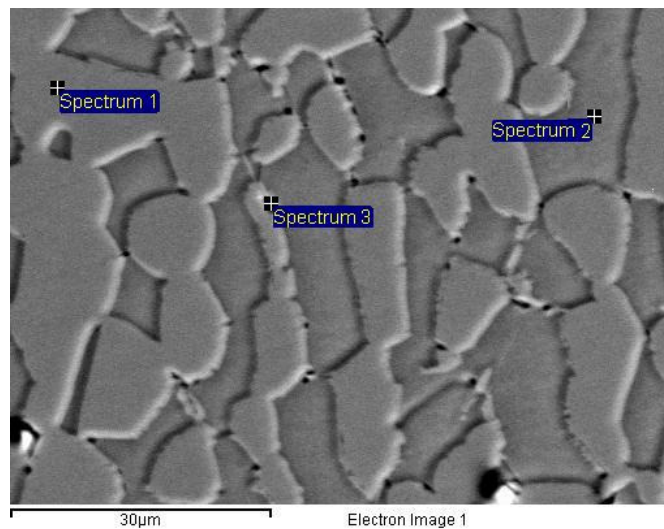
Amostra	Percentual de fase sigma	Percentual de fase ferrita	Percentual de fase austenita
CP 1	0 %	55,44 %	44,56 %
CP 2	0 %	55,49 %	44,51 %
CP 3	0,70 %	55,92 %	43,38 %

CP 4	0,75 %	55,69 %	43,56 %
CP 5	8,44 %	42,46 %	49,10 %
CP 6	8,36 %	45,88 %	45,76 %
CP 7	15,63 %	37,12 %	47,25 %
CP 8	15,08 %	37,64 %	47,28 %

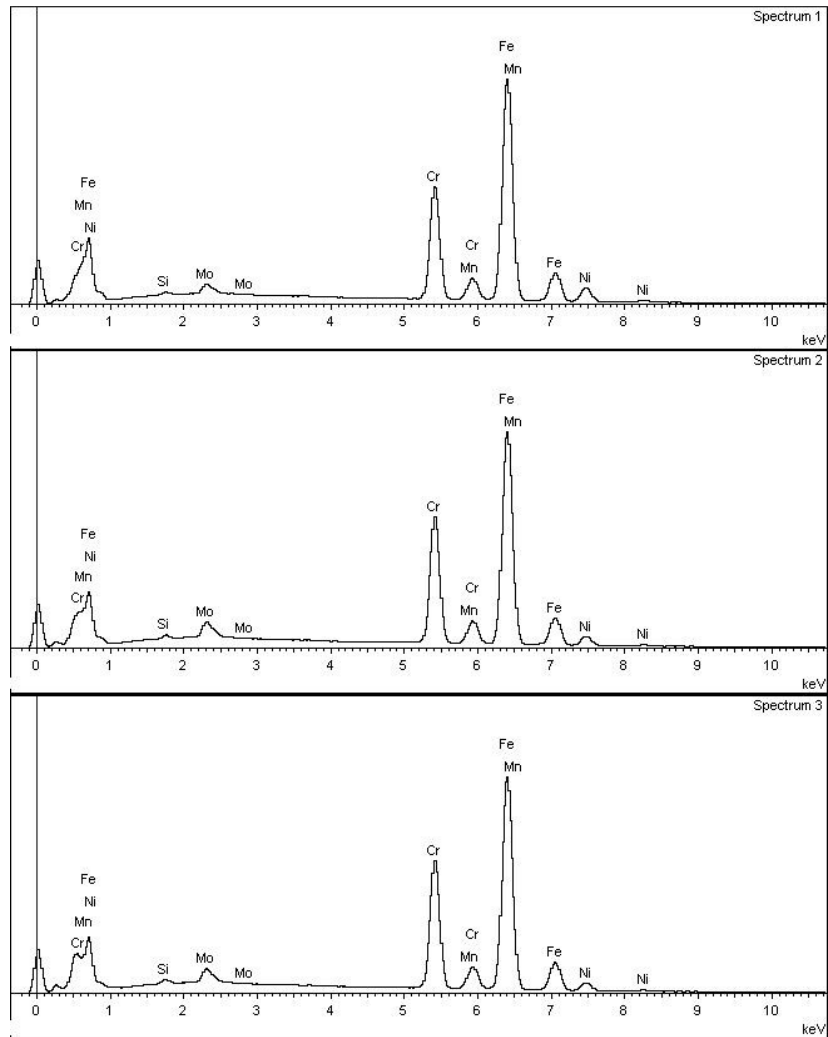
6.3. EDS

O espectro de EDS para o CP 1 não será mostrado neste trabalho, pois já foi visto na revisão bibliográfica, na Fig. 44, como se apresenta este espectro. Assim como o espectro de EDS da Fig. 44, o espectro obtido para o CP 1 apresenta um percentual de cromo mais elevado na fase ferrita e um percentual de níquel mais elevado na fase austenita.

A análise de EDS feita para o CP3 está mostrada na Fig. 55.



(a)

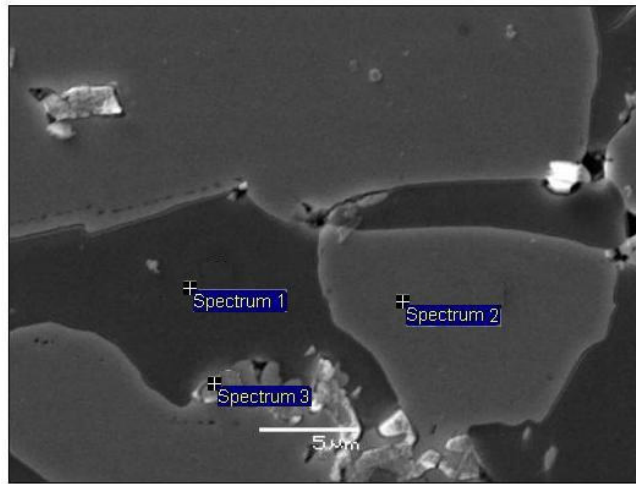


(b)

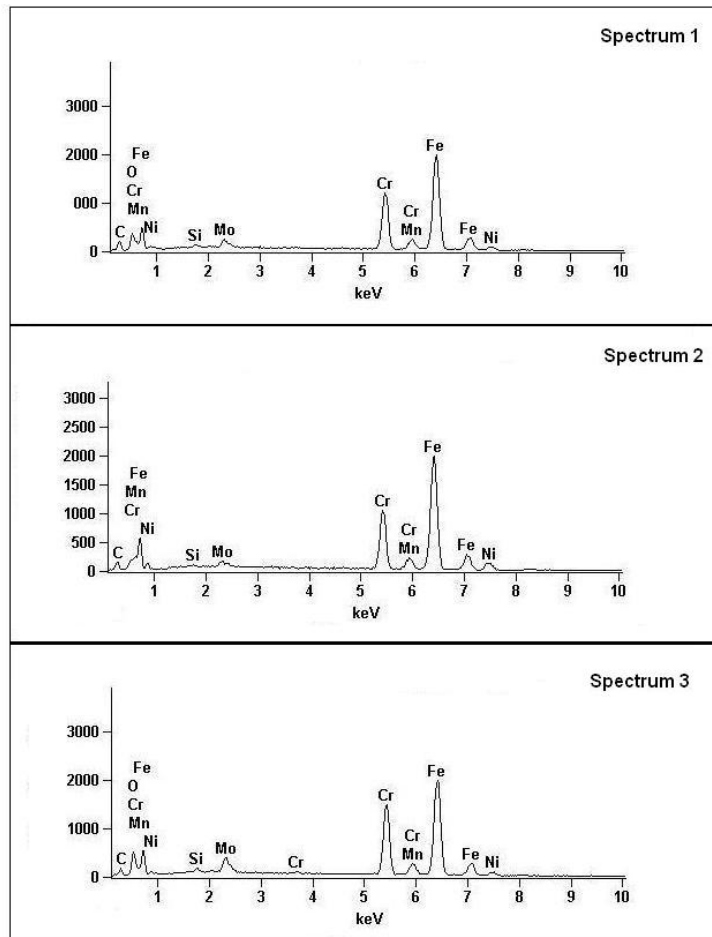
Fig. 55. Análise por EDS: (a) Imagem de MEV com os pontos onde ocorreu a análise por EDS do CP 3; (b) Espectros de EDS para os respectivos pontos.

Pode-se observar que a fase austenita, representada pelo espectro 1, apresenta percentual de níquel mais elevado, enquanto que a fase ferrita, representada pelo espectro 2, apresenta percentual de cromo mais elevado. A fase sigma, representada pelo espectro 3, entretanto, apresenta percentual de cromo e molibdênio elevados, e para esta fase, a soma desses dois elementos geralmente se aproxima da metade do percentual de ferro da amostra.

A Fig. 56 mostra a análise de EDS feita para o CP 5



(a)

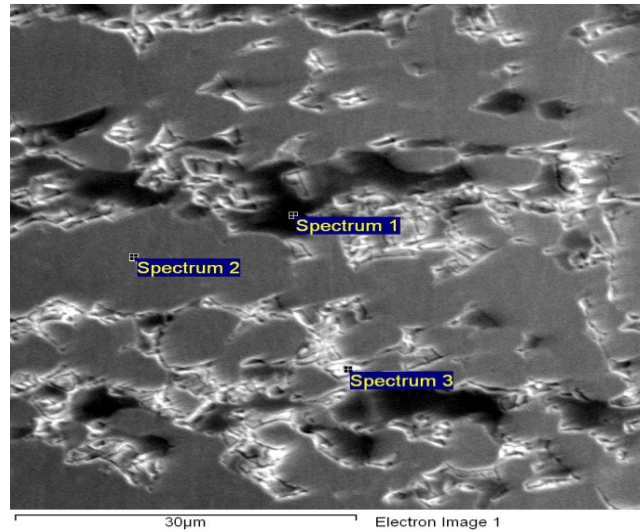


(b)

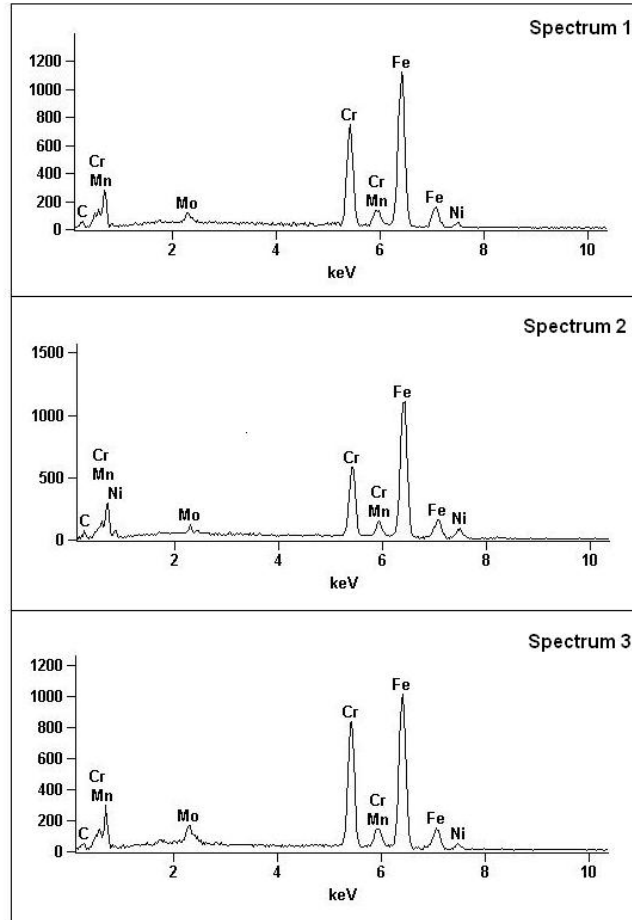
Fig. 56. Análise por EDS: (a) Imagem de MEV com os pontos onde ocorreu a análise por EDS do CP 5; (b) Espectros de EDS para os respectivos pontos.

Pode-se observar que a fase ferrita, representada pelo espectro 1, apresenta um percentual de cromo mais elevado e a fase austenita, representada pelo espectro 2, apresenta um percentual de níquel mais elevado. A fase sigma, por sua vez, apresenta percentual de cromo e molibdênio elevados, e para esta fase, a soma desses dois elementos geralmente se aproxima da metade do percentual de ferro da amostra.

A Fig. 57 mostra a análise de EDS feita para o CP 7.



(a)



(b)

Fig. 57. Análise por EDS: (a) Imagem de MEV com os pontos onde ocorreu a análise por EDS do CP 7; (b) Espectros de EDS para os respectivos pontos.

Pode-se observar que a fase ferrita, representada pelo espectro 1, apresenta percentual de cromo mais elevado, enquanto que a fase austenita, representada pelo espectro 2, apresenta percentual de níquel mais elevado. A fase sigma, representada pelo espectro 3, entretanto, apresenta percentual de cromo e molibdênio elevados, e para esta fase, a soma desses dois elementos geralmente se aproxima da metade do percentual de ferro da amostra.

6.4. Correntes parasitas pulsadas (PEC)

A Fig. 58 mostra o sinal obtido no ensaio de correntes parasitas pulsadas (PEC) para os CP 1, CP 3, CP 5 e CP 7.

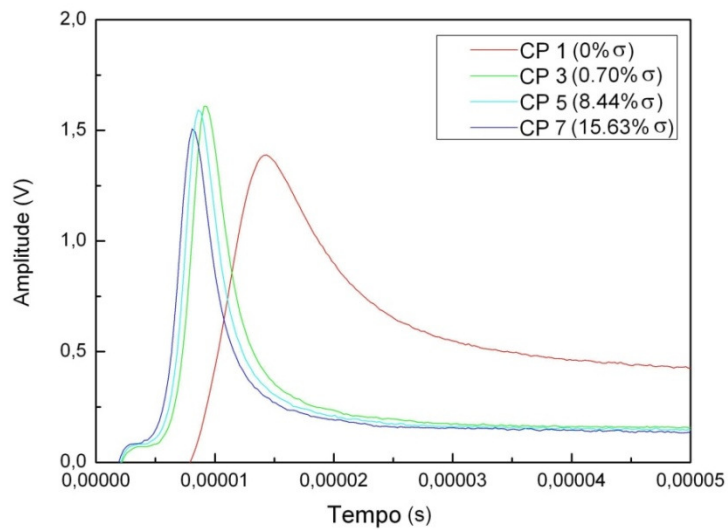
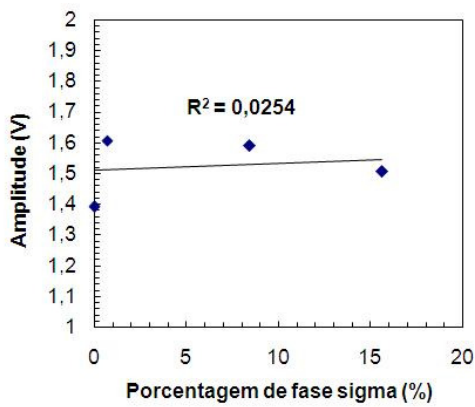


Fig. 58. Sinal obtido pelo ensaio de PEC para os corpos de prova com diferentes percentuais de fase sigma.

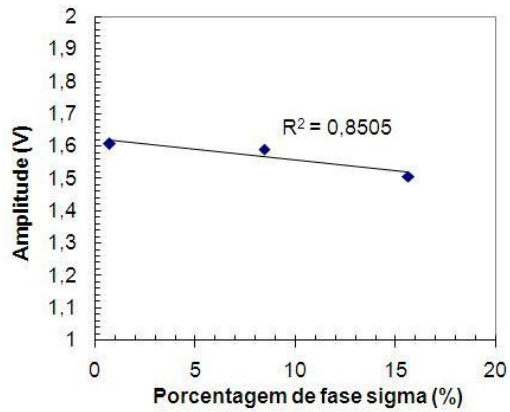
Através da Fig. 58, pode-se perceber que o ensaio de correntes parasitas pulsadas (PEC) é capaz de diferenciar os corpos de prova com diferentes percentuais de fase sigma. O corpo de prova que apresenta menor fração volumétrica de fase sigma apresenta maior tempo que o sinal atinge o máximo. O CP 1 apresenta amplitude 1,392 V e o tempo em que o sinal atinge o máximo em $1,424 \times 10^{-5}$ s. O CP 2 apresenta amplitude 1,608 V e o tempo em que o sinal atinge o máximo em $9,200 \times 10^{-6}$ s. O CP 3 apresenta amplitude 1,592 V e o tempo em que o sinal atinge o máximo em $8,581 \times 10^{-6}$ s. E, finalmente, o CP 4 apresenta amplitude 1,507 V e o tempo em que o sinal atinge o máximo em $8,080 \times 10^{-6}$ s.

Uma maneira quantitativa de correlacionar os parâmetros importantes do sinal de PEC com o percentual de fase sigma é utilizando a ferramenta estatística R-quadrado. Esta ferramenta mede a proporção da variabilidade em Y que é explicada por X, e é uma função direta da correlação entre as variáveis (77). Um valor de R-quadrado muito próximo de um indica uma forte relação entre as duas variáveis.

Plotando os valores de amplitude do sinal versus percentual de fase sigma, temos a correlação entre eles dada pelo valor de R-quadrado, mostrada na Fig. 59. Considerando o CP 1, percebe-se que a correlação é baixa, 2,54%. Porém se não considerarmos o CP 1, que não possui fase sigma, a correlação aumenta bastante chegando a 85,05%.



(a)



(b)

Fig. 59. Correlação entre a amplitude do sinal e a porcentagem de fase sigma (a) considerando o CP 1 e (b) não considerando o CP 1.

O mesmo pode ser feito para o parâmetro tempo que o sinal atinge o máximo. Plotando os valores do tempo versus o percentual de fase sigma, podemos obter a correlação entre eles dada pelo valor de R-quadrado, como mostra a Fig. 60. Considerando o CP 1, percebe-se que a correlação é baixa, 47,13%. Porém se não considerarmos o CP 1, que não possui fase sigma, a correlação aumenta significativamente chegando a 99,84%.

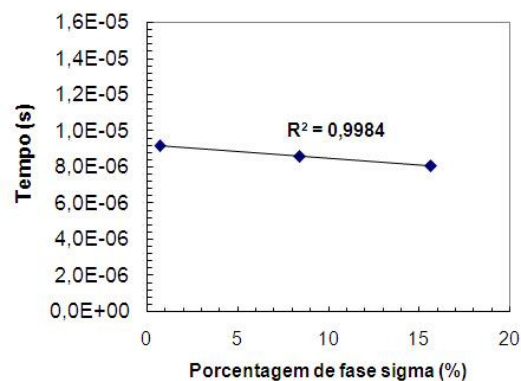
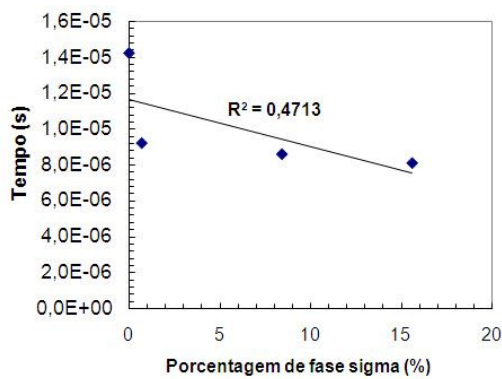


Fig. 60. Correlação entre o tempo que o sinal atinge o máximo e a porcentagem de fase sigma (a) considerando o CP 1 e (b) não considerando o CP 1.

Esta diferença na correlação causada pela presença do CP 1 pode ser explicada pelo fato do CP 1, que não contém fase sigma, ser ferromagnético e causar uma perturbação no

sinal. Além disto, a técnica de correntes parasitas pulsadas possui uma maior complexidade para examinar materiais ferromagnéticos.

6.5. Difração de Raios-x

O difractograma apresentado na Fig. 61 mostra o resultado da difração de raios-x para o CP 1 com uma microestrutura formada por ferrita (δ) e austenita (γ) e seus respectivos planos cristalográficos.

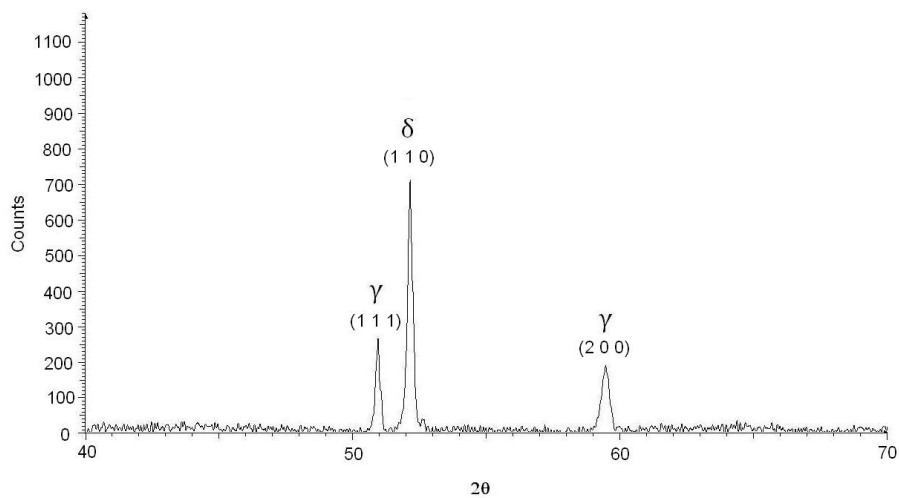


Fig. 61. Difractograma do CP 1.

A Fig. 62 mostra o difractograma feito para o CP 3. Observa-se que a microestrutura é formada por ferrita (δ) e austenita (γ). Neste caso, a técnica de difração de raios-x não consegue identificar a fase sigma. Isso ocorre, provavelmente, por causa do percentual de fase sigma que é inferior a 2%, que é o limite de detecção do equipamento de difração de raios-x.

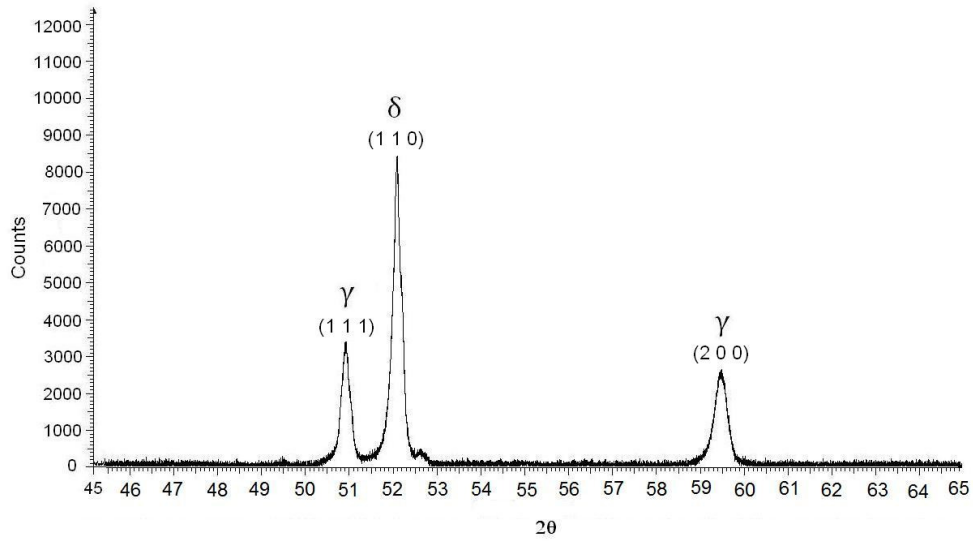


Fig. 62. Difractograma do CP 3.

A Fig. 63 mostra que o CP 5 possui uma microestrutura formada por ferrita (δ), austenita (γ) e sigma (σ), com seus respectivos planos cristalográficos.

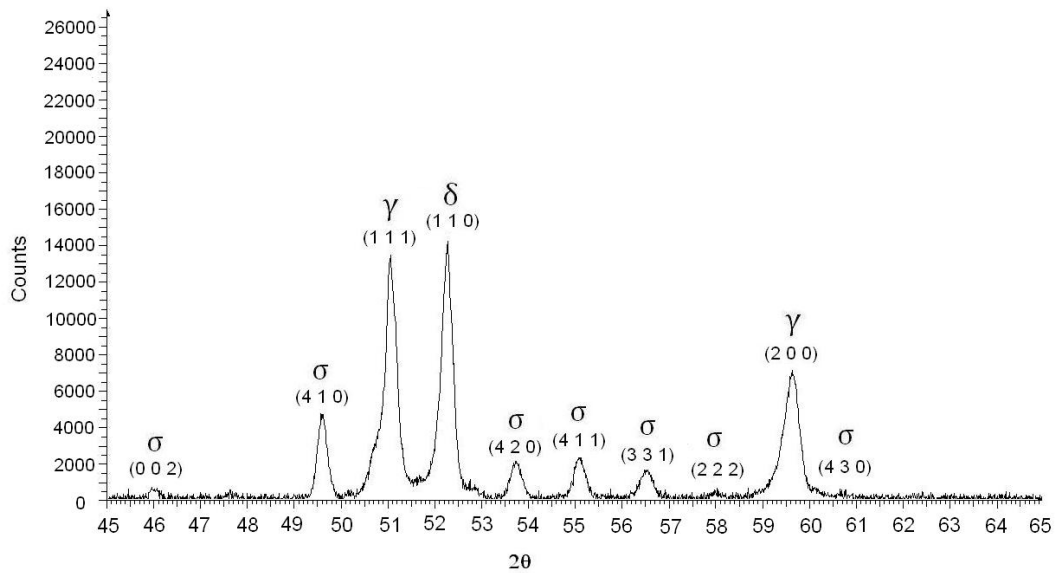


Fig. 63. Difractograma do CP 5.

A Fig. 64 mostra que o CP 7 possui uma microestrutura formada por ferrita (δ), austenita (γ), sigma (σ) e a fase chi (χ). A presença da fase chi neste corpo de prova está relacionada a temperatura em que foi feito o tratamento térmico (750°C) e a concentração de Mo. Como foi dito na revisão bibliográfica, esta fase se forma anteriormente a formação da fase sigma e em temperaturas mais baixas para aços com percentual de Mo mais elevados.

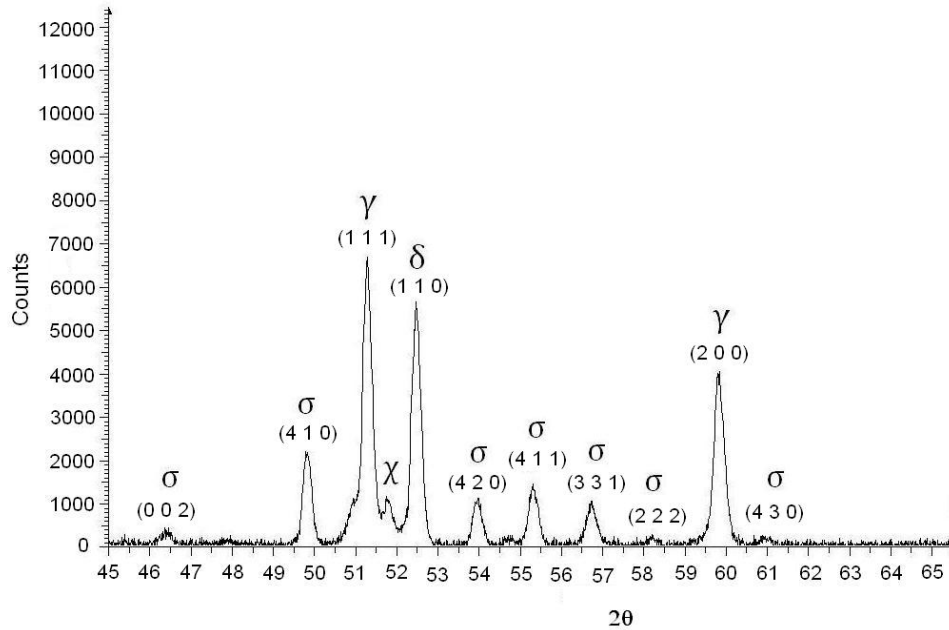


Fig. 64. Difractograma do CP 7.

7. Conclusões

Os efeitos dos tratamentos térmicos realizados nos corpos de prova de aço inoxidável duplex UNS S31803 serão apresentados a seguir.

Na condição de solubilização, aço inoxidável duplex apresentou uma microestrutura formada pelas fases austenita e ferrita com aproximadamente 50% de cada fase. Sem formação de fase intermetálica.

Com os tratamentos térmicos realizados posteriormente ao tratamento de solubilização nos corpos de prova, esse balanço entre as fases ferrita e austenita mudou devido a transformação eutetóide da ferrita em austenita e sigma.

O tratamento térmico a 800°C por 30 minutos causou uma pequena precipitação de fase sigma nos contornos de grão ferrita/austenita.

O tratamento térmico a 800°C por 1 hora causou precipitação de fase sigma nos contornos de grão ferrita/austenita, que começou a nuclear no grão ferrítico, diminuindo gradativamente a fração volumétrica desta fase. A precipitação desta fase de maneira grosseira é devido a alta difusividade dos átomos de soluto em altas temperaturas.

O tratamento térmico a 750°C por 2 horas causou precipitação de fase sigma nos contornos de grão ferrita/austenita, e posteriormente, na fase ferrita, diminuindo consideravelmente a fração volumétrica desta. Com a formação da fase sigma no interior do grão ferrítico, tem-se que a fase sigma aumenta seu percentual enquanto que a fase ferrita diminui o seu a medida que a temperatura aumenta.

A contagem das fases por meio metalográfico mostrou-se bastante satisfatória ao exhibir aproximadamente o mesmo percentual de cada fase para os pares de corpos de prova. Ou seja, os tratamentos térmicos realizados apresentaram uma boa reprodutibilidade.

Os valores de fração volumétrica de todos os corpos de prova tratados termicamente serão descritos a seguir:

O CP 1 possui 55,44% de fase ferrita e 44,56% de fase austenita, enquanto que o CP 2 possui 55,49% de fase ferrita e 44,51% de fase austenita.

O CP 3 possui 55,92% de fase ferrita, 44,38% de fase austenita e 0,70% de fase sigma, enquanto que o CP 4 possui 55,69% de fase ferrita, 43,56% de fase austenita e 0,75% de fase sigma.

O CP 5 possui 42,46% de fase ferrita, 49,10% de fase austenita e 8,44% de fase sigma, enquanto que o CP 6 possui 45,88% de fase ferrita, 45,76% de fase austenita e 8,36% de fase sigma.

Já o CP 7 possui 37,12% de fase ferrita, 47,25% de fase austenita e 15,63% de fase sigma, enquanto que o CP 8 possui 37,64% de fase ferrita, 47,28% de fase austenita e 15,08% de fase sigma.

O ensaio não destrutivo de correntes parasitas pulsadas mostrou-se capaz de observar, qualitativamente, as diferenças microestruturais do aço inoxidável duplex. O corpo de prova que apresenta menor fração volumétrica de fase sigma apresenta maior amplitude e maior tempo que o sinal atinge o máximo.

Fazendo uma análise quantitativa dos sinais obtidos pela técnica de PEC, pode-se perceber que quando os corpos de prova são analisados excluindo o CP 1, que não possui fase sigma e é ferromagnético, a correlação entre a amplitude do sinal e/ou o tempo que o sinal atinge o máximo com o percentual de fase sigma aumente significativamente.

Para o caso da amplitude do sinal versus o percentual de fase sigma, a correlação considerando o CP 1 é de 2,54%. Porém quando se desconsidera o CP 1 e analisa somente os corpos de prova que possuem fase sigma, a correlação sobe para 85,5%.

Para o caso do tempo que o sinal atinge o máximo versus o percentual de fase sigma, a correlação considerando o CP 1 é de 47,13%. Porém quando se desconsidera o CP 1 e analisa somente os corpos de prova que possuem fase sigma, a correlação sobe para 99,84%.

Isso mostra que a técnica não destrutiva de correntes parasitas pulsadas é uma ferramenta bastante promissora para caracterizar aços inoxidáveis duplex contendo fase sigma.

Utilizando o método de difração de raios-x, pode-se perceber que esta também consegue caracterizar este tipo de aço inoxidável quanto ao percentual de fase sigma, sendo possível a detecção de fases com frações volumétricas superiores a 2%, que é o limite de detecção do equipamento de difração de raios-x.

8. Referências Bibliográficas

1. **TOTTEN, G. E.** *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies*. s.l. : Taylor & Francis Ltd., 2007.
2. **PUPINM, L.A.L.Z.** *Influência do tempo e da temperatura de solubilização na formação da microestrutura dúplex no aço UNS S31803*. Fundação Educacional Inaciana Pe. Sabóia de Medeiros. 2010. Projeto de Pesquisa .
3. **ASM HANDBOOK.** *Properties and Selection: Irons, steel and high performance alloys*.
4. *Duplex Stainless Steels: Brief history and some recent alloys.* **ALVAREZ-ARMAS, I.** 2008, Recent Patents on Mechanical Engineering, Vol. 1, pp. 51-57.
5. **MAGALHÃES, M., MAGNABOSCO, R.** *Formação da fase sigma em aço inoxidável dúplex SAF 2205 - efeito de rápido aquecimento entre 700 e 900°C*. UNIFEI. 2004. pp. 4-19, Relatório final de curso.
6. **GUNN, R.N.** *Duplex Stainless Steels: Microstructure, properties and applications*. s.l. : Woodhead Publishing, 1997.
7. **MÉSZÁROS, I., SZABÓ, P.J.** Complex magnetic and microstructure investigation of duplex stainless steel. *NDT&E International*. 2005, Vol. 38, pp. 517-521.
8. **LEE, K.M., CHO, H.S., CHOI, D.C.** Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of d/g interface boundary and growth of austenite. *Journal of Alloys and Compounds*. 1999, Vol. 285, pp. 156-161.
9. **FARGAS, G., ANGLADA, M., MATEO, A.** Effect of the annealing temperature on the mechanical properties, formability and corrosion resistance of hot-rolled duplex stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*. 2009, Vol. 209, pp. 1770-1782.
10. **HUANG, C.S., SHIH, C.C.** Effects of nitrogen and high temperature aging on sigma phase precipitation of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering*. 2005, Vol. A402, pp. 66-75.
11. **CHEN, T.H., YANG, J.R.** Effects os solution treatment and continuous cooling on sigma phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering*. 2001, Vol. A311, pp. 28-41.
12. *Alterações microestruturais entre 550°C e 650°C para o aço UNS S31803 (SAF 2205).* **BORBA, R.M., MAGNABOSCO, R.** São Paulo : s.n., 2008. IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável.

13. *Estudo das transformações de fases do aço inoxidável duplex UNS S31803 quando submetido a altas temperaturas.* **NASCIMENTO, A.M., MACHADO, J.P.S.E., SOBRAL, A.V.C., ABREU, H.F.G.** 2003, Rev. Tecnol., Vol. 24, pp. 13-22.
14. *Detecção de pequenos teores de fase sigma e avaliação dos seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S31803.* **TAVARES, S.S.M., DE CASTRO, J.L.G, CÔRTEZ, R.R.A., DE SOUZA, V.M., PARDAL, J.M.** 2, 2006, Vol. 8, pp. 77-82.
15. **GHOSH, S.K., MONDAL, S.** High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2008, Vol. 59, pp. 1776-1783.
16. **ESCRIBA, D.M., MATERNA-MORRIS, E., PLAUT, R.L., PADILHA, A.F.** Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2009, Vol. 60, pp. 1214-1219.
17. *Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis duplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L.* **SENATORE, M., FINZETTO, L., PEREA, E.** 2007, Revista Escola de Minas, Vol. 60.
18. **ZUCATO, I., MOREIRA, M.C., MACHADO, I.F., LEBRÃO, S.M.G.** Microstructural characterization and the effect of phase transformations on toughness of the UNS S31803 duplex stainless steel aged treated at 850°C. *Materials Research*. 2002, Vol. 5, 3, pp. 385-389.
19. **CHEN, T.H., WENG, K.L., YANG, J.R.** The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering*. 2002, Vol. A338, pp. 259-270.
20. **Sathirachinda, N., Pettersson, R., Pan, J.** Depletion effects at phase boundaries in 2205 duplex stainless steel characterized with SKPFM and TEM/EDS. *Corrosion Science*. 2009, Vol. 51, pp. 1850-1860.
21. **SHEK, C.H., WONG, K.W., LAI, J.K.L.** Review of temperature indicators and the use of duplex stainless steels for life assessment. *Materials Science & Engineering*. 1996, Vol. 19, pp. 153-200.
22. *Scanning Kelvin probe force microscopy study of chromium nitrides in 2507 super duplex stainless steel - Implications and limitations.* **SATHIRACHINDA, N., PETERSSON, R., WESSMAN, S., KIVISÄKK, U., PAN, J.** 2010, Electrochimica Acta.
23. *Aços inoxidáveis duplex e superduplex: obtenção e caracterização.* **MARTINS, M., CASTELETI, L.C.** 169, 2007, Revista Fundação e Serviços, Vol. 17.
24. **Sahu, J.K., Krupp, U., Ghoshm, R.N., Christ, H.J.** Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. *Materials Science & Engineering*. 2009.
25. **TAVARES, S.S.M., PEDROSA, P.D.S, TEODÓSIO, J.R., DA SILVA, M.R., NETO, J.M., PAIRIS, S.** Magnetic properties of the UNS S39205 duplex stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2003, Vol. 351, pp. 283-288.
26. **SIEURIN, H., SANDSTROM, R.** Austenite reformation in the heat-affected zone of duplex stainless steel 2205. *Materials Science and Engineering*. 2006, Vol. A418, pp. 250-256.

27. *Correlation between NDT measurements and sigma phase contents in duplex stainless steel.* **TODOROV, E.I, LOZEV, M.G., AMES, N.D., SKOGH, L.O.** 2009, Review of nondestructive evaluation, Vol. 28, pp. 1259-1266.
28. **POHL, M., STORZ, O., GLOGOWSKI, T.** Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials characterization.* 2007, Vol. 58, pp. 65-71.
29. **SOUZA JR., C.M., ABREU, H.F.G., TAVARES, S.S.M., REBELLO, J.M.A.** The sigma phase formation in annealed UNS S31803 duplex stainless steel: texture aspects. *Materials characterization.* 2007, Vol. 59, pp. 1301-1306.
30. **ELMER, J.W., PALMER, T.A., SPECHT, E.D.** In situ observations of sigma phase dissolution in 2205 duplex stainless steel using synchrotron X-ray diffraction. *Materials Science & Engineering.* 2007, Vol. A459, pp. 151-155.
31. **SIEURIN, H., SANDSTRÖM, R.** Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205. *Materials Science & Engineering.* 2006, Vol. A444, pp. 271-276.
32. *Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803.* **TAVARES, S.S.M, PARDAL, J.M., GUERREIRO, J.L., GOMES, A.M., DA SILVA, M.R.** 2010, Journal of Magnetism and Magnetic Materials.
33. *Analysis of secondary phase precipitation in duplex stainless steels.* **CALLIARI, I., ZANESCO, M., BASSANI, P., RAMOUS, E.** Stainless Steel World Conference .
34. *Influence os isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of super duplex stainless steel SAF 2507.* **NILSSON, J. O., WILSON, A.** Julho de 1993, Materials Science and Technology, Vol. 9, pp. 545-554.
35. *Magnetic property changes during embrittlement of a duplex stainless steel.* **TAVARES, S.S.M., DA SILVA, M.R., NETO, J.M.** 2000, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 313, pp. 168-173.
36. **BORVIK, T., LANGE, H., MARKEN, L.A., LANGSETH, M., HOPPERSTAD, O.S., AURSAND, M., RORVIK, G.** Pipe fittings in duplex stainless steel with deviation in quality caused by sigma phase precipitation. *Materials Science and Engineering.* 2010, Vol. A527, pp. 6945-6955.
37. **PROTUBO** - Soluções de Engenharia de Tubulações. http://www.protubo.com.br/por_html/produtos/curvamento.html. [Online] PROTUBO.
38. **NDT Resource Center.** [Online] http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/EddyCurrents/cc_ec_index.htm.
39. *A trio of techniques for eddy current inspection of tubes and bars.* **GODBOLE, U.** 2007. 4th International Conference on NDT.
40. **DA SILVA, L.L.** *Caracterização de revestimentos compósitos de níquel com resistência à corrosão por correntes parasitas.* COPPE/UFRJ. 2007. Exame de Qualificação de D.Sc.

41. **PEREIRA, P.A.S.** *Estudo preliminar da aplicação da técnica de correntes parasitas visando a inspeção submersa de elementos combustíveis.* COPPE/UFRJ. 2007. Tese de M.Sc.
42. **Testing, American Society for Nondestructive.** *Nondestructive Testing Handbook: Eletromagnetic Testing.* 3ª. Vol. 5.
43. **BUCKLEY, J.M.** *An introduction to eddy current testing theory and technology.*
44. *Deep penetrating eddy currents and probes.* **MOOK, G., HESSE, O., UCHANIN, V.** 2006. European NDT Conference.
45. **DA SILVA, R.S.** *Caracterização microestrutural de aços HP carburizados por ensaios não destrutivos magnéticos.* COPPE/UFRJ. 2006. Projeto final de curso.
46. **McMASTER, R.C.** The present and future of eddy current testing. *The American Society for Nondestructive Testing.* Janeiro de 2002.
47. **BIRRING, A.S., MARSHALL, G.A.** Eddy current testing in the petrochemical industry. *The American Society for Nondestructive Testing.*
48. *Characterization of multilayer corrosion by pulsed eddy current.* **ZERGOUG, M., BOUCHERROU, N., HAMMOUDA, A., KAMEL, G.** 2005. 3th Middle East Nondestructive Testing Conference & Exhibition.
49. *Pulsed eddy current measurement of corrosion-induced metal loss: theory and experiment.* **MOULDER, J.C., KUBOVICH, M.W., UZAL, E., ROSE, J.H.** New York : s.n., 1999. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. pp. 2065-2072.
50. *Thickness and conductivity of metallic layers from eddy current measurements.* **MOULDER, J.C., UZAL, E., ROSE, J.H.** 2002, Review of Scientific Instruments, Vol. 63, pp. 3455-3465.
51. *Time-frequency analysis of pulsed eddy current signals.* **SAFIZADEH, M.S., LEPINE, B.A., FORSYTH, D.S., FAHR, A.** 2001, Journal of Nondestructive Evaluation, Vol. 20, pp. 73-86.
52. **DADIC, M., VASIC, D., BILAS, V.** A system identification approach to the modelling of pulsed eddy current systems. *NDT & E International.* 2005, Vol. 38, pp. 107-111.
53. **SOPHIAN, A., TIAN, G.Y., TAYLOR, D., RUDIN, J.** A feature extraction technique based on principal component analysis for pulsed eddy current NDT. *NDT & International.* 2005, Vol. 38, pp. 107-111.
54. *Integrated giant magnetoresistive transducer for eddy current testing.* **DOGARU, T., SMITH, S.T.** Roma : s.n., 2000. 15th World Conference on Nondestructive Testing.
55. *Application of magnetoresistive sensors for eddy current non-destructive testing of materials.* **SIKORA, R., GRATKOWSKI, S., KOMOROWSKI, M., PACUK, J., ENOKIZONO, M., CHADY, T., KLIEM, H.** 2000. Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation. Vol. 20.
56. **CORPORATION, NVE.** *GMR Sensors Data Book.* 2003.

57. *Definição de técnicas não-destrutivas para inspeção de parafusos e estojos quanto a presença de trincas.* **CARNEVAL, R.O., MOREIRA, A.B., DE SOUZA, C., DOS SANTOS, R.W.F.** Buenos Aires : s.n., 2007. IV Conferência Panamericana de END.
58. **HUR, D.H., CHOI, M.S., LEE, D.H., KIM, S.J., HAN, J.H.** A case study on detection and sizing of defects in steam generator tubes using eddy current testing. *Nuclear Engineering and Design*. 2010, Vol. 240, pp. 204-208.
59. *Assessment of martensite content in austenitic stainless steel specimens by eddy current testing.* **LOIS, A., RUCH, M.** Janeiro de 2006, Insight, Vol. 48.
60. **HELIFA, B., OULHADJ, A., BENDELGHIT, A., LEFKAIER, I.K., BOUBENIDER, F., BOUTASSOUNA, D.** Detection and measurement of surface cracks in ferromagnetic materials using eddy current testing. *NDT & E International*. 2006, Vol. 39, pp. 384-390.
61. *Inspeção de reatores tubulares por correntes parasitas.* **SOARES, A., FENOCCHIO, G.** Rio de Janeiro : s.n., 2003. III Conferência Pan-Americana de Ensaio Não Destrutivos (PANNDT).
62. *Nova técnica de ensaios por correntes parasitas de tubos com costura durante o processo de fabricação.* **SPOERER, A.** Rio de Janeiro : s.n., 2003. III Conferência Pan-Americana de Ensaio Não Destrutivos (PANNDT).
63. **GOLDBERG, L.** The use of eddy current for ferritic weld testing in nuclear power plants. *The American Society for Nondestructive Testing*. Dezembro de 2003.
64. **HANSEN, J., PEOPLES, R.B.** Using eddy current testing to solve industrial problems. *The American Society for Nondestructive Testing*. Junho de 2006.
65. **TIAN, G.Y., SOPHIAN, A.** Defect classification using a new feature for pulsed eddy current sensors. *NDT & E International*. 2005, Vol. 38, pp. 77-82.
66. **SOPHIAN, A., TIAN, G.Y., TAYLOR, D., RUDLIN, J.** Design of a pulsed eddy current sensor for detection of defects in aircraft lap-joints. *Sensors and Actuators*. 2002, Vol. A101, pp. 92-98.
67. **ZERGOUG, M., BOUCHERROU, N.** *Material characterization by pulsed eddy current.*
68. **MIRANDA, M.A.R., SASAKI, J.M., TAVARES, S.S.M., DE ABREU, H.F.G., NETO, J.M.** The use of X-ray diffraction, microscopy and magnetic measurements for analysing microstructural features of a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2005, Vol. 54, pp. 387-393.
69. **DEDAVID, B.A., GOMES, C.I., MACHADO, G.** *Microscopia Eletrônica de Varredura: Aplicações e preparação de amostras.* s.l. : EDIPUCRS, 2007.
70. *Laboratório de Filmes Finos da USP.* [Online] <http://fap.if.usp.br/~lff/mev.html>.
71. **CULLITY, B.D.** *Elements of X-ray diffraction.* s.l. : Addison-Wesley Publishing Company, 1959.

72. **NONATO, M.C.** *Análise da estrutura molecular de compostos orgânicos por difração de raios-x e mecânica molecular*. USP. São Carlos : s.n., 1993. Dissertação de mestrado em Física Aplicada.
73. **MICHALSKA, M., SOZANSKA, J.** Qualitative and quantitative analysis of sigma and chi phases in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2006, Vol. 56, pp. 355-362.
74. ASTM A 923-08: Standard Test Methods for Detecting Detrimental Intermetallic Phase in Duplex Austenitic/Ferritic Stainless Steels. *ASTM International*. 2008.
75. ASTM E 1245-03: Standard Practice for Determining the Inclusion or Second Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis. *ASTM International*.
76. **MIRANDA, M.A.R.** *Quantificação das fases austenítica e ferrítica no aço inoxidável duplex submetido a vários tratamentos térmicos*. Universidade Federal do Ceará. 2004. Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre em física.
77. Curso de Análise de investimentos. *Um manual de estatística*. [Online] http://www.bertolo.pro.br/AdminFin/StatFile/Manual_Estatistica.htm.