CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

CARACTERIZAÇÃO POR TÉCNICAS NÃO DESTRUTIVAS DO AÇO UNS 32750 TERMICAMENTE ENVELHECIDO

Cíntia de Lima Rangel

Dissertação de Mestrado apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materias, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais

Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D. Sc.

Rio de Janeiro
Dezembro de 2023

CARACTERIZAÇÃO POR TÉCNICAS NÃO DESTRUTIVAS DO AÇO UNS 32750 TERMICAMENTE ENVELHECIDO

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais, do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Ciências em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Cíntia de Lima Rangel

Banca Examinadora:

Presidente, Professor Dr. Humberto Nogueira Farneze (CEFET/RJ) (orientador)

Professor Dr. Jorge Carlos Ferreira Jorge (CEFET/RJ)

Professor Dr. Hector Reynaldo Meneses Costa (CEFET/RJ)

Professor Dr. André Rocha Pimenta (IFRJ)

Rio de Janeiro
Dezembro de 2023

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

R196 Rangel, Cíntia de Lima
Caracterização por técnicas não destrutivas do aço UNS 32750 termicamente envelhecido / Cíntia de Lima Rangel. — 2023.
82f. : il. color. , enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, 2023.
Bibliografia : f. 78-82
Orientador: Humberto Nogueira Farneze

1. Aço inoxidável. 2. Ensaios não destrutivos. 3. Microestrutura. I. Farneze, Humberto Nogueira. (Orient.). II. Título.

CDD 669.96142

Elaborada pela bibliotecária Tania Mello – CRB/7 nº 5507/04

“Ao meu Pai Norberto (in memorian), agradeço pela oportunidade em poder conviver mesmo que breve, com uma pessoa que abria seu coração e as suas portas, para os mais necessitados, com tanto desprendimento, através dos seus ensinamentos eu vou tentando me tornar uma pessoa melhor e mais forte, mesmo nos momentos de maiores dificuldades sempre dividiu e buscou dar o melhor para os seus filhos, estará sempre brilhando no meu coração”.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente eu agradeço a Deus por ter sustentado e guardado com tanto cuidado a todos que amo, mesmo nos momentos de maiores dificuldades.

Ao meu amado esposo Jorge Gelard, quantas coisas já passamos juntos, esta será mais uma maravilhosa das inúmeras conquistas que construímos, assim vamos montando os nossos degraus, valorizando e agradecendo a concretização da nossa família, que sejamos ainda mais felizes.

Às minhas crianças, em especial Lucas Rangel Gelard, como é bom ser sua mãe, que sorte a nossa em ter você como filho, nosso parceirinho, que nos acompanha em tudo, nos doando sempre a sua leveza, simpatia, amor, beleza, carinho e inteligência, espero que a sua irmã tenha um pouquinho seu jeito, serei para sempre a melhor amiga de vocês.

A minha mãe e aos meus irmãos, tudo que busco ser, é para que eu seja exemplo, podendo servir de espelho, trampolim e apoio quando precisarem. Compreendo hoje a minha missão familiar, amo hoje e amarei eternamente cada um de vocês.

Ao meu orientador Humberto Farneze, quanta empatia e respeito, me sinto privilegiada em ter tido a oportunidade em conhecer o senhor e tê-lo como orientador neste momento da minha vida, serei eternamente grata por cada palavra de conforto e solidariedade, terá para sempre o meu carinho, respeito e admiração.

Aos professores Juan Manoel Pardal (D.Sc.) e Sérgio Souto Maior Tavares (D.Sc.) e aos colegas Leosdan, Iron, Igor Ribeiro e Brígida Almeida, quanta amizade em compartilhar os seus saberes, sou uma pessoa de muita sorte em poder estar ao lado de profissionais tão dedicados e capacitados em suas áreas, muito obrigada, em desprender os ensinamentos e tempo tão precioso dos senhores comigo, tens minha eterna gratidão.

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) e à Universidade Federal Fluminense (UFF) pelo livre acesso as instalações e aos equipamentos, sendo fundamental em tempos de pandemia para a elaboração do trabalho.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia (INT), que se manteve disponível para a realização das análises de MEV, primordial para a conclusão deste trabalho.

Agradeço infinitamente a todos que contribuíram direta e indiretamente com a concretização deste trabalho.

“Algumas coisas você nunca entenderá o porquê, então
menos autopiedade e mais resiliência. ”

Queila Haine

RESUMO

Caracterização por Técnicas Não Destrutivas do Aço UNS 32750 Termicamente Envelhecido

Os aços inoxidáveis superduplex (AISD), reúnem excelentes atributos diante da sua característica bifásica, proporcionando excelente resistência mecânica e a corrosão concomitantemente. Desta forma, as aplicações destes aços têm se expandido e as pesquisas relacionadas estão sendo continuamente evoluindo de modo a atender as necessidades requeridas pelas indústrias, em especial as petroquímicas. Entretanto, a exposição a elevadas temperaturas de serviço pode conduzir ao desequilíbrio microestrutural e assim o surgimento de precipitação de fases deletérias, resultando em uma diminuição das propriedades mencionadas. Por esta razão, avaliações não destrutivas determinando a presença de fases secundárias deletérias são de grande utilidade para avaliar a integridade deste material. Neste contexto, o presente trabalho analisou os efeitos das mudanças microestruturais produzidas no aço inoxidável superduplex UNS 32750 como recebido e quando envelhecidos à 450ºC, 550ºC e 650ºC por um período de 8 horas, 24 horas e 96 horas. Foram utilizadas técnicas não destrutivas através ferritoscopia e medidas eletromagnéticas pelo uso da técnica de permeametria, realizando uma caracterização comparativa destas técnicas de inspeção com as técnicas convencionais de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microdureza, a fim de correlacionar com as mudanças microestruturais. Os resultados obtidos indicam que os aumentos da temperatura de exposição promoveram uma possível formação progressiva de fases secundárias em relação ao material não envelhecido e a diminuição do percentual de ferrita (δ), apresentando uma convergência entre as técnicas de análises utilizadas. Desta forma, os resultados irão contribuir no sentido da consolidação de diretrizes confiáveis na caracterização microestrutural não destrutiva desta família de aço inoxidáveis de modo que esta técnica possa ser empregada como ferramenta de controle da qualidade na construção e montagens de tubulações e processos industriais.

Palavras-chave: UNS S32750; Ensaios não destrutivos; Caracterização Microestrutural

ABSTRACT

Non-Destructive Characterisation of Thermally Aged UNS 32750 Steel

Superduplex stainless steels (SDSS) are highly valued for their dual-phase characteristics, which provide exceptional mechanical and corrosion resistance simultaneously. Consequently, their applications have expanded, and research in this area is continually evolving to meet the needs of various industries, particularly petrochemicals. However, exposure to high service temperatures may cause microstructural imbalance, leading to the precipitation of harmful phases and a subsequent decrease in the aforementioned properties. Therefore, non-destructive evaluations that determine the presence of deleterious secondary phases are useful for assessing the integrity of this material. This study analysed the effects of microstructural changes on UNS 32750 superduplex stainless steel. The steel was analyzed in its as-received state and after being aged at 450ºC, 550ºC, and 650ºC for 8, 24, and 96 hours. Non-destructive techniques, including ferroscopy and electromagnetic measurements using the permeametry technique, were employed. The study compared inspection techniques, including optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), and microhardness, with the aim of correlating them with microstructural changes. The results suggest that higher exposure temperatures may lead to the progressive formation of secondary phases compared to unaged material, as well as a decrease in the percentage of ferrite (δ). This indicates a convergence between the analysis techniques used. Thus, the results will aid in establishing dependable guidelines for non-destructive microstructural characterisation of this group of stainless steels. This technique can then be employed as a quality control tool in the construction and assembly of pipes and industrial processes.

Keywords: UNS S32750; Non-destructive testing; Microstructural Characterization.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO..... 15

CAPÍTULO 1 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA..... 17

1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX E SUPERDUPLEX..... 17
1.1.1 Histórico..... 17
1.1.2 Características dos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex..... 22
1.1.2.1 Principais Elementos de Liga e seus Efeitos..... 22
1.1.2.2 Precipitação nos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex..... 26
1.1.2.3 Resistência Mecânica dos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex..... 32
1.1.2.4 Resistência à Corrosão dos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex..... 34
1.1.2.4.1 Corrosão Intergranular..... 35
1.1.2.4.2 Corrosão por Pites..... 39
1.2 CARACTERIZAÇÃO POR ENSAIOS ELETROMAGNÉTICOS..... 40
1.2.1 Conceitos Básicos..... 40
1.2.1.1 Definição de Magnetismo..... 40
1.2.1.2 Campo Magnético (H)..... 41
1.2.1.3 Indução Magnética (B)..... 43
1.2.1.4 Susceptibilidade Magnética (χm)..... 44
1.2.1.5 Permeabilidade Magnética (μ)..... 44
1.2.1.6 Magnetismo em Materiais..... 45
1.2.2 Curva de Histerese Magnética..... 48
1.2.3 Ferritoscópio..... 51

CAPÍTULO 2 – MATERIAIS E MÉTODOS..... 52

2.1 MATERIAL..... 52
2.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS..... 52
2.3 TRATAMENTOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO..... 53
2.4 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)..... 53
2.5_MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)..... 54
2.6 MICRODUREZA..... 54
2.7 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS..... 54
2.7.1 Permeabilidade Magnética..... 54
2.7.2 Permeametria..... 55

CAPÍTULO 3 – RESULTADOS E DISCUSSÃO..... 58

3.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL..... 58
3.1.1 Microestrutura da Amostra como Recebida (CR)..... 58
3.1.2 Microestruturas das Amostras Envelhecidas..... 59
3.2 ENSAIOS DE MICRODUREZA..... 63
3.3 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS..... 65
3.3.1 Permeabilidade Magnética (Ferritoscópio)..... 65
3.3.2 Permeametria..... 67
3.3.2.1 Ciclo de Histerese Magnética..... 67
3.3.2.2 Permeabilidade Magnética (μ) x Ferrita (δ)..... 72
3.3.2.3 Campo Coercitivo (Hc) x Microdureza (HV)..... 73

CAPÍTULO 4 – CONCLUSÕES..... 75
CAPÍTULO 5 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS..... 77
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... 78

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Influências do Cr na resistência à corrosão..... 23

Figura 2 - Efeitos dos elementos de liga em uma curva de polarização anódica..... 24

Figura 3 - Influências do níquel na microestrutura dos aços inoxidáveis..... 25

Figura 4 - Diagrama TTT de precipitação nos aços inoxidáveis duplex..... 26

Figura 5 - Formação da fase chi (χ) e crescimento da fase sigma (σ), em um aço inoxidável duplex..... 27

Figura 6 - Imagem obtida por MET apresentando os carbetos Cr23C6 precipitados na interface α/γ em um SAF 2205 envelhecido a 800°C por 30 min..... 28

Figura 7 - Precipitados de Nitretos de Cromo nos grãos de ferrita ($\delta\delta$) no aço UNS 32760 solubilizado a 1220°C..... 29

Figura 8 - Micrografia mostrando a precipitação da γ2 a partir da austenita e no interior do grão de ferrita de um AID UNS S32205..... 31

Figura 9 - Micrografia mostrando o crescimento da γ2 a partir da austenita existente do AID UNS S32205..... 31

Figura 10 - Comparação de limite de escoamento de AIDs, AISDs e o AIA AISI 316L, entre a temperatura ambiente e 300°C..... 34

Figura 11 - Precipitação de carbetos de Cr..... 36

Figura 12 - Precipitação de carbetos e diminuição local de cromo..... 36

Figura 13 - Curva DL-EPR da amostra envelhecida a 475°C por 500 horas..... 38

Figura 14 - Curva DL-EPR da amostra envelhecida a 400°C por 1000 horas..... 38

Figura 15 - Ataque de corrosão por pites..... 39

Figura 16 - Representação do campo magnético pelas linhas de indução..... 41

Figura 17 - Campo magnético (H) gerado pela corrente no interior de um solenoide..... 42

Figura 18 - Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem campo magnético..... 46

Figura 19 - Configuração de dipolo atômico com e sem um campo magnético externo para um material paramagnético..... 46

Figura 20 - Ilustração esquemática do alinhamento mútuo de dipolos atômicos para um material ferromagnético, que existirá mesmo na ausência de um campo magnético externo..... 47

Figura 21 - Densidade do fluxo magnético (B) em função da intensidade do campo magnético (H) para um material ferromagnético que está sujeito à saturações avante e reversa, respectivamente os pontos S e S' e a remanência (Br) e a força coercitiva (Hc).... 48

Figura 22 - Curvas de magnetização esquemáticas para materiais magnéticos moles e duros..... 50

Figura 23 - Fundamentos do funcionamento do ferritoscópio..... 51

Figura 24 - Ferritoscópio Helmut Fischer, modelo FMP30 do LAMAT CEFET/RJ..... 55

Figura 25 - BarkTech, módulo utilizado para medição e desenvolvido no LADIN-USP..... 56

Figura 26 - Medição de Ciclos de Histerese locais aplicando uma variação de fluxo magnético, realizada no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) da UFF..... 57

Figura 27 - Aspecto microestrutural do material na condição de CR observado por MO..... 58

Figura 28 - Aspecto microestrutural do material na condição de CR observado por MEV... 59

Figura 29 - Imagens obtidas por MEV da microestrutura do material envelhecido termicamente à 450°C por 96 h..... 61

Figura 30 – Imagens obtidas por MEV da microestrutura do material envelhecido termicamente à 550°C por 96 h..... 62

Figura 31 – Imagens obtidas por MEV da microestrutura do material envelhecido termicamente à 650°C por 96 h..... 63

Figura 32 - Curva das microdurezas do AISD UNS 32750 em cada condição analisada..... 65

Figura 33 - Variação do teor de ferrita δ com o tempo de envelhecimento à 450ºC, 550ºC e 650ºC..... 66

Figura 34 - Ciclo de histerese da amostra envelhecida à 450ºC..... 68

Figura 35 - Ciclo de histerese da amostra envelhecida à 550ºC..... 68

Figura 36 - Ciclo de histerese da amostra envelhecida à 650ºC..... 69

Figura 37 - Variação da indução de remanência (Br) do aço UNS 32750 nas condições de envelhecimento térmico..... 70

Figura 38 - Variação do campo coercitivo (Hc) do aço UNS 32750 nas condições de envelhecimento térmico..... 72

Figura 39 - Permeabilidade magnética (μ) e ferrita (δ) em função das condições de envelhecimento térmico..... 73

Figura 40 - Campo coercitivo (Hc) e Microdureza (HV0,5) em função das condições de envelhecimento térmico..... 74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química dos aços inoxidáveis duplex e superduplex forjados e laminados..... 20

Tabela 2 - Aplicações AID e AISD..... 21

Tabela 3 - Limites de propriedades mecânicas exigidas de alguns AIDs e AISDs..... 33

Tabela 4 - Magnitudes magnéticas e suas unidades..... 44

Tabela 5 - Composição química do material estudado (% em peso). (%Fe em balanço)..... 52

Tabela 6 - Reagente utilizado para revelar características microestruturais..... 53

Tabela 7 - Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 28 b (%peso).. 59

Tabela 8 - Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 29 b (%peso).. 61

Tabela 9 - Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 30 b (%peso).. 62

Tabela 10 - Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 31 b (%peso) 63

Tabela 11 - Medidas das microdurezas do AISD UNS 32750 em cada condição analisada 64

Tabela 12 - Fração volumétrica da fase ferrita (δ) do UNS 32750 em cada condição analisada..... 66

Tabela 13 - Valores de indução de remanência (Br), campo coercitivo (Hc) e permeabilidade magnética (μ) das amostras nas diferentes condições analisadas..... 69

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AIA – Aço Inoxidável Austenítico
AID – Aço Inoxidável Duplex
AISI – American Iron and Steel Institute
ASTM – American Society for Testing and Materials
B – Indução Magnética
Bmáx – Campo de indução máxima
Br – Campo de indução remanente ou Indução de remanência
Bs – Densidade de fluxo de saturação
CCC – Cúbica de Corpo Centrado
CFC – Cúbica de Face Centrada
Creq – Cromo equivalente
EDS – Energy-dispersive X-ray spectroscopy (Espectroscopia por Dispersão de Energia)
H – Campo magnético
Hc – Campo coercitivo
Hmáx – Campo máximo
HV – Dureza Vickers
α' – Fase alfa linha
γ – Fase austenita
χ – Fase chi
δ – Fase ferrita delta
η – Fase de laves
σ – Fase sigma
M – Intensidade da magnetização
MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura
Nieq – Níquel equivalente
UCI – Ultrasonic Contact Impedance
UNS – Unified Numbering System
μi – Permeabilidade inicial
μ – Permeabilidade magnética
μmáx – Permeabilidade máxima
μ0 – Permeabilidade no vácuo
μr – Permeabilidade relativa
RMB – Ruído Magnético de Barkhausen
RMS – Root Mean Square
SE – Secondary electrons
χm – Susceptibilidade Magnética

INTRODUÇÃO

O aço inoxidável surperduplex (AISD) UNS 32750, também denominado de aço inoxidável austeno-ferrítico, é uma liga ferrosa que combina uma elevada resistência mecânica com altos valores de resistência à corrosão, produto da fina microestrutura bifásica composta de proporções semelhantes das fases ferrita (δ) e austenita (γ) e, principalmente, pela presença dos elementos Cr, Mo e N contidos em solução sólida, estendendo suas aplicações em instalações "offshore" , nos setores energético e naval, com grande aplicação em reatores, trocadores de calor, tubulações, bombas e vasos de pressão. Entretanto, muitos cuidados devem ser levados em consideração nos processos de fabricação desta classe de aço inoxidável, tais como no tratamento térmico, conformação a quente e/ou nos processos de solidificação que podem conduzir ao desbalanço microestrutural e à precipitação de fases deletérias, afetando negativamente a tenacidade e resistência à corrosão do material. Suas propriedades físicas garantem uma melhor resistência mecânica quando utilizados em ambientes altamente corrosivos e possui uma boa tenacidade e ductilidade, quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos (GUNN, 2003; MARTINS e CASTELETTI, 2015).

Embora os aços inoxidáveis duplex (AID) e aços inoxidáveis superduplex (AISD) apresentem uma ótima combinação de propriedades, quando são submetidos à altas temperaturas (300 a 1000ºC), como as temperaturas encontradas durante o processamento ou durante o serviço, podem apresentar a precipitação de diversas fases secundárias, como a fase sigma (σ), fase Chi (x), fase R e fase alfa linha (α'). Tais fases tendem a afetar as propriedades microestruturais e mecânicas dos AID e AISD, comprometendo seu desempenho em serviço. A exposição desses aços a temperaturas na faixa de 300 a 550 ºC, de forma prolongada, pode resultar em uma fragilização causada pela precipitação da fase alfa linha (α'). (GUNN, 2003; LO et al; 2009; VARGAS et al., 2021).

A avaliação da integridade do aço UNS 32750, quando submetido às altas temperaturas, e os efeitos das mudanças microestruturais são de grande interesse, tanto para as indústrias de processos, como para os setores naval e "offshore". Tal importância é devido ao fato da vasta utilização de aços inoxidáveis superduplex (AISD) na fabricação de equipamentos e acessórios de tubulações para aplicações em produtividade contínua com elevada temperatura. Portanto, a caracterização das mudanças microestruturais é de grande relevância, já que as condições de serviço podem alterar significativamente o

desempenho do AISD, quando utilizado em diversos componentes industriais, tais como tubulações e vasos de pressão (MAGNABOSCO, 2001; PARDAL et. al, 2013).

Neste contexto, o uso de caracterizações não destrutivas determinando a presença de fases deletérias são de grande utilidade para avaliação da integridade deste material, visto que, mudanças microestruturais podem ser detectadas por tais técnicas (O'SULLIVAN et al., 2004; VÉRTESY et al., 2005). Desta forma, se torna relevante a necessidade de buscar um melhor norteamento sobre a integridade do aço UNS 32750, quando submetido às altas temperaturas, através da aplicação de técnicas não destrutivas e correlacioná-las com análises por técnicas de microscopia e técnicas convencionais de avaliação das propriedades mecânicas. Estas análises correlativas integram o objetivo principal deste trabalho, contribuindo para consolidação do uso de técnicas não destrutivas na caracterização deste aço, como ferramenta de inspeção e controle de aplicações em equipamentos e componentes utilizados na indústria de processos.

CAPÍTULO 1
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1 AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX E SUPERDUPLEX

1.1.1 Histórico

Os aços inoxidáveis duplex (AIDs), ou aços inoxidáveis austeno-ferríticos, têm uma longa história, quase tão longa quanto a dos aços inoxidáveis. Eles existem comercialmente há quase 80 anos e, portanto, constituem alternativas técnicas interessantes aos aços inoxidáveis martensíticos, ferríticos e austeníticos. Devido a uma combinação favorável de propriedades, eles atraem interesse em uma gama muito ampla de aplicações. Ao longo dos anos, várias ligas duplex foram desenvolvidas e otimizadas para atender aos requisitos de processamento, fabricação e aplicação, e hoje existem diferentes grupos de AIDs para uma ampla gama de aplicações do usuário final. A maioria dos AIDs exibe desempenho de corrosão superior em comparação com os aços inoxidáveis austeníticos (AIAs), devido ao teor relativamente alto de cromo. Como resultado do aumento acentuado do preço do níquel nos últimos anos, o interesse em usar esse tipo de aço inoxidável com baixo teor de níquel aumentou, principalmente no que diz respeito às ligas lean duplex com resistência à corrosão no nível dos AIAs (ALVAREZ-ARMAS e DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

Os AIDs tiveram origem na França, no ano de 1933, em consequência de erros de ajuste da composição química durante o processo de obtenção de um inox do tipo 18%Cr – 9%Ni – 2,5%Mo, resultando em um aço com composição química 20%Cr – 8%Ni – 2,5%Mo, provocando a formação de altas frações volumétricas de ferrita em uma matriz austenítica, com características magnéticas. Tendo sua patente estabelecida no ano de 1935 (NILSSON, 1997; GOMES, 1999).

Nos EUA, foi possível encontrar diversos registros do mesmo tempo acerca dos aços inoxidáveis austeníticos possuindo altas concentrações volumétricas de ferrita. Com isso, esta família recebeu vários estudos, patentes e teve seu comércio de forma simultânea pelos franceses, suecos e norte-americanos. A denominada Compagnie des Ateliers et Forges de la Loire fez o desenvolvimento de um aço de grau UR 50, que possuía uma estrutura bifásica α/γ, em que o valor alto para limite de escoamento e ótima

resistência à corrosão acabou fazendo dele o grande candidato para a aplicabilidade nas áreas de produção de sal, refinamento de petróleo, indústria de alimentos, dentre outros. Naquele tempo já havia a possibilidade de produção de componentes forjados, fundidos e estruturas soldadas nestes aços, tendo sua padronização partindo dos franceses (BERNHARDSSON, 1991).

As áreas de aplicação dominantes para AIDs até a década de 1970 foram as indústrias de papel e celulose, química e petroquímica e equipamentos de controle de poluição. Devido à extensa pesquisa sobre este tipo de aço, a aplicabilidade em ambientes contendo CO_2 e H_2S, por exemplo, na indústria de petróleo e gás, aumentou. Técnicas metalúrgicas aprimoradas, como o processo de descarbonetação com argônio e oxigênio - AOD ("*Argon Oxygen Decarburization*") e melhor compreensão da microestrutura duplex resultaram na introdução da segunda geração de AIDs com controle muito melhorado das propriedades do aço. No mesmo período, houve um importante avanço comercial para um tipo duplex de 22Cr para gasodutos na indústria de petróleo e gás. A inclusão dos graus duplex modernos nos padrões de vasos de pressão, também no final dos anos 1970, possibilitou o uso de AIDs em sistemas pressurizados, como digestores de celulose, onde a alta resistência poderia ser exigida. A excelente resistência à corrosão em meios ácidos tornou os AIDs ideais para navios-tanques químicos, e grandes tonelagens destes aços inoxidáveis começaram a ser usadas para esta aplicação na década de 1980 (ALVAREZ-ARMAS E DEGALLAIX-MOREUIL, 2009; IMOA, 2012; COBB, 2010).

Historicamente os AID são divididos em três gerações:

- **Primeira geração:** os aços inoxidáveis duplex possuíam boas características de desempenho, porém suas aplicações eram limitadas em processos que necessitavam de soldagem. Nestes casos as zonas termicamente afetadas (ZTA) das juntas soldadas possuíam baixa tenacidade devido ao excesso de ferrita (δ), e uma resistência a corrosão reduzida quando comparado ao metal base (IMOA, 2012).
- **Segunda geração:** fase caracterizada pela adição do nitrogênio nos aços duplex com a invenção, em 1968, do processo de refino do aço inoxidável por descarbonetação argônio-oxigênio (AOD), o que proporcionou o aumento da tenacidade e da resistência à corrosão na ZTA. Devido ao

desenvolvimento de plataformas offshore houve a demanda por aços com propriedades mecânicas superiores e de maior resistência à corrosão. A adição do nitrogênio nas ligas tornou possível atingir valores ainda maiores de resistência mecânica e à corrosão. Por consequência do aumento da resistência, foi possível reduzir a espessura das estruturas dos equipamentos e, com isso, o peso das plataformas (IMOA, 2012).

- **Terceira geração:** devido a necessidade do desenvolvimento de materiais para aplicações em ambientes mais agressivos surgiram, a partir dos AIDs, os aços inoxidáveis superduplex (AISDs). Os aços dessa geração possuem uma maior quantidade de teores de elementos de liga – 25% Cr, 6-7% Ni, 3-4% Mo – o que melhora suas propriedades físicas – principalmente a tenacidade e resistência à corrosão (REICK et al. apud SOUZA, 2016; GUNN, 2003).

O grande diferencial entre os AIDs e AISDs está no índice de equivalência de resistência ao pite ou PRE ("*Pitting Resistance Equivalent"*), um número empírico que indica o nível de resistência à corrosão por pites dos aços inoxidáveis. Valores de PRE acima de 40 são característicos de AISD, enquanto valores inferiores a 40 são característicos de AID. O cálculo do PRE de um aço inoxidável é apresentado na Equação 1 (GUNN, 2003).

$$PRE = \%Cr + 3{,}3 \times (\%Mo) + 16 \times (\%N) \quad (1)$$

Com a adição de elementos de liga, a Equação 1 pode sofrer variações, como é o caso da Equação 2, que considera o tungstênio (W) no cálculo do PRE (GUNN, 2003).

$$PREw = \%Cr + 3{,}3 \times (\%Mo + 0.5 \times \%W) + 16 \times (\%N) \quad (2)$$

A Tabela 1 apresenta a composição química e o PRE dos AIDs forjados e laminados da primeira, segunda e terceira gerações.

Tabela 1 – Composição química dos aços inoxidáveis duplex e superduplex forjados e laminados.

Designação UNS	Cr	Mo	Ni	Cu	Mn	C	N	Outros	PRE
Aços Inoxidáveis Duplex – Primeira Geração									
S31500	18,5	2,7	4,9	-	1,2-2,0	0,03	0,05- 0,1	1,7Si	27
S32404	21	2,2	6	1,4	2	0,04	-	-	28
S32900	26	1,5	4,5	-	1	0,08	-	-	31
Aços Inoxidáveis Duplex – Segunda Geração									
“Lean” Duplex									
S32001	20	0,6	1,6	-	4,0-6,0	0,03	0,05-0,17	-	22
S32101	21	0,4	1,5	0,5	4,0-6,0	0,04	0,20-0,25	-	26
S32202	22,5	0,4	2,2	2		0,03	0,18-0,26	-	27
S32304	23	0,3	4	0,3	2,5	0,03	0,05-0,20	-	26
S82011	21	0,4	1,5	2,0-3,0		0,03	0,15-0,27	-	26
S82012	19,5	0,3	1,2	-	2,0-4,0	0,05	0,16-0,26	-	25
S82013	20	-	1	0,8	2,5-3,5	0,06	0,20-0,30	-	24
S82122	21	0,6	2	1	2,0-4,0	0,03	0,15-0,20	-	25
“Lean” Duplex – Contendo Molibdênio									
S32003	22	1,8	3,3	-	2	0,03	0,14-0,20	-	30
S81921	21	1,5	3	-	2,0-4,0	0,03	0,14-0,20	-	27
S82031	21	1	3	-	2,5	0,05	0,14-0,24	-	27
S82121	21,5	0,8	3	-	2	0,04	0,15-0,25	-	27
S82441	23,5	1,5	3,5	-	2,5-4,0	0,03	0,20-0,30	-	33
Duplex “Padrão”									
S31803	21	2,7	5	-	2	0,03	0,08-0,20	-	31
S32205	22	3	5	-	2	0,03	0,14-0,20	-	35
S31200	25	1,7	6	-	2	0,03	0,14-0,20	-	32
S32950	26,5	1,5	4,8	-	2	0,03	0,15-0,35	-	34
S31260	25	3	7	0,5	1	0,03	0,10-0,30	0,3W	37
S32808	27	1	7	-	1,1	0,03	0,30-0,40	2,3W	39
Superduplex									
S32506	25	3	6	-	1	0,03	0,08-0,20	0,15W	40
S32520	25	4	6,5	1	1,5	0,03	0,20-0,35		41
S32550	25	3,5	6	2	1,5	0,04	0,10-0,25		40
S32750	25	4	7	-	1,2	0,03	0,24-0,32		42
S32760	25	3,5	7	0,7	1	0,03	0,20-0,30	0,7W	41
S32906	28	2	6	-	0,8-1,5	0,03	0,30-0,40	-	40
S39274	25	3	7	0,5	1	0,03	0,24-0,32	1,8W	42

Fonte: IMOA, 2012

Dentre as principais propriedades que se destacam nos AID e AISD estão a boa resistência mecânica e à corrosão em temperaturas elevadas, sendo aços com boa resistência à fluência. Os AID apresentam maior resistência mecânica e tenacidade em relação aos aços austeníticos. Já quando comparado aos aços ferríticos, os AID possuem melhor soldabilidade, menores chances de fragilização por hidrogênio, maior tenacidade à fratura e capacidade operar em serviços em temperaturas menores sem ocorrência de fratura frágil. Tais características – somadas a excelente resistência à corrosão por pites e frestas – possibilitam sua aplicação em larga escala em ambientes mais agressivos, como na indústria naval e "offshore" (LONDOÑO, 2001). A Tabela 2 apresenta algumas aplicações dos AID e AISD assim como seus respectivos PRE.

Tabela 2 – Aplicações AID e AISD.

Aplicações	**23% Cr, sem Mo PRE = 25**	**22% Cr + Mo 30 < PRE < 36**	**25% Cr 32 < PRE < 40**	**26% - 27% Cr PRE > 40**
Indústria Química	Tubulações	Bombas, tanques de produtos químicos, serpentinas para fusão de enxofre e centrifugadores	Extratores de uréia, reatores agitadores e trocadores de calor	Evaporação salina, tubulações, bombas, sistemas de refrigeração de água do mar
Indústria Petroquímica (*Onshore*)	Reatores tubulares com revestimento de aço carbono	Unidades de dessalinização e destilação	Carcaças de bombas de dessulfuração	Tubulações para meios contendo Cl ou HCl
Indústria de Papel e Celulose	Digestores, pré-aquecedores e evaporadores	Digestores contendo sulfatos e sulfitos	Digestores e pré-aquecedores	Equipamento de branqueamentos contendo cloretos
Usinas de Geração de Energia	Reaquecedores, aquecedores de água de alimentação	Tubo de injeção de alta velocidade em poços geométricos	-	Trocadores de calor e sistemas em condições geométricas ou salinas
Instalações de Petróleo e Gás (*Offshore*)	Refrigeradores, tubulações e linhas de distensão	Estruturas e revestimentos ($H_2S + CO_2$)	Transporte de gás sulfuroso, bombas de injeção de água salgada	Sistemas de refrigeração, bombas separadoras, vasos de pressão e válvulas

Fonte: Adaptado de SOUZA, 2016.

1.1.2 Características dos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex

1.1.2.1 Principais Elementos de Liga e seus Efeitos

Segundo Gunn (2003), a adição de elementos de liga nos aços inoxidáveis duplex e superduplex provoca mudanças microestrurais bastante significativas, com efeitos para ferrita (δ) e austenita (γ). Cabendo aos elementos de liga, com os seus teores, a função de melhorar as propriedades mecânicas e resistência à corrosão destes aços. Entretanto, as interações entre os principais elementos de liga, particularmente Cr, Mo, N e Ni são bastante complexas. A fim de atingir uma microestrutura estável, que responda adequadamente tanto ao processamento e fabricação, quanto às condições de serviço destes materiais, devem ser levadas em consideração as proporções de cada um desses elementos (IMOA, 2012).

Uma das grandes características dos aços inoxidáveis duplex e superduplex é a formação da sua microestrutura, em que é possível encontrar a austenita e ferrita numa porcentagem em igualdade. Os elementos de liga que influenciam na promoção destas microestruturas destes aços podem ter classificação em 2 grupos, que são (PARDAL, 2009; DIAS, 2013):

- Formadores de austenita (Gamagênios): Ni, C, N, Mn, Co, Cu; e
- Formadores de ferrita (Alfagênios): Cr, Mo, Si, Nb, Ti, Al, W, V, Ta.

A seguir, são destacadas as influências dos principais elementos de ligas dos aços inoxidáveis austeníticos:

O Cromo (Cr): tem consideração como o principal elemento químico com responsabilidade em formar a camada passivadora, que ao ser adicionado em teores acima de 10,5%, promove a formação de uma camada protetora e aderente, capaz de aumentar a resistência à corrosão, para que possa ser formada o filme passivador, geralmente para os aços austeníticos variam de 16% a 26% de %Cr, sendo que para os aços inoxidáveis ferriticos variam entre 10,5% a 30% de %Cr, já aços inoxidáveis martensíticos variam de 10,5% a 18% (ASM HANDBOOK, 1990).

Nos aços inoxidáveis, o Cr aumenta a resistência à corrosão, contribuindo para formar a ferrita (δ), entretanto, quanto maior for o teor de Cr, maior precisará ser os teores de níquel que fazem a promoção da austenita. Com isso, é necessário um balanço perante esses elementos para formar a microestrutura bifásica que resulta nestes aços (ASM

HANDBOOK, 1990). Na Figura 1 é apresenta a variação da taxa de corrosão, em mm/ano, em função do teor de cromo adicionado à liga. Segundo essa imagem, fica claro que ao adicionar aproximadamente 10% de Cr, a taxa de corrosão está muito próxima de zero.

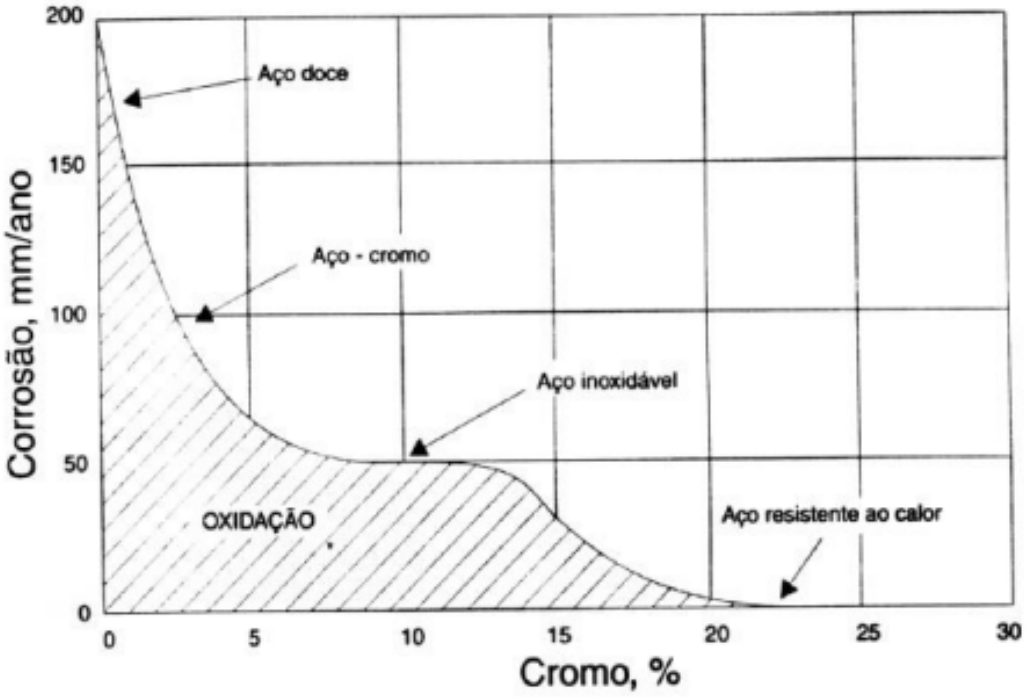


Figura 1 – Influências do Cr na resistência à corrosão
Fonte: CHIAVERINI, 2005.

O Molibdênio (Mo): é um elemento químico que, com associação ao Cr acaba promovendo o aumento dos níveis de resistência à corrosão por pites e frestas na presença de cloreto, concomitantemente o aumento à resistência à corrosão em locais com ácido sulfúrico diluído. Seus teores precisarão ter limitação a 4%, para que seja evitada a formação das fases intermetálicas não desejada durante as operações de processamento destes aços em altas temperaturas, essas fases deletérias tal como sigma (σ), pode levar a perda das propriedades de corrosão, tenacidade e ductilidade (FARNEZE, 2016; IMOA, 2012; GUNN, 2003)

Conforme mostrado na Figura 2, Gunn (2003) descreve que sua influência eletroquímica é similar ao cromo (Cr), aumentando o intervalo de passivação da liga e reduzindo o valor da densidade de corrente na região ativa. Assim sendo, quando o conteúdo de cromo (Cr) é de pelo menos 18%, adições de molibdênio (Mo) são aproximadamente três vezes mais efetivas que o cromo (Cr) em meios corrosivos. O molibdênio (Mo) é um forte formador de ferrita (δ) de estrutura CCC, aumentando também a tendência à precipitação de compostos intermetálicos na estrutura dos AID e AISD, como ocorre com o cromo (Cr), (GUNN, 2003; IMOA, 2012).

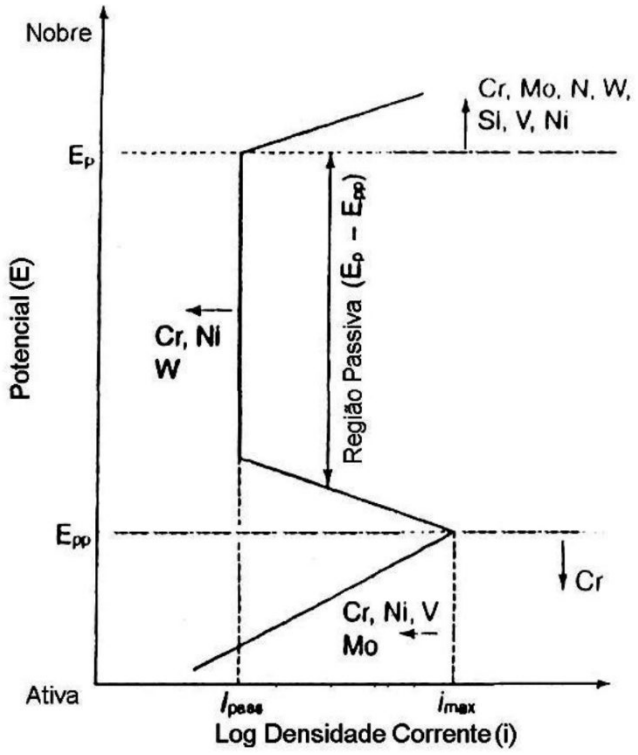
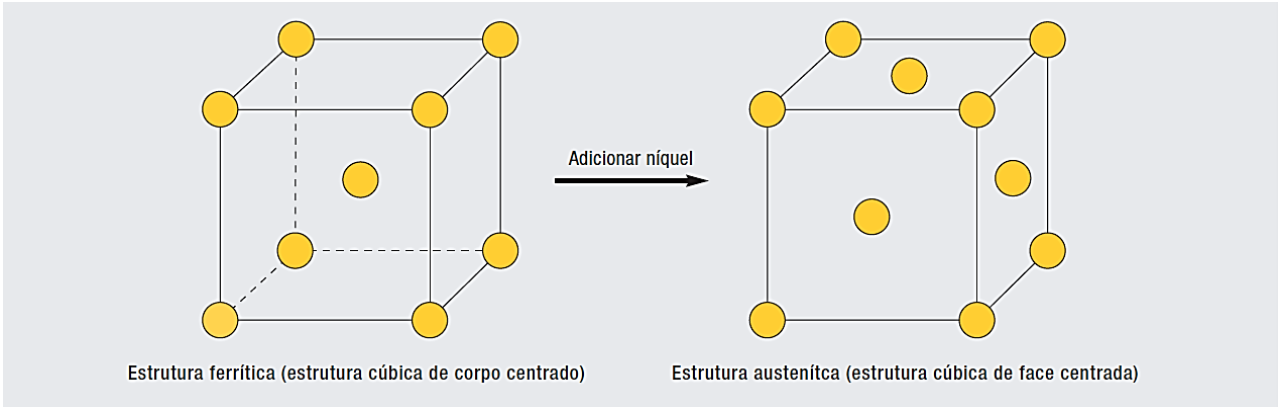


Figura 2 – Efeitos dos elementos de liga em uma curva de polarização anódica
Fonte: GUNN, 2003.

O Nitrogênio (N): é considerado um elemento químico que tem ação nos aços inoxidáveis, da mesma forma como o Ni, para formar a austenita, proporcionando melhorias no aço com o aumento da resistência à corrosão, e bem como o balanceamento

do percentual das fases em aproximadamente 50% de austenita e 50% de ferrita (IMOA, 2012).

O Níquel (Ni): é um elemento de liga que faz a estabilização da austenita. Tem sua adição de forma proporcional ao Cromo ou outros elementos formadores de ferrita, na busca de formar quantidades equivalentes dessas microestruturas, na promoção do equilíbrio perante a estrutura cristalina de corpo centrado (ferrita) com corpo de face centrada (austenita), de acordo com a Figura 3. O Ni também proporciona o aumento da tenacidade dos aços inoxidáveis (IMOA, 2012).



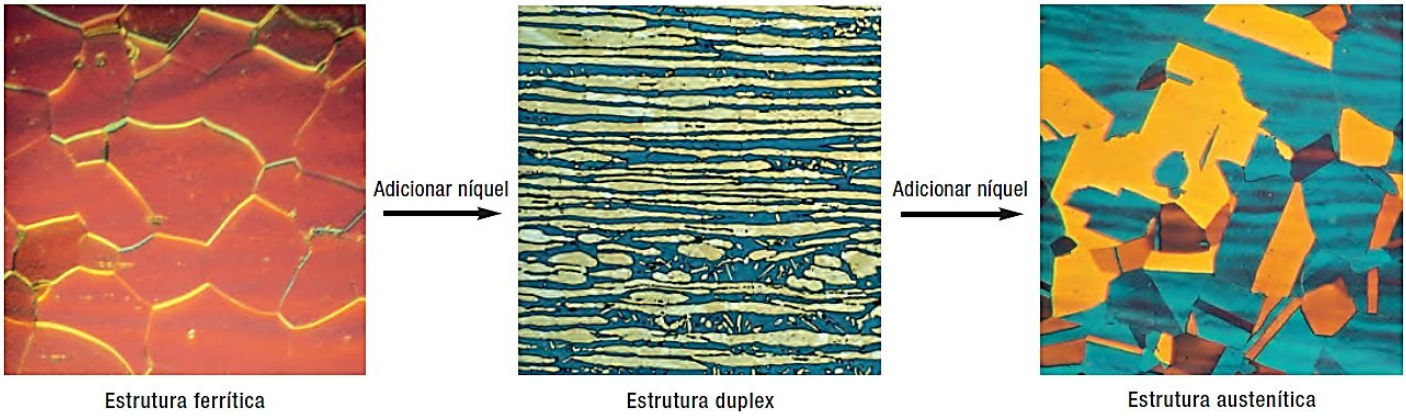


Figura 3 – Influências do níquel na microestrutura dos aços inoxidáveis

Fonte: IMOA, 2012.

1.1.2.2 Precipitação nos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex

A precipitação em aços inoxidáveis poderá ocorrer partindo de 2 mecanismos, que são: nucleação e crescimento e decomposição espinodal. Para compreender estes mecanismos é necessário recorrer à abordagem das fundamentações termodinâmicas regentes dos processos (NOVIKOV, 1994).

A Figura 4 apresenta um diagrama TTT estabelecendo as faixas de temperatura e tempo que possibilitam a ocorrência de precipitações das fases, dentre as quais se destacam a sigma (σ), chi (χ) e alfa linha (α´), assim como também o nitreto de cromo nos AID e AISD, podendo fragilizar à liga e devendo, portanto, ser evitados. Nesta figura é possível observar como o cromo (Cr), o molibdênio (Mo), o tungstênio (W) e o silício (Si) tendem a acelerar a formação desses precipitados, particularmente as fases σ e χ (DAVID, 1996; LIPPOLD & KOTECKI, 2005).

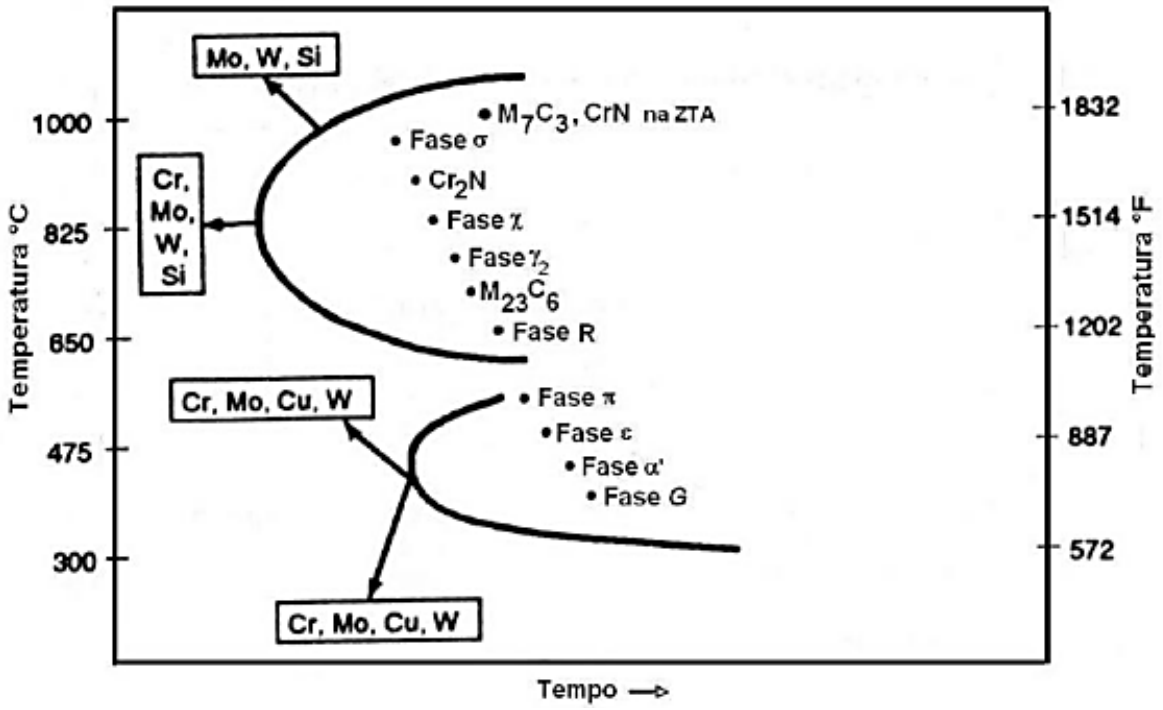


Figura 4 – Diagrama TTT de precipitação nos aços inoxidáveis duplex.
Fonte: DAVID, 1996.

Fase sigma (σ): É uma fase deletéria rica em Cr e Mo, fortemente fragilizante, tendo a sua faixa de temperatura de precipitação entre 600º C e 1000º C, de acordo com a composição química da liga, tamanho de grão, grau de deformação plástica a frio prévia

e principalmente pelo tempo de permanência nesta faixa de temperatura constantemente está ligada com a diminuição da tenacidade ao impacto e redução de resistência à corrosão. Neste contexto, a precipitação de aproximadamente de 4% em volume desta fase pode resultar em um decréscimo de 90% da tenacidade. Sua temperatura de pico é em 900º C aproximadamente. Podendo apresentar uma estrutura tetragonal sendo essencialmente composta por Fe, Cr e Mo, sendo definida por altos níveis de dureza 900 a 1000HV e fragilidade a temperatura ambiente (LO et al., 2009; PARDAL, 2009; GUNN, 2003).

Fase Chi (χ): Conforme Gunn (2003), a fase metaestável χ forma-se em aproximadamente 700ºC e 900ºC para pequenos períodos de exposição, sendo esta uma fase rica em cromo (Cr) e molibdênio (Mo), que contribui no decréscimo da resistência à corrosão e tenacidade ao impacto. Possui características similares à fase sigma (σ), podendo haver uma coexistência em determinadas condições de tratamento. Neste contexto, Otárola et al. (2005) caracterizaram por microscopia eletrônica de transmissão (MET) um AISD envelhecido por 650˚C durante 3 horas e encontraram precipitados de χ e σ. Portanto, a coexistência de ambas as fases deletérias impede o seu estudo isolado. A coexistência da fase sigma (σ) como a fase chi (χ) é mostrada na Figura 5.

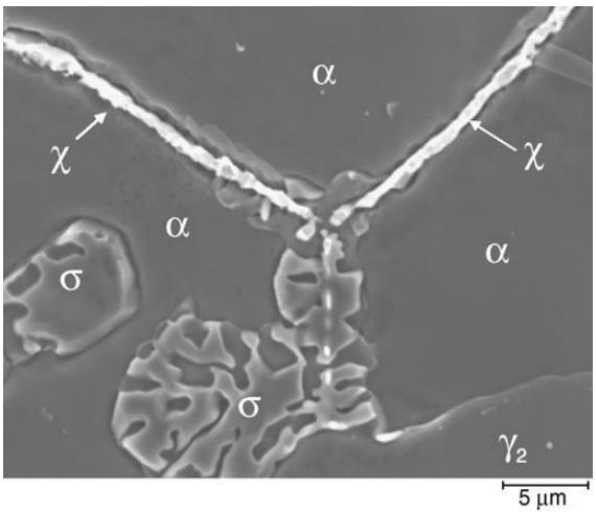


Figura 5 – Formação da fase chi (χ) e crescimento da fase sigma (σ), em um aço inoxidável duplex.
Fonte: OLIVEIRA, 2014.

Carbetos ($M_{23}C_6$, M_7C_3): Grande parte dos aços inoxidáveis duplex e superduplex contém valores relativamente baixos de carbono – até 0,03%. Entretanto, devido à mobilidade do carbono, a precipitação de carbetos tende a ocorrer antes da formação de outras fases (ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009). Quando os teores de carbono são menores que 0,02%, raramente irá ocorrer a precipitação dos carbetos do tipo $M_{23}C_6$ ou M_7C_3 (GUNN, 2003). O carbeto do tipo $M_{23}C_6$ precipita entre as faixas de 700°C - 900°C – em tempos de exposição menores que 30 minutos – ou em faixas de temperaturas de 550°C - 700°C após um elevado tempo de exposição (ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

Os carbetos do tipo $M_{23}C_6$ precipitam principalmente entre os contornos do grão de ferrita (δ) – fase rica em cromo – e da austenita (γ) – fase rica em carbono. Estes carbetos são ricos em cromo e por isso, reduzem tal elemento nas regiões ao redor dos contornos de grão da ferrita (δ), reduzindo assim a resistência à corrosão intergranular dos aços (ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

Já em faixas de temperaturas mais elevadas – entre 950°C e 1050°C – pode ocorrer a precipitação de carbetos do tipo M_7C_3. A formação dessa fase ocorre preferencialmente nas interfaces δ/γ, resultando em uma queda da resistência à corrosão dos aços. Essa fase pode ser evitada controlando o resfriamento do aço, para isso é necessário garantir durante o processo de tratamento térmico, que o tempo de exposição máximo nessa faixa de temperatura seja menor que 10 minutos (GUNN, 2003). A Figura 6 mostra a precipitação de carbetos de cromo em um aço inoxidável duplex.

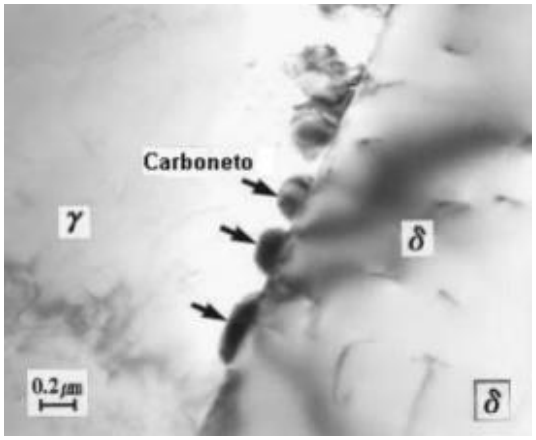


Figura 6 – Imagem obtida por MET apresentando os carbetos Cr23C6 precipitados na interface α/γ em um SAF 2205 envelhecido a 800°C por 30 min.
Fonte: OLIVEIRA, 2014.

Nitretos de Cromo (Cr_2N, CrN): Com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas, o nitrogênio, elemento austenitizante, é adicionado aos aços inoxidáveis. No entanto, em faixas de temperatura entre 700°C e 950°C pode ocorrer a precipitação de Cr_2N nos contornos de grão δ/δ, o que reduz a resistência à corrosão e a tenacidade dos aços (GUNN, 2003). Além disso, com a diminuição da temperatura ocorre uma queda na solubilidade do nitrogênio na ferrita (δ), ou seja, dependendo da velocidade de resfriamento pode ocorrer uma supersaturação do nitrogênio ocorrendo a precipitação intragranular de Cr2N na ferrita (δ) (AMARAL, 2021; MAGNABOSCO, 2001).

Já a precipitação de CrN é recorrente em processos que envolvem a soldagem dos aços duplex e superduplex sendo formados na Zona Termicamente Afetada (ZTA). Estes precipitados também reduzem a resistência à corrosão e mecânica desses aços (GUNN, 2003). A Figura 7 mostra a precipitação de Nitretos de Cromo em um aço UNS S32760 solubilizado à 1220°C.

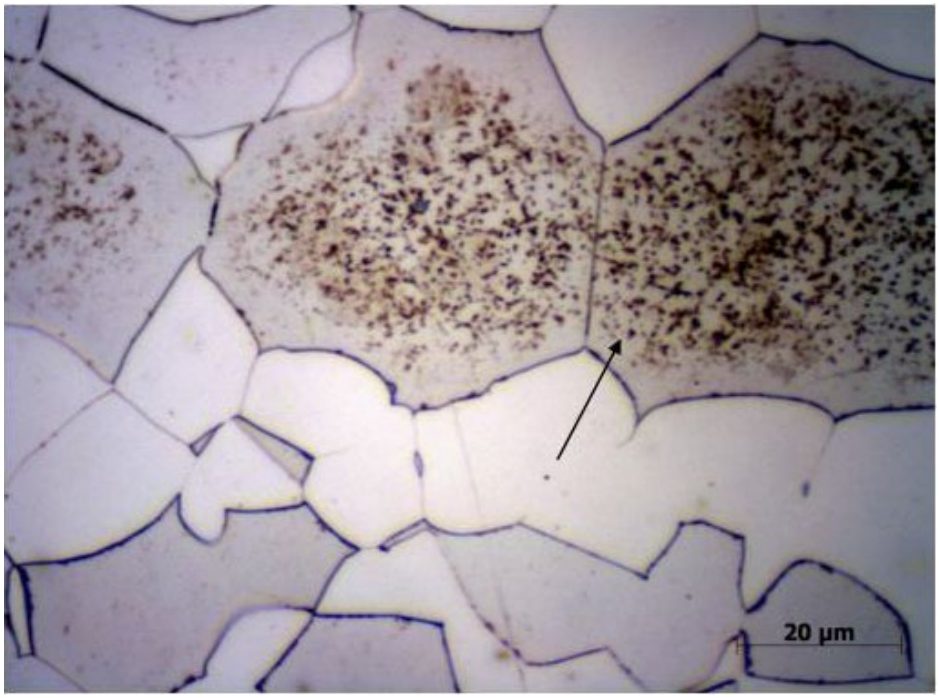


Figura 7 – Precipitados de Nitretos de Cromo nos grãos de ferrita (δ) no aço UNS 32760 solubilizado a 1220°C.
Fonte: MIRANDA, 2011.

Austenita Secundária (γ2): De acordo com Gunn (2003), o princípio de formação da austenita secundária (γ_2) pode ser através de diferentes mecanismos de decomposição, dependendo da temperatura a que o aço foi submetido. Durante o resfriamento, a partir de altas temperaturas, a fração em equilíbrio da ferrita (δ) é alta e, desta forma, a decomposição da ferrita pode ocorrer em baixas temperaturas.

Segundo Londoño (2001), abaixo da temperatura *solidus* os AID são totalmente ferríticos e, durante o resfriamento, transformam-se em austenita primária (γ), no entanto, se o resfriamento for muito rápido, este processo de transformação poderá ser prejudicado, obtendo-se uma estrutura com elevados teores de ferrita e, então, por meio de um reaquecimento que poderá ser por soldagem ou tratamento térmico, a austenita secundária (γ_2) precipita-se a partir desta estrutura metaestável rica em ferrita. Pardal (2012) apresenta três processos que envolvem a transformação da ferrita (δ) em austenita secundária (γ_2):

Processo Martensítico (Tipo I): Onde esta transformação acontece em temperaturas de tratamento inferiores a 650ºC em que a austenita secundária precipita-se isotermicamente, obedecendo à relação de orientação de Nishiyama-Wasserman (N-W).

Processo Widmanstätten (Tipo II): Estas transformações ocorrem acima de 650ºC, onde a velocidade de difusão é muito maior, podendo precipitar uma grande quantidade de austenita (γ_2) do tipo Widmanstätten.

Processo Eutetóide (Tipo III): A reação eutetóide ($\gamma_2 + \sigma$) pode ocorrer no intervalo entre 700ºC e 900ºC, sendo facilitada por um rápido processo de difusão. Como γ_2 é formada a partir da ferrita (δ), absorve níquel (Ni) e rejeita cromo (Cr) e molibdênio (Mo) estimulando à formação de precipitados ricos nestes dois últimos compostos, tais como a fase sigma (σ). De modo similar, uma das maneiras de formação de γ_2 é entre os contornos da austenita (γ) e da ferrita (δ), sendo estes, locais preferencialmente empobrecidos em cromo (Cr), especialmente se neles existem coprecipitados com Cr_2N. Uma ou outra dessas reações por difusão controlada pode formar áreas suscetíveis à corrosão por pites.

De acordo com Londoño (2001), dois mecanismos de formação da austenita secundária (γ_2) podem ocorrer: No primeiro deles, γ_2 cresce a partir da austenita existente. No entanto, o outro acontece por uma nucleação no interior da ferrita, nos nitretos de cromo previamente precipitados ou em inclusões presentes na ferrita, conforme podem ser observados nas Figuras 8 e 9.

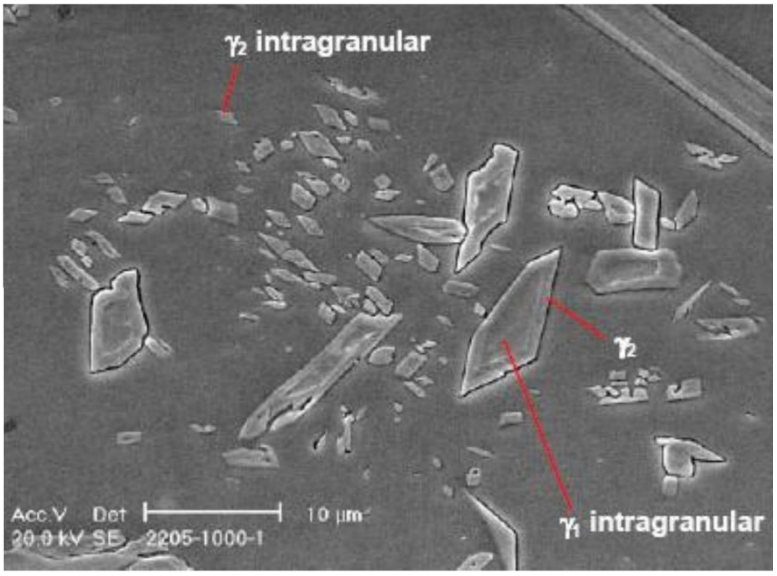


Figura 8 – Micrografia mostrando a precipitação da γ2 a partir da austenita e no interior do grão de ferrita de um AID UNS S32205
Fonte: LONDOÑO, 2001.

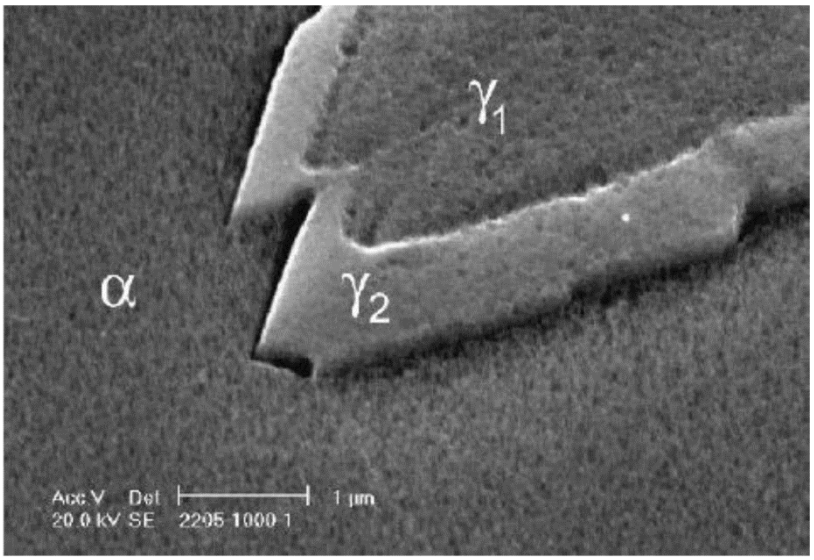


Figura 9 – Micrografia mostrando o crescimento da γ2 a partir da austenita existente do AID UNS S32205
Fonte: LONDOÑO, 2001.

Fase Alfa Linha (α'): A fragilização da fase ferrita em aços inoxidáveis, tanto ferríticos quanto duplex, causada por sua exposição a temperaturas em torno de 475°C tem sido discutida na literatura por mais de meio século. O principal fator responsável por essa fragilização é a presença da fase alfa linha (α') formada pela decomposição espinodal na faixa de temperatura de 300 a 550°C. A fase alfa linha (α') contém essencialmente cromo e ferro, tem uma estrutura CCC e é coerente com a ferrita. Os precipitados alfa linha (α') são pequenos, na faixa de 20 a 200 Å, e possuem alta resistência ao coalescimento, mesmo para longos tempos de exposição. Os dois átomos (Fe e Cr) apresentam tamanhos atômicos muito semelhantes e apresentam amplitudes de espalhamento de elétrons e raios-X semelhantes, que juntamente com a tamanho pequeno do precipitado, dificulta sua observação direta mesmo usando microscopia eletrônica de transmissão. A presença da fase α' tem um efeito importante nas propriedades mecânicas e de corrosão (GUNN, 2003; ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

A dureza, os limites de escoamento e resistência à tração são aumentados, enquanto o alongamento e a resistência ao impacto são diminuídos pela presença de alfa linha (α'). A ferrita sem alfa linha (α'), apresenta linhas de deslizamento onduladas devido aos numerosos sistemas de deslizamento na estrutura CCC. A presença de alfa linha (α') altera essa situação, pois dificulta o movimento das discordâncias, restringindo o deslizamento a poucos planos cristalinos. Sendo uma fase deletéria rica em cromo, a fase α' reduz a resistência à corrosão nas áreas vizinhas a sua precipitação (GUNN, 2003; ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

1.1.2.3 Resistência Mecânica dos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex

Os AIDs e AISDs apresentam propriedades mecânicas excepcionais. Na condição solubilizados apresentam limite de escoamento, em temperatura ambiente, superior aos aços inoxidáveis austeníticos sem nitrogênio (IMOA, 2012). A Tabela 3 apresenta os limites de propriedades mecânicas exigidos conforme a Norma ASTM A790 (2023), a Figura 10 mostra os limites de escoamento típicos de alguns AIDs e AISDs comparados com os do aço inoxidável austenítico (AIA) AISI 316L, entre a temperatura ambiente e 300°C.

Tabela 3 – Limites de propriedades mecânicas exigidas de alguns AIDs e AISDs.

UNS Designation	Type[A]	Tensile Strength, min, ksi [MPa]	Yield Strength, min, ksi [MPa]	Elongation in 2 in. or 50 mm, min, %	Hardness, max	
					HBW	HRC
S31200		100 [690]	65 [450]	25	280	...
S31260		100 [690]	65 [450]	25	...	...
S31500		92 [630]	64 [440]	30	290	30
S31803		90 [620]	65 [450]	25	290	30
S32003		95 [655]	65 [450]	25	290	30
S32101						
t ≤ 0.187 in. [5.00 mm]		101 [700]	77 [530]	30	290	...
t > 0.187 in. [5.00 mm]		94 [650]	65 [450]	30	290	...
S32202		94 [650]	65 [450]	30	290	30
S32205	2205	95 [655]	65 [450]	25	290	30
S32304	2304	87 [600]	58 [400]	25	290	30
S32506		90 [620]	65 [450]	18	302	32
S32520		112 [770]	80 [550]	25	310	...
S32550	255	110 [760]	80 [550]	15	297	31
S32707		133 [920]	101 [700]	25	318	34
S32750	2507	116 [800]	80 [550]	15	300	32
S32760[B]		109 [750]	80 [550]	25	300	...
S32808		116 [800]	80 [550]	15	310	32
S32900	329	90 [620]	70 [485]	20	271	28
S32906						
t below 0.40 in. [10 mm]		116 [800]	94 [650]	25	300	32
t 0.40 in. [10 mm] and above		109 [750]	80 [550]	25	300	32
S32950		100 [690]	70 [480]	20	290	30
S33207						
t below 0.157 in. [4 mm]		138 [950]	112 [770]	15	336	36
t 0.157 in. [4 mm] and above		123 [850]	101 [700]	15	336	36
S39274		116 [800]	80 [550]	15	310	32
S39277		120 [825]	90 [620]	25	290	30
S81921		90 [620]	65 [450]	25	290	30
S82011						
t below 0.187 in. [5.00 mm]		101 [700]	75 [515]	30	293	31
t 0.187 in. [5.00 mm] and above		95 [655]	65 [450]	30	293	31
S82441 t < 0.4 inches [10 mm]		107 [740]	78 [540]	25	290	...
S82441 t > 0.4 inches [10mm]		99 [680]	70 [480]	25	290	...

Fonte: Norma ASTM A790, 2023.

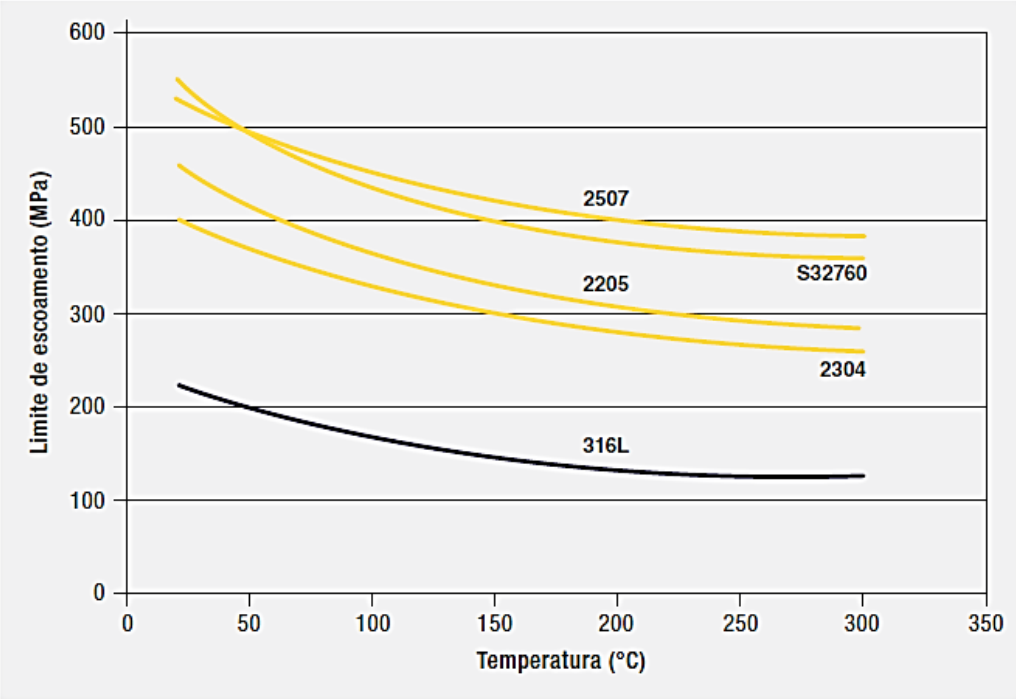


Figura 10 – Comparação de limite de escoamento de AIDs e AISDs e o AIA AISI 316L, entre a temperatura ambiente e 300°C.
Fonte: IMOA, 2012.

Apesar da alta resistência dos AIDs e AISDs, eles apresentam boa ductilidade e tenacidade. Comparados ao aço carbono ou aos aços inoxidáveis ferríticos, a transição dúctil - frágil é mais gradual. Os AIDs e AISDs mantêm boa tenacidade mesmo em temperaturas ambiente baixas, por exemplo, - 40°C; entretanto, a ductilidade e tenacidade dos AIDs e AISDs são em geral menores que as dos AIAs. Os AIAs geralmente não apresentam uma transição dúctil-frágil e mantêm excelente tenacidade até em temperaturas criogênicas (GUNN, 2003; IMOA, 2012).

1.1.2.4 Resistência à Corrosão dos Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex

Os AIDs e AISDs exibem um alto nível de resistência à corrosão na maioria dos ambientes onde os AIAs são utilizados. Todavia, existem algumas exceções notáveis nas quais eles são decididamente superiores. Isto é resultado do seu alto teor de cromo, que é benéfico em ácidos oxidantes, juntamente com molibdênio e níquel suficientes para oferecer resistência em ambientes ácidos levemente redutores. O teor relativamente alto

de cromo, molibdênio e nitrogênio também oferece a eles muito boa resistência à corrosão por pites e em frestas induzida por cloretos. Sua estrutura duplex é uma vantagem em ambientes com potencial de fratura por corrosão sob tensão. Se a microestrutura contém pelo menos 20 a 30% de ferrita (δ), os AIDs e AISDs são muito mais resistentes à corrosão sob tensão por cloretos que os AIAs AISI 304 e AISI 316. A ferrita (δ) é, todavia, suscetível à fragilização por hidrogênio. Assim os AIDs e AISDs não apresentam alta resistência em ambientes ou aplicações nas quais o hidrogênio possa estar incorporado no metal e causar fragilização por hidrogênio (GUNN, 2003; ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009; IMOA, 2012).

A vantagem das ligas de AID e AISD é a combinação entre a alta resistência mecânica e elevada resistência à corrosão por pites (PARDAL el. al, 2013). Entretanto, não é possível desconsiderar os aspectos corrosivos e avaliar os diferentes processos que ocorrem em ligas metálicas. Nesse caso, para entender o processo de corrosão e avaliar seus efeitos dentro de uma instalação, é necessário fazer a sua caracterização através do tipo de perda do material em sua seção transversal.

1.1.2.4.1 - Corrosão Intergranular

Os contornos de grão são zonas que separam dois grãos de diferentes estruturas ou pelo menos diferentes orientações cristalográficas. São, na verdade, “zonas desordenadas” favoráveis à iniciação e nucleação de precipitados de compostos metálicos, como carbonetos e nitretos, ou mesmo fases intermetálicas, como sigma (σ), chi (χ). Eles também atraem enriquecimentos locais de numerosos elementos de soluto, como fósforo, silício e boro. Essas zonas intergranulares podem exibir uma forte sensibilidade ao ataque localizado em alguns meios corrosivos. Este fenômeno é referido à corrosão intergranular. O fenômeno é encontrado principalmente nas condições em que os aços inoxidáveis devem desenvolver um estado passivo (ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

A corrosão intergranular geralmente resulta de zonas com redução do teor de cromo, perto dos contornos de grão, resultantes de precipitados ricos em cromo (Figura 11 e 12). O surgimento de regiões com teor de cromo reduzido diminui consideravelmente a capacidade do aço de resistir a meios corrosivos. Como resultado, a corrosão começa e se propaga ao longo dos contornos de grão. Essas precipitações geralmente resultam de

tratamentos térmicos de fabricação inadequados para retardar o resfriamento na região de 850°C/200°C após o tratamento de solubilização. Condições inadequadas de soldagem podem levar ao mesmo fenômeno na ZTA. Este também é o caso para condições de serviço quando o material é exposto a altas temperaturas de serviço. Os aços inoxidáveis que passaram por tratamento térmico satisfatório são quase imunes ao ataque intergranular, pois não exibem zonas de redução do teor de cromo nos contornos de grão (ALVAREZ-ARMAS & DEGALLAIX-MOREUIL, 2009).

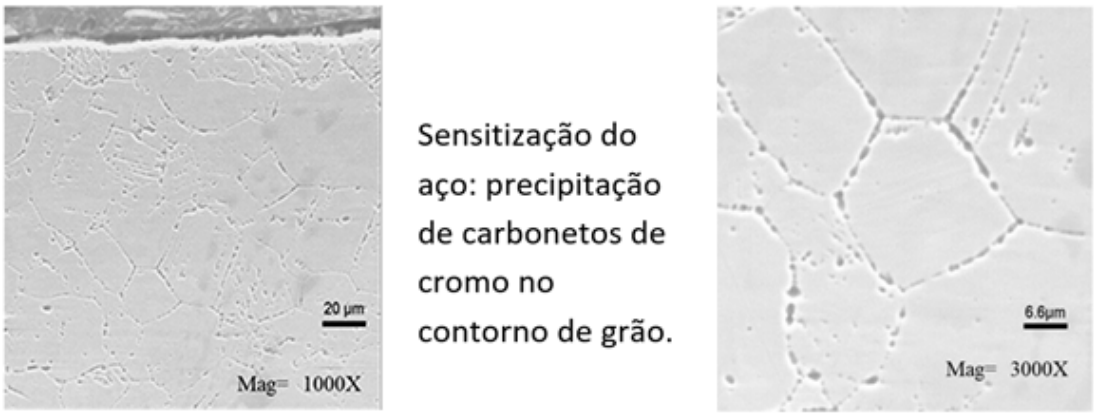


Figura 11 – Precipitação de carbetos de Cr
Fonte: SERNA-GIRALDO, 2006.

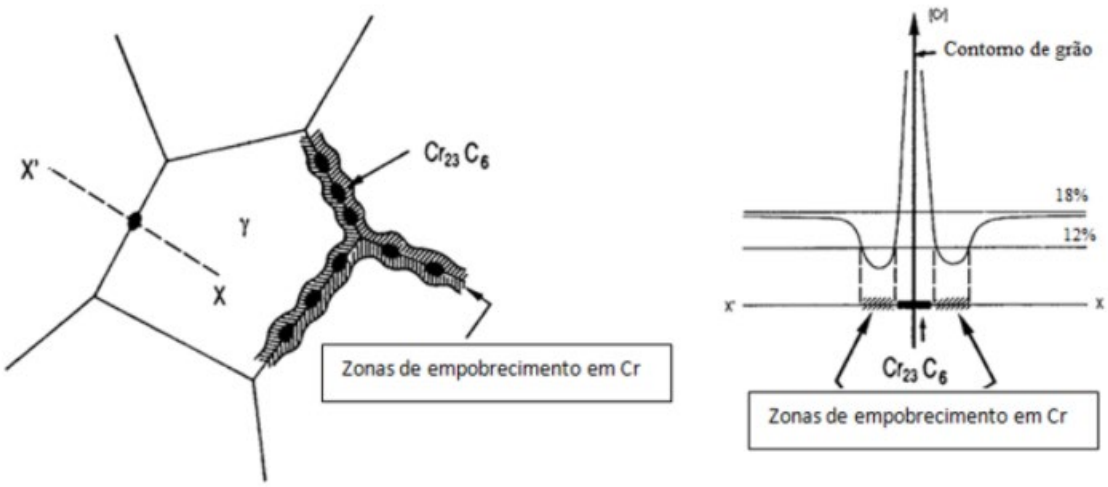


Figura 12 – Precipitação de carbetos e diminuição local de cromo
Fonte: SERNA-GIRALDO, 2006.

As estruturas austeníticas são mais sensíveis à corrosão intergranular que as ferríticas, pois o coeficiente de difusão do cromo é menor na fase austenítica do que na

fase ferrítica. Os AIDs e AISDs são muito resistentes à corrosão intergranular, isso é explicado por algumas propriedades particulares das ligas duplex (ALVAREZ-ARMAS e DEGALLAIX-MOREUIL, 2009):

- uma microestrutura de tamanho de grão pequeno, resultante das duas fases, que aumenta a superfície dos contornos de grão por superfície.;

- carbetos e nitretos de cromo precipitam preferencialmente, na interface α/γ, o que reduz o número de precipitações por unidade de superfície;

- o cromo vem principalmente da ferrita, zona enriquecida em cromo da estrutura duplex, reduzindo, desta forma, o empobrecimento de cromo da austenita;

A susceptibilidade do material à corrosão intergranular é avaliada pela técnica eletroquímica de reativação potenciocinética (*Duple Loop Eletrochemical Potentikinetic Reactivation Method – DL-EPR*). Esta técnica baseia-se no fato de que ao diminuir-se o potencial aplicado ao material, a partir de uma condição onde este se apresenta completamente passivado, haverá a quebra da película passiva, preferencialmente nas zonas empobrecidas de Cr. Os resultados do ensaio DL-EPR ou de polarização eletroquímica de reativação cíclica (PERC) são avaliados através da relação entre a corrente de reativação (I_r) e a corrente de ativação (I_a). Quando o valor de $I_r/I_a = 0$ significa que o material não é susceptível à corrosão (PARDAL, 2009; WOLYNEC, 2013).

Tavares et al. (2005) avaliaram a susceptibilidade à corrosão do AID UNS S31803 utilizando a técnica *DL-EPR*, empregando uma solução de 2M H_2SO_4+0,01M KSCN+0,5M NaCl. Os pesquisadores detectaram uma pronunciada queda na resistência à corrosão da amostra envelhecida a 475°C por 500 horas, onde o valor de I_r/I_a foi aproximadamente 0,86 (Figura 13). Por outro lado, não observaram o mesmo efeito na amostra envelhecida a 400°C, mesmo com 1000 horas de envelhecimento (Figura 14).

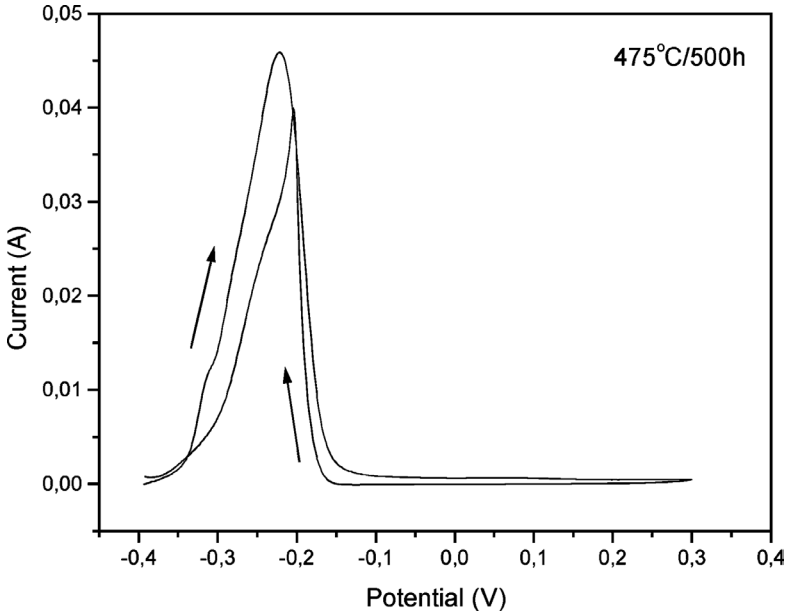


Figura 13 - Curva DL-EPR da amostra envelhecida a 475°C por 500 horas.
Fonte: TAVARES et al., 2005

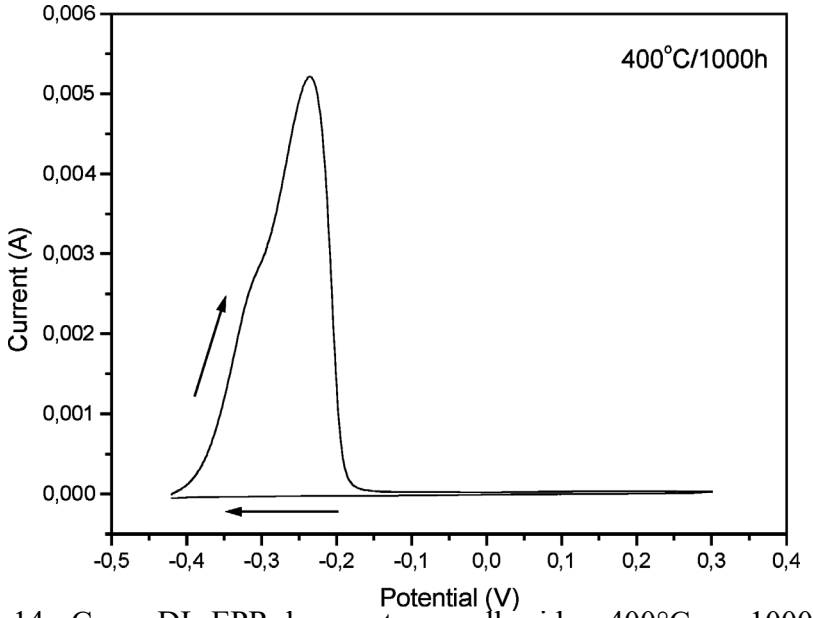


Figura 14 - Curva DL-EPR da amostra envelhecida a 400°C por 1000 horas.
Fonte: TAVARES et al., 2005

1.1.2.4.2 Corrosão por Pites

O processo ocorre através da formação de cavidades com pequenas aberturas, gerando um fundo anguloso e profundidade maior que seu diâmetro de abertura (GENTIL, 2003).

As descontinuidades geradas pelo processo de formação do pite são danosas ao ciclo de vida dos materiais e equipamentos, porque o surgimento de perfurações ou fraturas podem ocorrer em um número de ciclo menor do que o previsto, ocasionando vazamentos em tanques e tubulações, como também a falhas por fadiga e fragilização por hidrogênio (GENTIL, 2003). Por conta disso há uma redução no intervalo programado para as paradas de manutenção.

O ponto de partida do processo é na região com menor índice de aeração (região anódica), que estão protegidas por uma camada fina de óxido. Essa película é rompida na medida em que o potencial passivo na presença de ânions de Cl- atingem o potencial de corrosão por pites, em pontos de maior fragilidade ou menor espessura. Superfícies rugosas e o trabalho a frio favorecem o surgimento de pites por conta da irregularidade superficial nos aços e a formação de poças íons cloreto (OLIVEIRA, 2014). A Figura 15 ilustra um ataque de corrosão por pites.

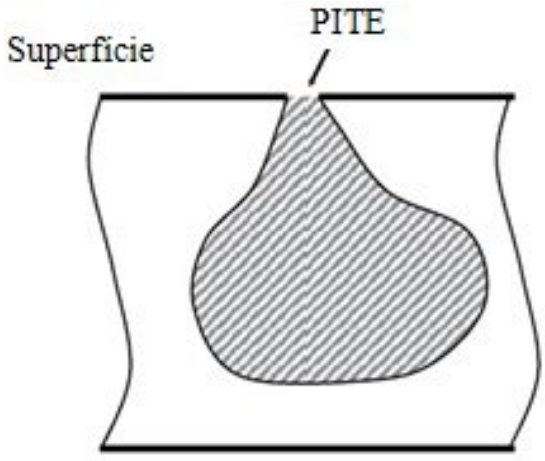


Figura 15 – Ataque de corrosão por pites.
Fonte: LIPPOLD & KOTECKI, 2005

Os elementos que são capazes de aumentar a resistência a corrosão por pites em ligas de AISD são: cobre (Cu), cromo (Cr), molibdênio (Mo) e nitrogênio (N).

Adicionalmente o silício (Si) é responsável pela estabilização da película protetora na camada superficial (GUNN, 2003).

Através da grande utilização em atmosferas com presença de íons de cloreto, a necessidade pelo cálculo da resistência a corrosão por pite se torna essencial, podendo ser ranqueada através do número de resistência à corrosão por pites PRE ("Pitting Resistance Equivalent"), que é função da composição química do material. (GUNN, 2003).

As normas que indicam metodologias de análise da resistência à corrosão por pite são ASTM G48 (2011) e ASTM G61 (2009). A norma ASTM G48 (2011) especifica ensaios que avaliam a perda de massa nos aços inoxidáveis. E a norma ASTM G61 (2009) faz uso da técnica de polarização cíclica em um meio de 3,5% em peso de NaCl. Neste ensaio pode-se determinar o potencial de pite (E_{PITE}) da liga, sendo o menor potencial no qual o pite se inicia e cresce no material.

1.2 CARACTERIZAÇÃO POR ENSAIOS ELETROMAGNÉTICOS

1.2.1 Conceitos Básicos

1.2.1.1 Definição de magnetismo

O magnetismo é atribuído ao fenômeno pelo qual os materiais apresentam uma força atrativa ou repulsiva, ou exercem influência sobre outros materiais. Como exemplos bem conhecidos de materiais que exibem propriedades magnéticas destacam-se alguns aços, o ferro, o níquel, o cobalto e a magnetita (Fe_3O_4). No entanto, não é tão familiar o fato de que todas as substâncias são influenciadas de um modo ou outro pela presença de um campo magnético (CALLISTER, 2008). O primeiro estudo verdadeiramente científico acerca do magnetismo foi realizado pelo inglês William Gilbert, que publicou seu livro clássico "*On the Magnet"* em 1600. O primeiro eletroímã foi elaborado em 1825, após a grande descoberta efetuada em 1820 por Hans Christian Oersted, em que

uma corrente elétrica produz um campo magnético (JILES, 1991; CULLITY e GRAHAM. 2009).

1.2.1.2 Campo Magnético (H)

Um campo magnético (H) é produzido sempre que houver carga elétrica em movimento. Isto pode ser devido à uma corrente elétrica fluindo em um condutor, como foi descoberto por Oersted. Um campo magnético (H) também é produzido por um imã permanente (JILES, 1991). O campo magnético (H) pode ser definido de várias maneiras (JILES, 1991). Neste sentido, ressalta-se em termos de polos magnéticos. Por convenção, a extremidade de um imã em forma de barra e livremente suspenso que aponta para o norte magnético é chamado de polo norte, e o extremo oposto é chamado de polo sul, conforme exibe a seguir a Figura 16 (SILVA, 2020; SPALDIN, 2011).

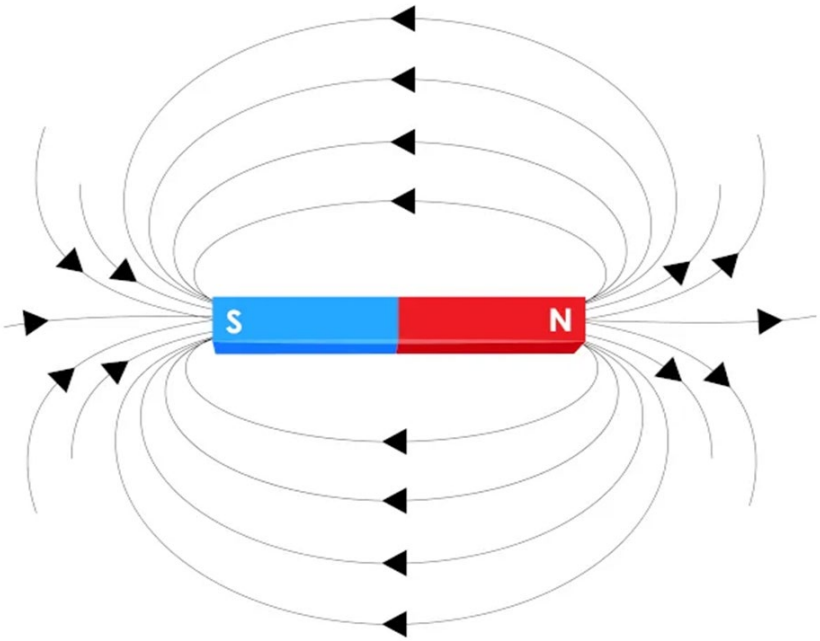


Figura 16 – Representação do campo magnético pelas linhas de indução
Fonte: PESSOA JUNIOR, 2010

O magnetismo, comumente, apresenta uma natureza bipolar, visto que, há centros de campo magnético (H) ou dois polos magnéticos separados por uma distância determinada (GRIJALBA, 2010). Partindo de uma convenção estabelecida, trajetórias, denominadas linhas de campo magnético, saem do polo norte e entram no polo sul (CULLITY & GRAHAM, 2009; SPALDIN, 2011).

Ao reduzir à metade o comprimento do ímã, obtêm-se dois ímãs. Continuando este processo, o limite da divisão seria um ímã muito curto de momento finito chamado dipolo magnético (CULLITY & GRAHAM, 2009; SPALDIN, 2011). Os dipolos magnéticos podem ser considerados pequenos ímãs em forma de barra compostos de polos norte e sul. Ressalta-se, ainda, que os dipolos magnéticos de um material são influenciados na presença de um campo magnético externo cuja força do mesmo exerce um torque que tende a orientar os dipolos magnéticos na direção do campo. É importante destacar que os campos magnéticos (H) são produzidos inclusive por condutores que transmitem corrente. A corrente que circula através de uma bobina longa de fio de cobre, denominada solenoide – cujo comprimento é maior que seu raio, também é capaz de produzir um campo magnético (H) (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013), como ilustrado na Figura 17, a seguir.

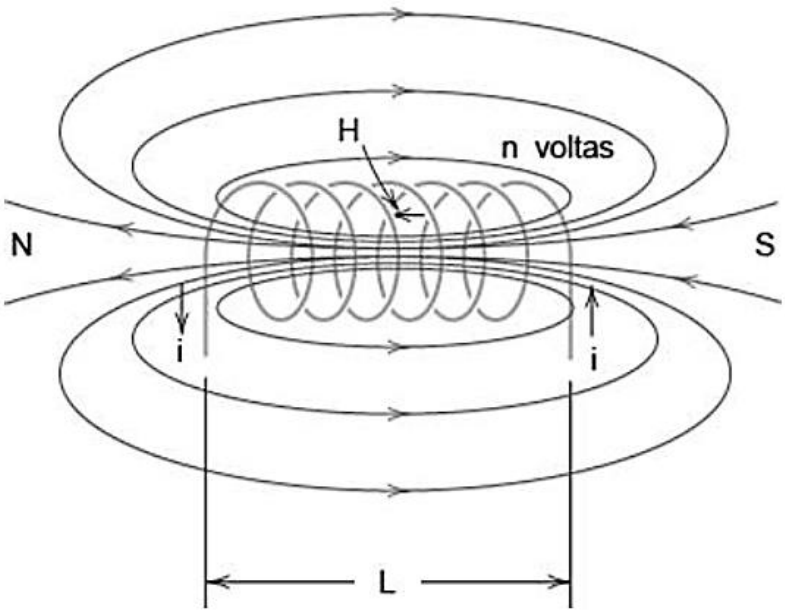


Figura 17 – Campo magnético (H) gerado pela corrente no interior de um solenoide
Fonte: MORGAN, 2013

A intensidade do campo magnético designada por H [A/m] é gerada por meio de um solenoide em que n corresponde ao número de voltas da espira, possuindo um comprimento L relativo ao solenoide [m] e associada à uma corrente de magnitude i [A] (CALLISTER, 2008). Com exceção dos extremos, o campo magnético no interior do solenoide é relativamente uniforme. E semelhante ao campo produzido por um ímã permanente é o campo magnético (H) externo (SILVA, 2020; MORGAN, 2013).

1.2.1.3 Indução Magnética (B)

A indução magnética ou densidade do fluxo magnético, denotada por B, representa a magnitude da força do campo interno dentro de uma substância sujeita a um campo magnético (H) (CALLISTER, 2008). Sendo assim, está associada a um campo magnético (H) aplicado a um material, ou seja, é a resposta do material ao campo magnético (H). A relação entre B e H é uma propriedade do material (SPALDIN, 2011).

É conveniente destacar, como exemplo, uma barra de ferro desmagnetizada no interior de um solenoide, em que, verifica-se um aumento do campo magnético (H) na parte externa do solenoide. Tal fato observado é pertinente à soma do campo gerado pelo solenoide e do campo magnético da barra que se magnetizou, resultando assim um novo campo magnético chamado de indução magnética (B) (CULLITY e GRAHAM, 2009; GRIJALBA, 2010). A Equação 3 relaciona B e H expressos em unidades SI (CULLITY e GRAHAM, 2009):

$$B = H + 4\pi M \tag{3}$$

A intensidade da magnetização (M) ou simplesmente magnetização é definida como o momento magnético induzido (m) por unidade de volume (V) gerado pela barra (CULLITY & GRAHAM, 2009; GRIJALBA, 2010), conforme observado na Equação 4.

$$M = \frac{m}{V} \tag{4}$$

A relação entre B, H e M em SI é expressa pela Equação 5 (GRIJALBA, 2010).

$$B = \mu_0 (H + M) \tag{5}$$

Onde $\mu 0 = 4\pi \times 10\text{-}7$ [*Tm/A*] é a permeabilidade magnética no vácuo que é uma constante universal. A seguir, a Tabela 4 exibe algumas magnitudes magnéticas e suas respectivas unidades.

Tabela 4 – Magnitudes magnéticas e suas unidades.

Magnitude magnética	Unidades (SI)	Uniadedes (cgs)
B, indução magnética	Weber/metro^2 (Wb/m^2) ou Tesla (T)	Gauss (G)
H, campo aplicado	Amperes/ metro (A/m)	Oersted (Oe)
M, magnetização	Ampere / metro (A/m)	
	Fatores de conversão: 1 Oe = 79.58 A / m 1 Wb / m^2 = 1T= 10000 G	

Fonte: CALLISTER, 2008

1.2.1.4 Susceptibilidade Magnética (χ_m)

As propriedades de um material são definidas não apenas pela magnetização (M) ou pela indução magnética (B), mas pela maneira como estas variam com o campo magnético aplicado (H) (SPALDIN, 2011). A razão entre M e H é chamada de suscetibilidade magnética, denotada por χ_m e expressa de acordo com a Equação 6 (JILES,1991; SPALDIN, 2011).

$$\chi_m = \frac{M}{H} \tag{6}$$

1.2.1.5 Permeabilidade Magnética (μ)

Ao introduzir um material ferromagnético no interior de um campo magnético (H), poderá ser constatado uma elevação na intensidade do campo magnético total. Neste caso, o parâmetro μ (chamado de permeabilidade magnética) é utilizado como um modo de verificar tal aumento na magnetização (GRIJALBA, 2010). A permeabilidade (μ) é a razão entre a indução magnética (B) e o campo aplicado (H) conforme mostra a Equação 7 (JILES, 1991; SPALDIN, 2011).

$$\mu = \frac{B}{H} \tag{7}$$

A permeabilidade magnética (μ) indica o quanto o material é permeável ao campo magnético (H). Um material que concentra uma grande quantidade de densidade de fluxo (B) no seu interior tem uma alta permeabilidade (SPALDIN, 2011). Sendo assim, o

campo magnético (H) e densidade de fluxo ou indução magnética (B) estão relacionados de acordo com a Equação 7, visto que, campo magnético (H) no vácuo é dado pela Equação 8 (CALLISTER, 2008).

$$H = \frac{B_0}{\mu_0} \tag{8}$$

Vários parâmetros podem ser usados para descrever as propriedades magnéticas dos sólidos. Uma delas é a relação entre a permeabilidade (μ) de um material e a permeabilidade no vácuo (μ_0), especificando, assim, a permeabilidade relativa (μ_r), como é dada pela Equação 9 (JILES, 1991; CALLISTER, 2008).

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \tag{9}$$

A permeabilidade relativa (μ_r) de um material é uma medida do grau em que o material pode ser magnetizado ou a facilidade com que a densidade de fluxo (B) pode ser induzida na presença de um campo magnético (H) externo (JILES, 1991; CALLISTER, 2008).

1.2.1.6 Magnetismo em Materiais

Pode-se destacar três tipos de materiais, segundo à sua permeabilidade magnética (μ), são eles: diamagnéticos, paramagnéticos e ferromagnéticos. O primeiro grupo, refere-se a materiais para os quais a suscetibilidade magnética (χ_m) é pequena e negativa, onde $\chi_m \approx -10^{-5}$. Estes materiais são chamados diamagnéticos, posto que, são debilmente magnetizados e sua resposta magnética se opõe ao campo magnético aplicado (H). Assim, a permeabilidade relativa (μ_r) é menor que 1 (JILES,1991; CALLISTER, 2008). A Figura 18 exibe esquematicamente as configurações do dipolo magnético atômico para um material diamagnético com e sem a presença de um campo magnético (H) externo (CALLISTER, 2008).

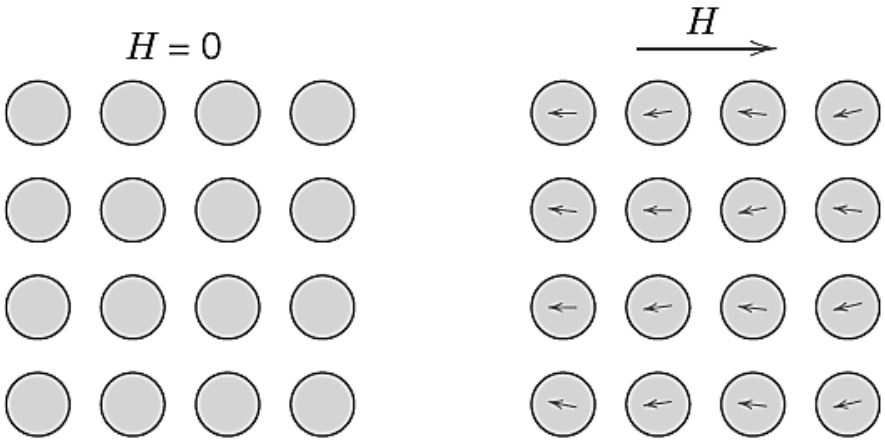


Figura 18 – Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem campo magnético.
Fonte: CALLISTER, 2008

As setas representam momentos de dipolo atômico. Na ausência de um campo magnético (H) externo, não existem dipolos; na presença de um campo magnético (H), são induzidos dipolos que estão alinhados em oposição à direção do campo magnético (H) (CALLISTER, 2008). No que concerne a um segundo grupo de materiais, em que a suscetibilidade magnética (χm) é pequena, positiva e tipicamente $\chi m \approx 10^{-3}$ a 10^{-5}, pode-se destacar os paramagnéticos. A magnetização destes materiais é fraca, mas alinhada paralelamente à direção do campo magnético (H) (JILES, 1991). Além disso, caracterizam-se por apresentar uma distribuição ou soma de momentos magnéticos atômicos nula, que tendem a se alinhar no sentido do campo aplicado (H) (GRIJALBA, 2010), como mostra a Figura 19.

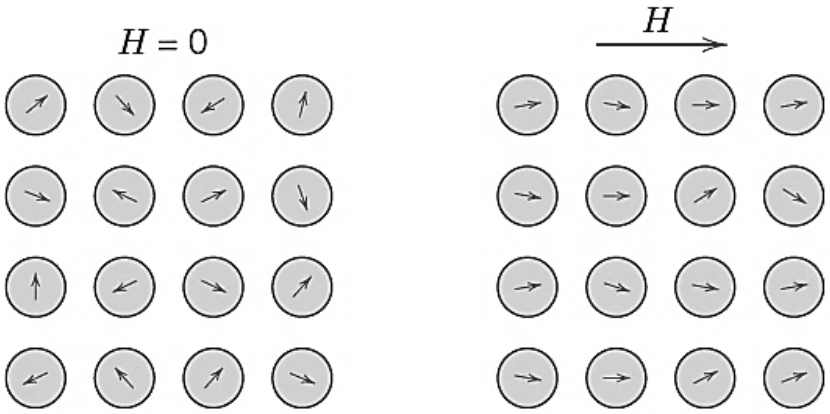


Figura 19 – Configuração de dipolo atômico com e sem um campo magnético externo para um material paramagnético.
Fonte: CALLISTER, 2008

Nos materiais paramagnéticos, os dipolos magnéticos atuam individualmente sem interação mútua entre os dipolos adjacentes. Na medida em que os dipolos se alinham com o campo magnético (H) externo, eles o realçam, dando origem a uma permeabilidade relativa (μ_r) maior que 1 (CALLISTER, 2008). Os materiais ferromagnéticos, integram o terceiro grupo a ser enfatizado, cuja suscetibilidade magnética (χ_m) é positiva e tipicamente pode ter valores $\chi_m \approx 50$ a 104, e a permeabilidade relativa (μ_r) é muito maior que 1 (JILES, 1991; GRIJALBA, 2010). Tanto a suscetibilidade (χ_m) quanto a permeabilidade relativa (μ_r) nesses materiais são fortemente afetadas pelo campo magnético (H) predominante e pela história anterior do material, por exemplo, a mudança na permeabilidade relativa (μ_r) do ferro recozido e como tal condição pode afetar sua magnetização (JILES, 1991). Ainda que na ausência do campo magnético (H) externo e em virtude de um forte acoplamento, são mantidos alinhados os momentos magnéticos individuais de grandes grupos de átomos ou moléculas. Corresponde à domínios magnéticos esses grupos, de átomos ou moléculas, que atuam como um pequeno ímã permanente. A Figura.20 exibe de modo esquemático o alinhamento mútuo de dipolos atômicos para um material ferromagnético, que existirá mesmo na ausência de um campo magnético (H) externo (CALLISTER, 2008).

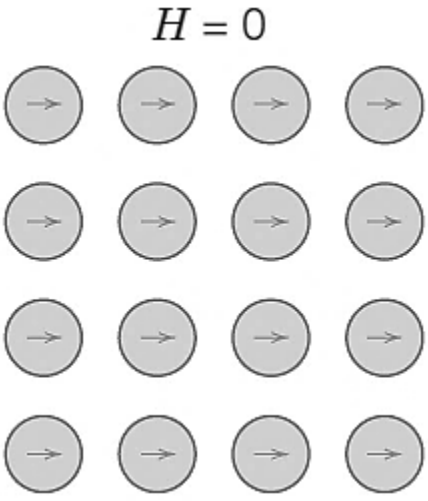


Figura 20 – Ilustração esquemática do alinhamento mútuo de dipolos atômicos para um material ferromagnético, que existirá mesmo na ausência de um campo magnético externo.
Fonte: CALLISTER, 2008

1.2.2 Curvas de Histerese Magnética

A curva de magnetização de um material magnético é tão descritiva das propriedades magnéticas de um material quanto sua curva de tensão-deformação é descritiva de suas propriedades mecânicas. Assim como as principais propriedades de tração podem ser encontradas em uma curva de tensão-deformação, as principais propriedades magnéticas também podem ser encontradas na curva de magnetização (CULLITY e GRAHAM, 2009). A primeira coisa a notar é que existem dois tipos de curvas de magnetização geradas em resposta a um campo aplicado. As curvas M-H se concentram na resposta interna do material magnético, enquanto as curvas B-H se concentram na indução magnética (NOVAK, 2004).

O processo de magnetização, este de natureza irreversível, é melhor observado quando se traça a resposta da indução magnética (B) pelo campo aplicado (H). A curva de magnetização obtida a partir da função (B(H)) é chamada de laço de histerese (MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010), conforme ilustrada na Figura 21.

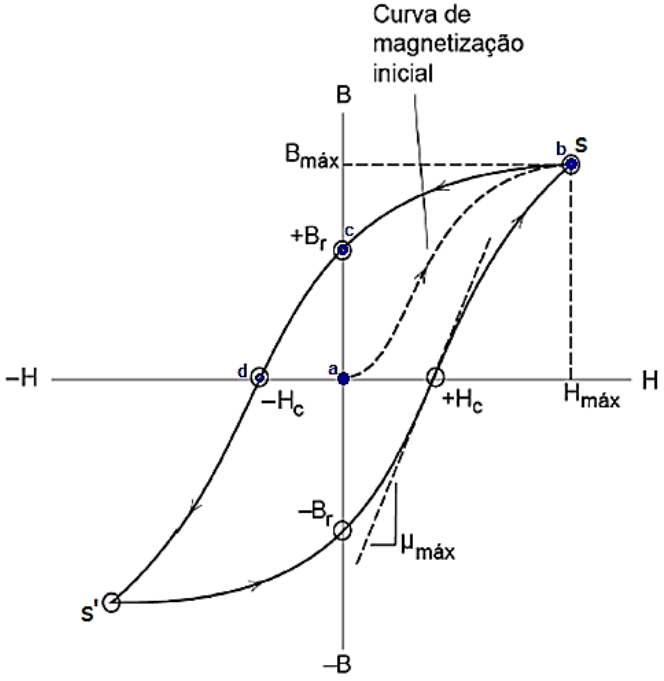


Figura 21 – Densidade do fluxo magnético (B) em função da intensidade do campo magnético (H) para um material ferromagnético que está sujeito à saturações avante e reversa, respectivamente os pontos S e S'. A remanência (Br) e a força coercitiva (Hc) também estão mostradas.
Fonte: CALLISTER, 2008.

O laço de histerese é representado pela curva contínua, a curva tracejada indica a magnetização inicial. A área no interior do laço de histerese magnética representa uma perda de energia. Alguns parâmetros cuja forma da curva de magnetização é sensível, são destacados: intensidade do campo magnetizante, frequência de magnetização, temperatura, microestrutura do material e a tensão (residual ou aplicada) (MORGAN, 2013). A partir da curva de histerese, exibida na Figura 21, define-se um número de propriedades magnéticas do material que podem ser usadas para caracterizar o laço de histerese (JILES, 1991).

$B_{máx}$: Campo de indução máxima. Relativo à magnetização máxima (M_s), saturação (MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010);

B_r: Campo de indução remanente ou indução de remanência. A indução magnética retida quando o campo magnético é reduzido de $H_{máx}$ até H=0 (MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010);

H_c: Campo Coercitivo. Campo necessário para levar a indução de volta a zero após a saturação, isto é, levar o material desde B_s até B=0 (MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010);

$H_{máx}$: Campo máximo. Amplitude de campo necessário para levar o material à sua saturação magnética (M=M_s), ou seja, levar o material até B_s (MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010);

Permeabilidade máxima ($\mu_{máx}$): Valor máximo obtido entre a razão B/H durante o ciclo (MORGAN, 2013);

Permeabilidade inicial (μ_i): Valor da inclinação da curva de magnetização inicial descreve a permeabilidade relativa para valores baixos de H (MORGAN, 2013).

Os materiais magnéticos, dependendo da forma do laço de histerese, podem ser classificados em dois grandes grupos: materiais magnéticos moles e materiais magnéticos duros (Figura 22) (MORGAN, 2013).

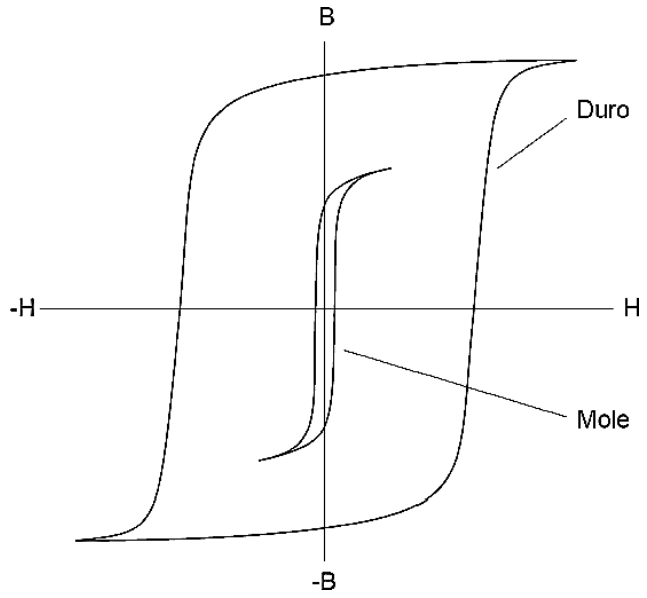


Figura 22 – Curvas de magnetização esquemáticas para materiais magnéticos moles e duros
Fonte: CALLISTER, 2008.

Materiais magnéticos moles são usados em dispositivos que estão sujeitos a campos magnéticos alternados e nos quais as perdas de energia devem ser baixas, um exemplo são os transformadores elétricos. Por essa razão, a área relativa dentro do laço de histerese deve ser pequena, esta é fina e estreita, conforme pode ser vista na Figura 22. Assim, um material magnético mole deve apresentar uma permeabilidade inicial (μ_i) alta e um baixo campo coercitivo (H_c). Um material que possui estas propriedades pode atingir a sua magnetização de saturação ($B_{máx}$) com aplicação de campo relativamente baixo, ou seja, magnetizado e desmagnetizado facilmente e ainda possui pequenas perdas de energia por histerese (CALLISTER, 2008). Materiais magnéticos duros são a base dos *ímãs permanentes*. Em termos de comportamento de histerese, um material magnético duro possui um elevado campo coercitivo (H_c), visto que, uma vez magnetizado, deve resistir à desmagnetização que pode ser originada por outros campos magnéticos presentes no ambiente de trabalho, inclusive o seu próprio campo. Além de apresentar altas remanência (B_r), coercividade (H_c) e densidade de fluxo de saturação (B_s), bem como, baixa permeabilidade inicial (μ_i) e grandes perdas de energia por histerese. Deste modo, os materiais magnéticos duros, são mais difícieis de magnetizar e desmagnetizar (CALLISTER, 2008).

1.2.3 Ferritoscópio

O fenômeno de decomposição da ferrita (δ) em aços inoxidáveis, pela precipitação de fases intermetálicas deletérias, é caracterizado magneticamente, através de medidas baseadas na permeabilidade magnética (μ), com a utilização do ferritoscópio, cuja medida é baseada na permeabilidade magnética da fase ferrítica (HELMUT FISHER, 2014)

O princípio de funcionamento deste equipamento, desenvolvido pela Helmut Fischer®, é explicado pela interação de um campo magnético gerado por uma bobina com a fase magnética da amostra. As mudanças no campo magnético induzem uma voltagem proporcional ao conteúdo da fase ferromagnética em uma segunda bobina. Esta voltagem de saída é então avaliada (Figura 23). O sinal de leitura do ferritoscópio é proporcional ao teor de fase ferromagnética das amostras, e a precipitação de fases intermetálicas na ferrita (δ) provocará uma diminuição da permeabilidade magnética (μ) (HELMUT FISHER, 2014).

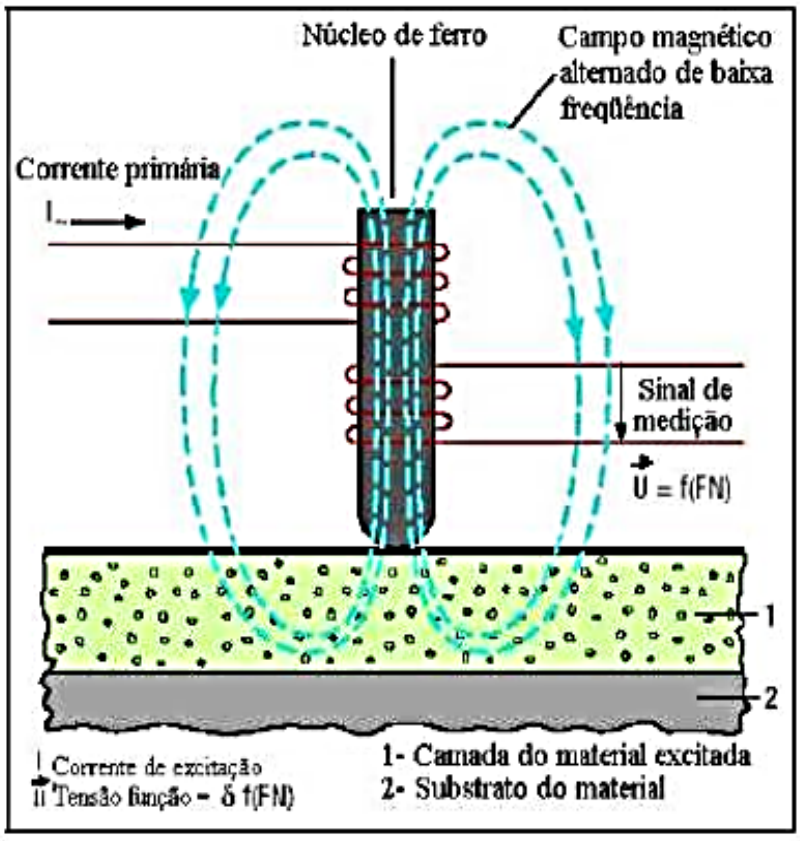


Figura 23 – Fundamentos do funcionamento do ferritoscópio

Fonte: HELMUT FISHER, 2014

CAPÍTULO 2
MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 MATERIAL

No desenvolvimento deste trabalho foi utilizado o aço inoxidável superduplex UNS 32750 conhecido comercialmente como SAF2507, sendo retirado de um tubo de 4" SCH 40S, sendo o diâmetro externo (*OD*) de 114, 3 mm e espessura de parede (*WT*) de 6,02 mm. A Tabela 5. apresenta a composição química do material do estudo, através da análise química por espectrometria de emissão ótica, onde a composição química está dentro dos valores esperados para esse tipo de material, em conformidade com a norma ASTM A790/A790M-23.

Tabela 5 - Composição química do material estudado (% em peso). (%Fe em balanço).

Designação UNS 32750	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Si**	**Mn**	**N**	**C**	**Cu**	**P**	**W**	**S**
Análise Química	24,58	6,84	3,58	0,55	0,53	0,225	0,028	0,22	0,027	0,023	0,002
Norma ASTM A790/A790M-23	24,0-26,0	6,0-8,0	3,0-5,0	0,80	1,20	0,24-0,32	0,030	0,50	0,035	-	0,020

2.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Com o uso de uma serra de fita foram cortadas 30 amostras do aço UNS S32750, sendo 10 unidades nas dimensões 30 mm x 30 mm, com 6 mm de espessura e 10 unidades nas dimensões 15 mm x 15 mm, com 6 mm de espessura destinadas às análises efetuadas neste estudo.

2.3 TRATAMENTOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO

Foram realizados, os envelhecimentos térmicos, em um forno tipo mufla, no Laboratório de Soldagem do CEFET/RJ (LASOL), nas temperaturas de 450°C, 550°C e 650°C, por períodos de 8 horas, 24 horas e 96 horas, para cada condição de temperatura, com subsequente resfriamento em água. Ressalta-se que estas condições foram comparadas à condição da amostra como recebida (CR), ou seja, aquela sem tratamento de envelhecimento térmico. As amostras foram submetidas à tais temperaturas porque, segundo a literatura (GUNN, 2003; LO et al., 2009), nesta faixa ocorrem as precipitações das principais fases deletérias nos AIDs e AISDs. Ressalta-se que o material analisado é oriundo do trabalho de graduação do aluno Gustavo Teixeira, doado pela Petrobrás ao CEFET-RJ, que também estudou os efeitos do envelhecimento térmico no aço UNS 32750, não podendo identificar os tratamentos submetidos previamente. Presume-se que o material foi submetido, durante a fabricação do tubo, ao tratamento térmico de solubilização na faixa de temperatura entre 1025 e 1125°C, conforme recomendação da norma ASTM A790/A790M-23.

2.4 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)

A amostra como recebida (CR) foi analisada no microscópio ótico do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos (LABMETT), do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Fluminense. A preparação das amostras consistiu na técnica convencional de lixamento e polimento mecânico, seguido do emprego de ataque químico com o reagente de Behara, conforme apresentado na Tabela 6.

Tabela 6 – Reagente utilizado para revelar características microestruturais.

Ataque	Composição	Objetivo
Behara	Solução aquecida, composta de: 20 ml de HCl em 100 ml de H_2O destilada + 0,3 a 0,6g de metabissulfito de potássio. Temperatura de banho de 40 °C.	Revelar as fases ferrita (δ) e austenita (γ) das amostras. Caracterizar as mudanças microestruturais das amostras

2.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As amostras foram caracterizadas por MEV (*Scanning electron microscopy – SEM)*, através do microscópio Quanta FEG 450, pertencente ao Instituto Nacional de Tecnologia (INT). A preparação da superfície das amostras também seguiu a técnica convencional de lixamento e polimento, com ataque químico posterior, conforme descrito no item 2.4, obtendo-se imagens por elétrons secundários (*Secondary electrons – SE*).

2.6 MICRODUREZA

As medidas de microdureza foram realizadas utilizando um microdurômetro da marca Instron Wilson modelo 422MVD do Laboratório de Materiais (LAMAT) do CEFET/RJ, pelo método Vickers, com carga de 0,5 kgf, durante 15 segundos, conforme a norma ASTM E384 - 17. Foram realizadas 4 medidas de dureza para cada condição de tratamento, calculados os valores médios e os respectivos desvios padrões.

2.7 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS

2.7.1 Permeabilidade Magnética

Neste trabalho o fenômeno de decomposição da ferrita (δ), pela precipitação de fases intermetálicas deletérias, foi caracterizado magneticamente, através de medidas baseadas na permeabilidade magnética (μ), com a utilização do ferritoscópio, cuja medida é baseada na permeabilidade magnética da fase ferrítica (HELMUT FISHER, 2014).

As medidas dos teores de ferrita (δ) (%) foram realizadas no Laboratório de Materiais do CEFET/RJ (LAMAT), com o uso de um ferritoscópio Helmut Fischer® FMP30 (Figura 24), calibrado com o auxílio de padrões para a realização do ensaio. Foram realizadas 24 medições por amostra para minimizar os erros da medição e as medidas foram realizadas próximas ao centro de cada amostra de modo a minimizar a influência do efeito de borda. Com isso extraiu-se a média e o desvio padrão inerentes ao processo.

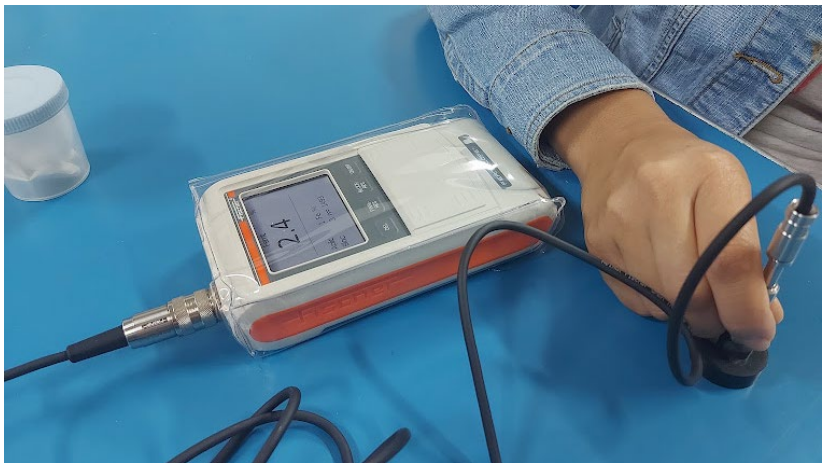


Figura 24 - Ferritoscópio Helmut Fischer, modelo FMP30 do LAMAT CEFET/RJ.
Fonte: Arquivo pessoal

2.7.2 Permeametria

Os ensaios para os levantamentos dos Ciclos de Histerese locais, aplicando uma variação de fluxo magnético (medida do campo magnético total que atravessa uma área específica), foram realizados no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) da UFF, através do uso de um equipamento denominado BarkTech (DENG et al., 2018; NORIS et al., 2019), desenvolvido integralmente no Laboratório de Dinâmica e Instrumentação do Departamento de Engenharia Mecânica da POLIUSP (LADIN-PME-EPUSP). A Figura 25 apresenta a fotografia deste equipamento junto com a sonda que foi utilizada.

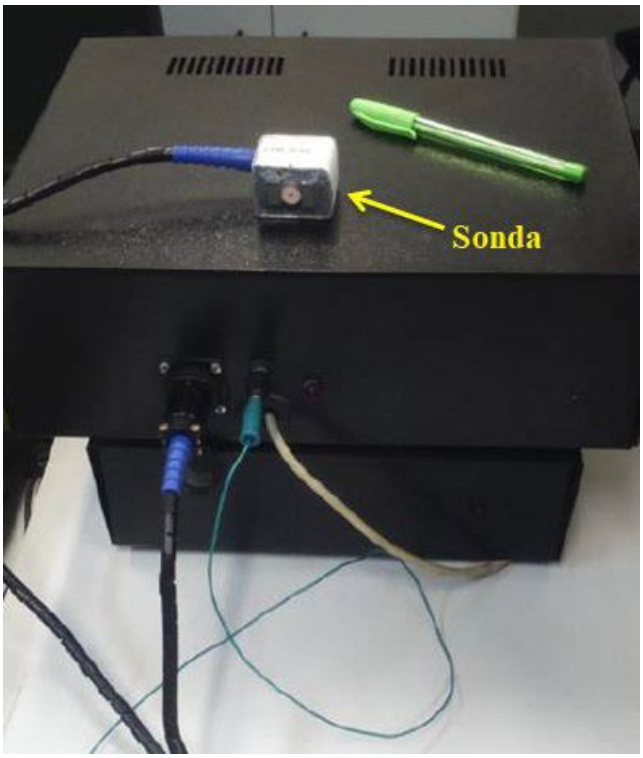


Figura 25- *BarkTech*, módulo utilizado para medição e desenvolvido no LADIN – USP.

Este equipamento, o *BarkTech*, forneceu uma onda senoidal em que foram usadas frequência de excitação do campo magnético de 10Hz, com uma corrente injetada na bobina de excitação de 2 A. Além disso, utilizou-se também um sensor magnético para magnetizar e monitorar a magnetização das amostras. A partir do uso do Matlab® levantou-se, com os valores obtidos, o ciclo de histerese de todas as condições analisadas e, em seguida, foram plotadas curvas de histerese magnética por meio de gráficos B x H (em unidades relativas – u.r). Cabe destacar que através deste software foram obtidos os valores do campo máximo (Hmáx), do campo de indução máxima (Bmáx), da permeabilidade magnética (μ), da indução de remanência (Br) e do campo coercitivo (Hc). Na Figura 26 pode ser observado os aparatos utilizados na realização do ensaio.

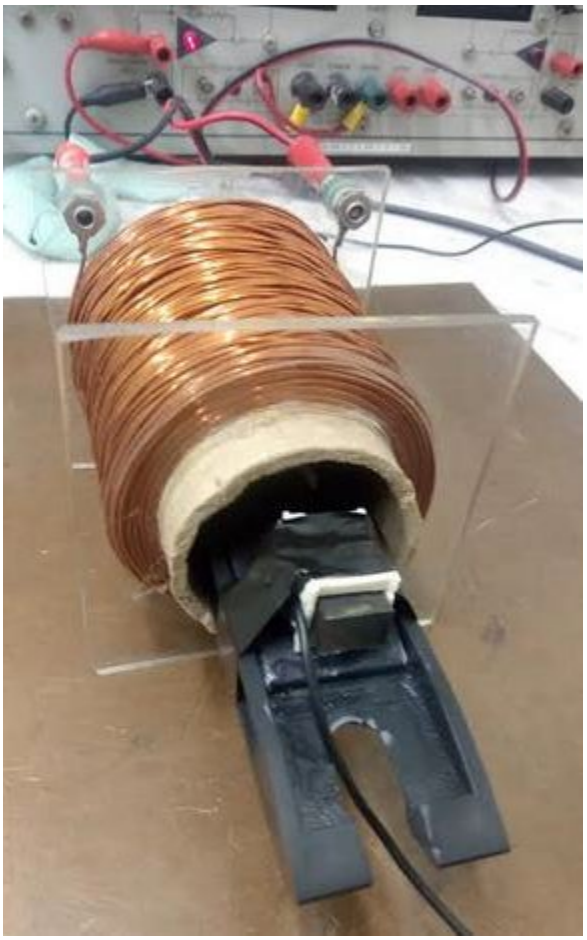


Figura 26 - Medição de Ciclos de Histerese locais aplicando uma variação de fluxo magnético, realizada no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) da UFF

CAPÍTULO 3

RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

3.1.1 Microestrutura da Amostra como Recebida (CR)

A Figura 27 apresenta o aspecto microestrutural do material, observado por microscopia ótica (MO), na condição como recebido (CR). A mesma condição é observada na Figura 28, por microscopia eletrônica de varredura (MEV), no modo de elétrons secundários (SE). Em ambas as técnicas foi utilizado o reagente Behara para revelar as fases ferrita (δ) e austenita (γ). A Tabela 7 mostra a composição química, obtida de forma qualitativa por microanálise, através de EDS, dos pontos de referência indicados na Figura 28(b), obtidos a partir da ampliação da região delimitada por um retângulo na Figura 28(a). É possível observar que a microestrutura apresenta o aspecto característico de um aço superduplex, onde também se verifica a presença de ferrita (δ) e austenita (γ) em proporções equilibradas., isenta da precipitação de fases secundárias (FS).

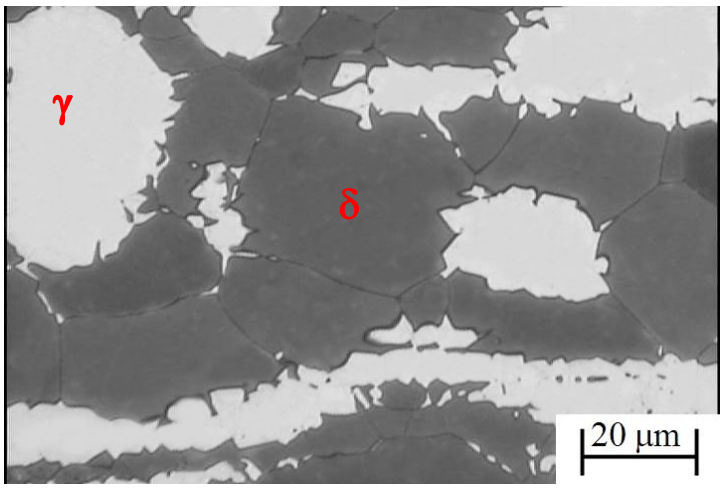
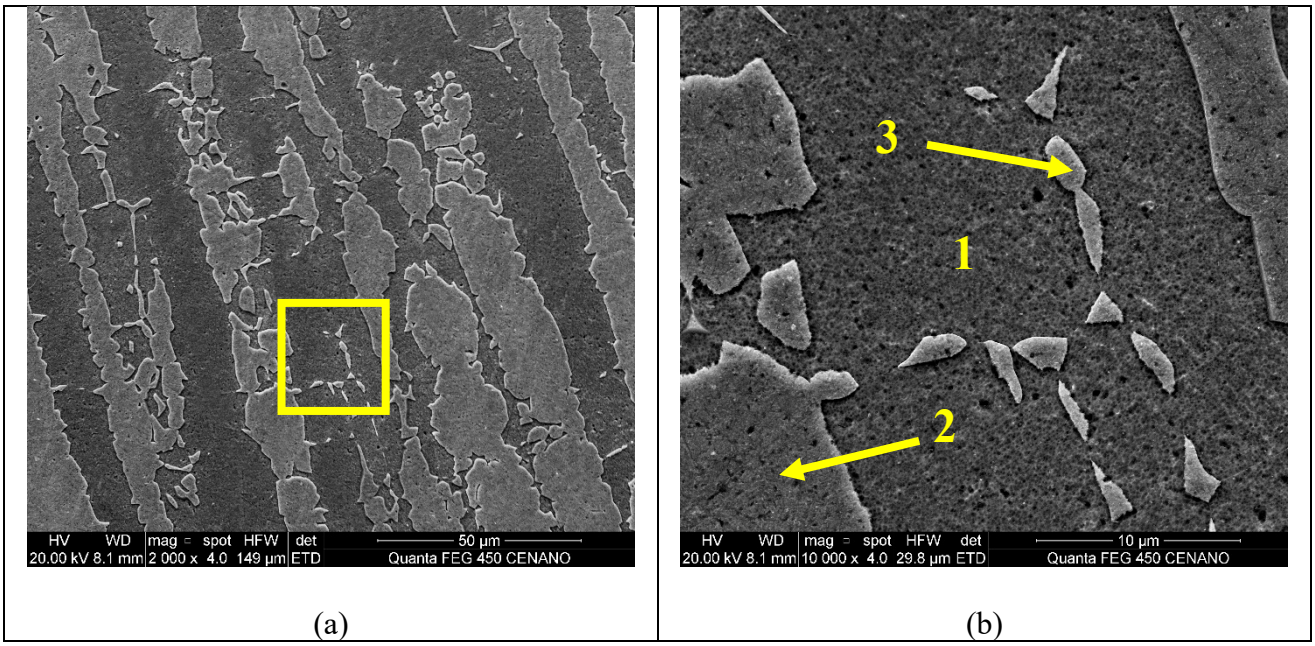


Figura 27 - Aspecto microestrutural do material na condição de CR observado por MO. Ataque: Behara



(a) (b)

Figura 28 - Aspecto microestrutural do material na condição de CR observado por MEV. Ataque: Behara.

Tabela 7 – Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 28 b (%peso)

Ponto analisado	Composição química (% em peso)					Fase
	Fe	Cr	Ni	Mo	Si	
1	60,80	28,38	5,98	3,11	1,13	δ
2	62,53	26,20	7,77	1,76	0,94	γ
3	60,34	26,00	7,82	1,93	1,23	γ

3.1.2 Microestruturas das Amostras Envelhecidas

Os aspectos microestruturais por MEV das amostras envelhecidas a 450°C, 550°C e 650ºC, durante o período de 96 h, são mostradas nas Figuras 29, 30 e 31, respectivamente. As Tabelas 8, 9 e 10 mostram a composição química, obtida de forma qualitativa por microanálise, através de *EDS*, dos pontos de referência indicados nas

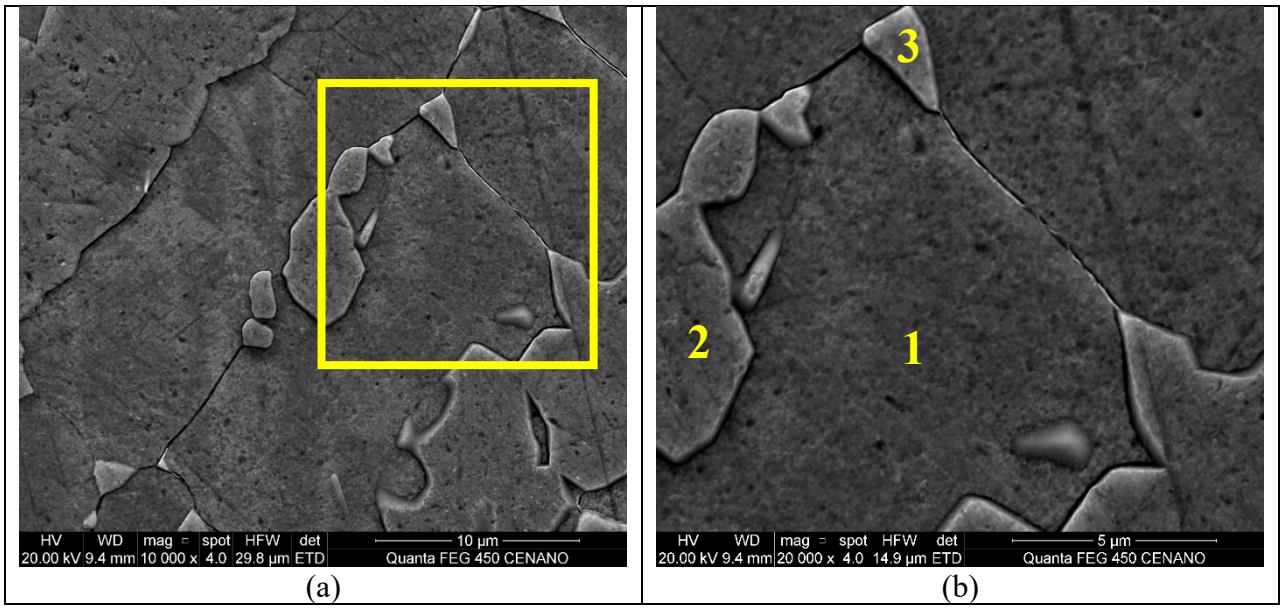
Figuras 29(b), 30(b) e 31(b), que foram obtidas a partir da ampliação da região delimitada por um retângulo nas Figuras 29(a), 30 (a) e 31(a), respectivamente.

Na amostra envelhecida à 450ºC, observa-se as fases ferrita (δ) e austenita (γ) (pontos 1 e 2). É observado nos contornos da ferrita (δ) o surgimento de pequenas ilhas de austenita. As imagens e a análise de *EDS* sugerem que a fase identificada no ponto 3 pode corresponder a uma austenita secundária (γ_2) do Tipo I, tal como reportado por outros autores (LONDOÑO, 2001; PARDAL, 2009; SAYYAR et al., 2023). É possível que possa ocorrer a formação de precipitados da fase alfa linha (α') comumente formados entre as temperaturas de 300°C e 550°C. Entretanto, o ataque com o reagente Behara e o MEV não permitem a visualização da fase alfa linha (α'), pois esta é muito pequena, da ordem de 20 a 200 Å, possuindo pouco contraste e similaridade estrutural com a matriz ferrítica, sendo possível observar a fase α' através da microscopia eletrônica de transmissão (MET) (LO, K. H. et al., 2009; FAN, Y., 2020).

As análises da amostra tratada à 550ºC mostram um crescimento de fases secundárias no interior da ferrita (δ) (Figura 30(a)), ocorrendo um aumento dos teores Cr e Mo, conforme apresentado nos pontos 1, 2 e 3 da Tabela 9. De acordo com Borba e Magnabosco (2008), essa fase intermetálica pode corresponder a fase sigma (σ), pois, mesmo que em temperaturas inferiores à 600°C, o aumento no tempo de exposição pode afetar na precipitação dessa fase. Também é possível verificar a precipitação de compostos intermetálicos nos contornos de grãos da ferrita (δ). Segundo Pardal et al. (2009) na temperatura de envelhecimento a 550°C pode ocorrer a coexistência das fases chi (χ) e R.

O aspecto microestrutural da amostra envelhecida à 650ºC mostra uma grande evolução das fases secundárias (FS) na ferrita (δ) (Figura 31), acarretando uma quase completa decomposição da ferrita δ, devido a uma drástica redução das regiões ferríticas.

Verifica-se na Tabela 10 um maior teor de Cr nas fases secundárias (pontos 1, 2 e 3) em relação aos resultados encontrados nas amostras envelhecidas à 450 e 550ºC. Este resultado também está relacionado ao efeito da temperatura na taxa de difusão deste elemento na ferrita (δ). Foi reportado em outros trabalhos (VILLANUEVA, D. M. et al., 2006 e LO, K. H. et al., 2009) que as fases secundárias encontradas possam corresponder tanto a chi (χ), sigma (σ) ou Laves (Fe_2Mo), podendo até coexistirem na ferrita (δ) após os tratamentos efetuados.

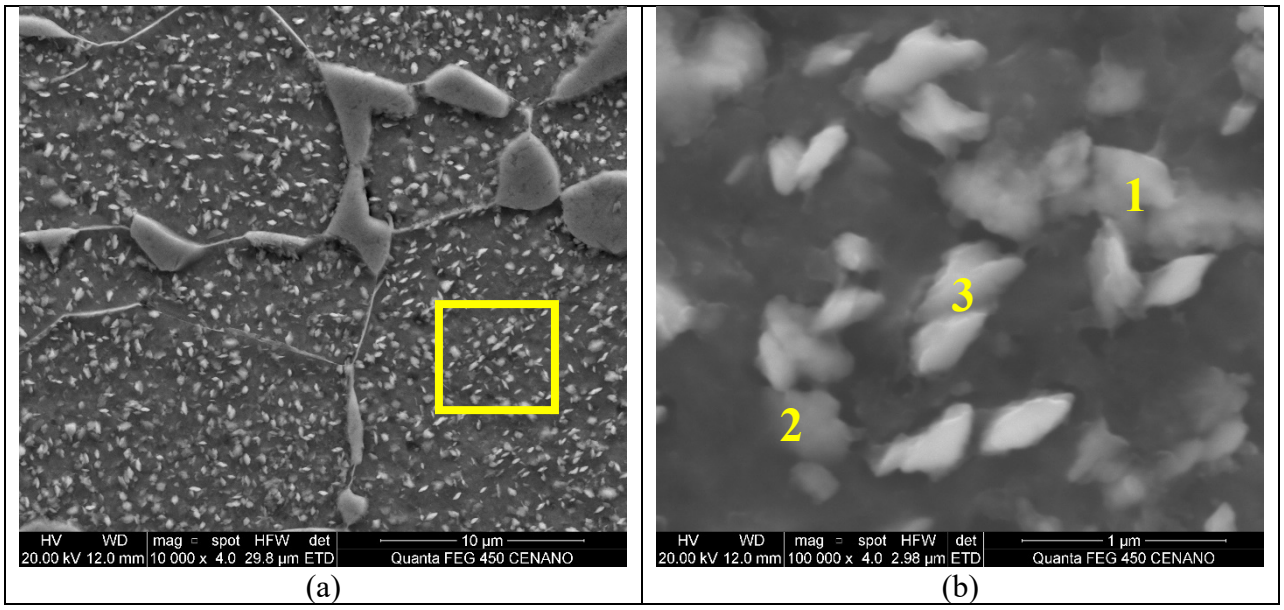


(a) (b)

Figura 29 – Imagens obtidas por MEV da microestrutura do material envelhecido termicamente à 450°C por 96 h. Ataque: Behara.

Tabela 8– Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 29 b (%peso)

Ponto analisado	**Composição química (% em peso)**					**Fase**
	Fe	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Si**	
1	60,34	29,86	5,01	3,24	1,13	δ
2	61,74	26,67	7,59	1,95	1,04	γ
3	60,50	29,76	5,09	3,08	1,25	FS

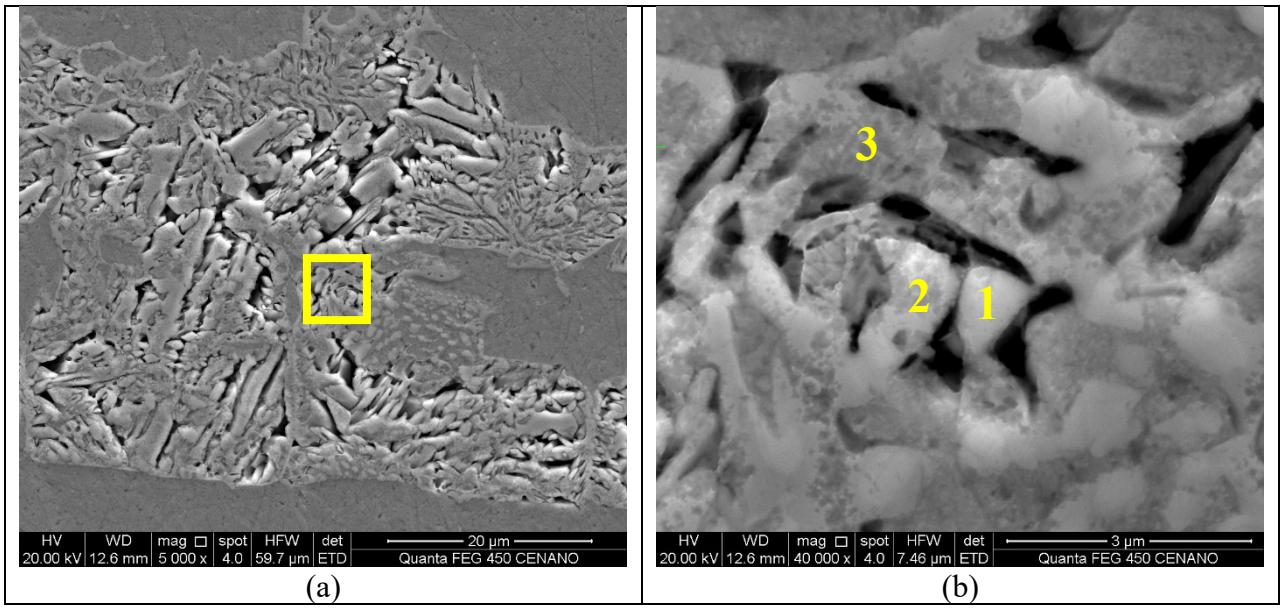


(a) (b)

Figura 30 – Imagens obtidas por MEV da microestrutura do material envelhecido termicamente à 550°C por 96 h. Ataque: Behara.

Tabela 9 – Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 30 b (%peso)

Ponto analisado	**Composição química (% em peso)**					**Fase**
	Fe	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Si**	
1	59,34	29,74	5,63	3,98	1,32	FS
2	59,60	29,77	5,52	3,47	1,11	FS
3	55,52	29,18	5,90	6,50	1,97	FS



(a) (b)

Figura 31 – Imagens obtidas por MEV da microestrutura do material envelhecido termicamente à 650°C por 96 h. Ataque: Behara.

Tabela 10 – Composição química das fases identificadas por EDS da Figura 31 b (%peso)

Ponto analisado	**Composição química (% em peso)**					**Fase**
	Fe	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**Si**	
1	51,25	31,91	2,59	3,81	1,34	FS
2	53,46	31,76	3,06	3,01	1,35	FS
3	55,96	34,83	3,65	3,50	1,48	FS

3.2 ENSAIOS DE MICRODUREZA

A Tabela 11 e a Figura 32 apresentam os valores encontrados no ensaio de microdureza das amostras analisadas. Verifica-se que o valor de microdureza da amostra como recebida, para este estudo, foi 293,4 ± 2,1HV, e está de acordo com a exigência da norma ASTM A790/A790M – 23, apresentada na Tabela 3. A análise dos resultados encontrados mostram que à temperatura de 450ºC apresenta um aumento substancial na dureza nas primeiras 8 horas. Entretanto, os valores de dureza no envelhecimento a 550ºC se aproximam da dureza da amostra como recebida, sendo, desta forma, menores em relação aos levantados a 450ºC. Comparando estas condições se pressupõe que o

fenômeno de endurecimento por precipitação de α', para esta liga, é mais susceptível no intervalo de temperatura de 450ºC a 475ºC, que também pode estar associado à precipitação da austenita secundária (γ_2) (Figura 29) (TAVARES, S.S.M. et al. , 2005; LO, K. H. et al., 2009).

A condição tratada a 650ºC não apresenta, nos períodos de 8h e 24 h, um aumento nos valores de dureza em relação à condição como recebida. No entanto, Tekin et al. (1991) explicam que para longos tempos de exposição em altas temperaturas, pode ocorrer a difusão do cromo das regiões ricas para as regiões pobres, conhecido como "*healing*" (cura). Com isso, pode ocorrer a redução de fases intermetálicas presentes no material e consequentemente, uma redução na microdureza do material. Entretanto, para 96 horas de envelhecimento ocorreu o maior pico de dureza, se comparado com as outras condições analisadas. Tal fato, pode estar associado à precipitação da fase chi (χ) no envelhecimento à 650°C por 96h (LO, K. H. et al., 2009).

Tabela 11 - Medidas das microdurezas do AISD UNS 32750 em cada condição analisada.

Condição	**Microdureza Média ($HV_{0,5}$)**
Como Recebido	293,4 ± 2,1
450°C - 8h	352,2 ± 10,2
450°C – 24h	353,6 ± 16,1
450°C – 96h	392,4 ± 14,1
550°C – 8h	308,8 ± 12,0
550°C – 24h	296,3 ± 6,7
550°C – 96h	298,3 ± 5,1
650°C – 8h	282,9 ± 2,6
650°C – 24h	300,5 ± 9,5
650°C – 96h	407,2 ± 22,3

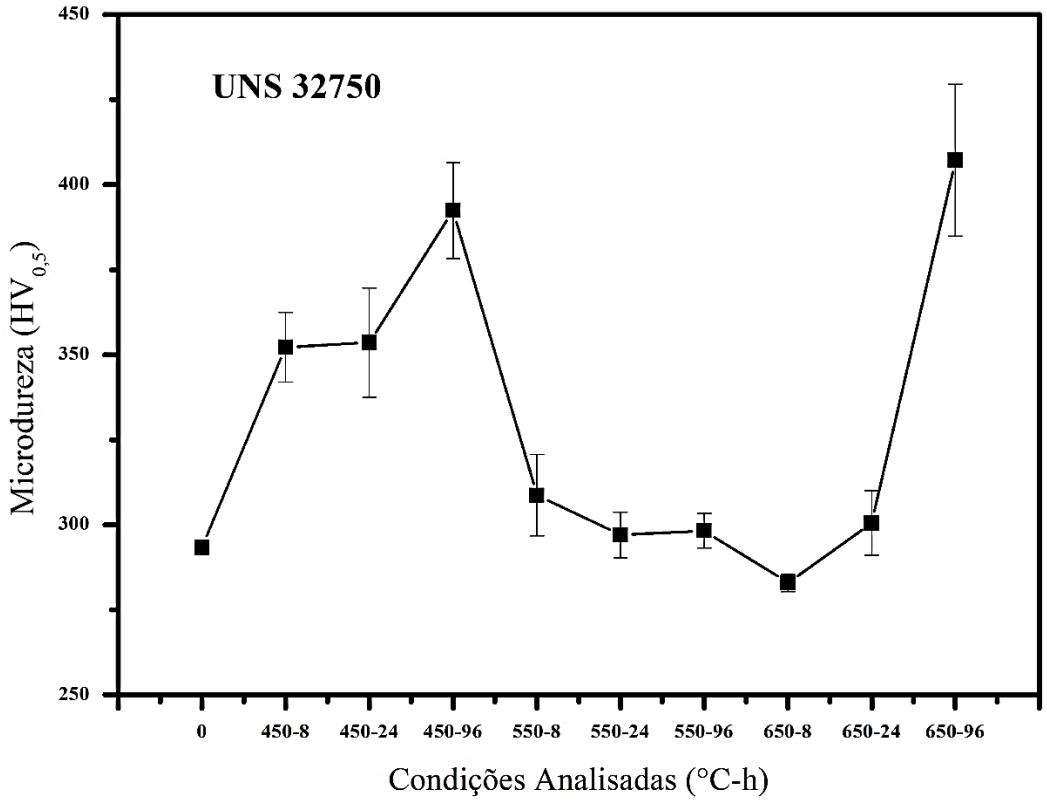


Figura 32 – Curva das microdurezas do AISD UNS 32750 em cada condição analisada.

3.3 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS

3.3.1 Permeabilidade Magnética (Ferritoscópio)

A Tabela 12 e a Figura 33 mostram a variação do teor de ferrita (δ) do material com o tempo de envelhecimento, nas temperaturas de 450ºC, 550ºC e 650ºC, conforme medido pelo ferritoscópio. É possível observar a redução percentual da ferrita (δ) em decorrência da precipitação progressiva de fases secundárias com o aumento da temperatura e tempo de envelhecimento. Tais fases são paramagnéticas e alteram a permeabilidade magnética do material. A maior variação é observada na temperatura de 650ºC, em concordância com o aspecto microestrutural apresentado na Figura 31.

Tabela 12 - Fração volumétrica da fase ferrita (δ) do UNS 32750 em cada condição analisada.

Condição	Fração Volumétrica de Ferrita (δ) (%)
Como Recebido	47,5 ± 1,0
450°C - 8h	45,4 ± 1,2
450°C – 24h	45,1 ± 0,6
450°C – 96h	33,1 ± 1,0
550°C – 8h	37,7 ± 1,0
550°C – 24h	34,8 ± 1,1
550°C – 96h	30,1 ± 0,5
650°C – 8h	28,9 ± 1,0
650°C – 24h	20,2 ± 0,3
650°C – 96h	2,3 ± 0,1

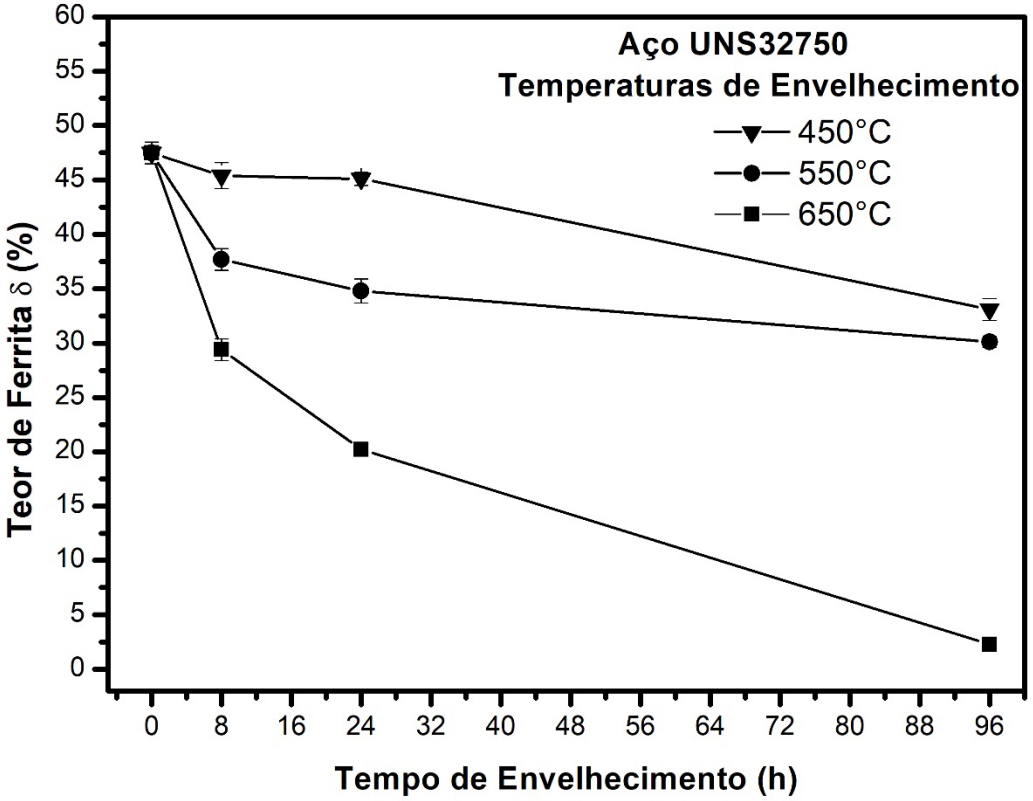


Figura 33 – Variação do teor de ferrita (δ) com o tempo de envelhecimento à 450ºC, 550ºC e 650ºC

3.3.2 Permeametria

3.3.2.1 Ciclo de Histerese Magnética

As Figuras 34, 35 e 36 mostram o comportamento das curvas de magnetização ou curvas de histerese magnética, obtidas através da relação B x H (B = densidade de fluxo magnético e H = campo magnético), para as amostras como recebidas e para aquelas envelhecidas à temperatura de 450 ºC, 550°C e 650°C por 8 horas, 24 horas e 96 horas, respectivamente. A Tabela 13 apresenta os valores de indução de remanência (Br), campo coercitivo (Hc) e permeabilidade magnética (μ) das amostras nas diferentes condições analisadas. Vale destacar que embora as amostras utilizadas nesse estudo não tenham sido de fato saturadas, para o presente trabalho, pode-se considerar Bmax = Bs (indução de saturação).

Com base no gráfico da Figura 21, apresentado na seção 1.2.2, observa-se que a densidade de fluxo (B) aumenta até o material alcançar a saturação à medida que o material apresenta um campo magnético (H) cada vez maior, verificado no trecho ab da referida Figura. Apesar de o campo magnético (H) ser nulo no ponto c (Figura 21), a densidade de fluxo (B) não é nula. É chamado de indução de remanência, campo remanente ou retentividade (Br) o ponto em que a curva corta o eixo de B, no quadrante superior esquerdo. A indução de remanência (Br) representa a indução magnética residual que permanece na amostra após a retirada do campo magnético aplicado (H = 0), ou seja, é a indução magnética retida quando o campo magnético é reduzido de Hmáx até H=0 (MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010).

A indução de remanência (Br) expressa quão magneticamente mole ou duro é o material. Na Figura 37 é possível verificar que com o aumento da temperatura os valores da indução de remanência (Br) diminuíram, apresentando uma queda brusca a 650ºC. Este resultado também pode ser associado a precipitação progressiva de fases secundárias (FS) paramagnéticas (TAVARES, S.S.M. et al., 2000).

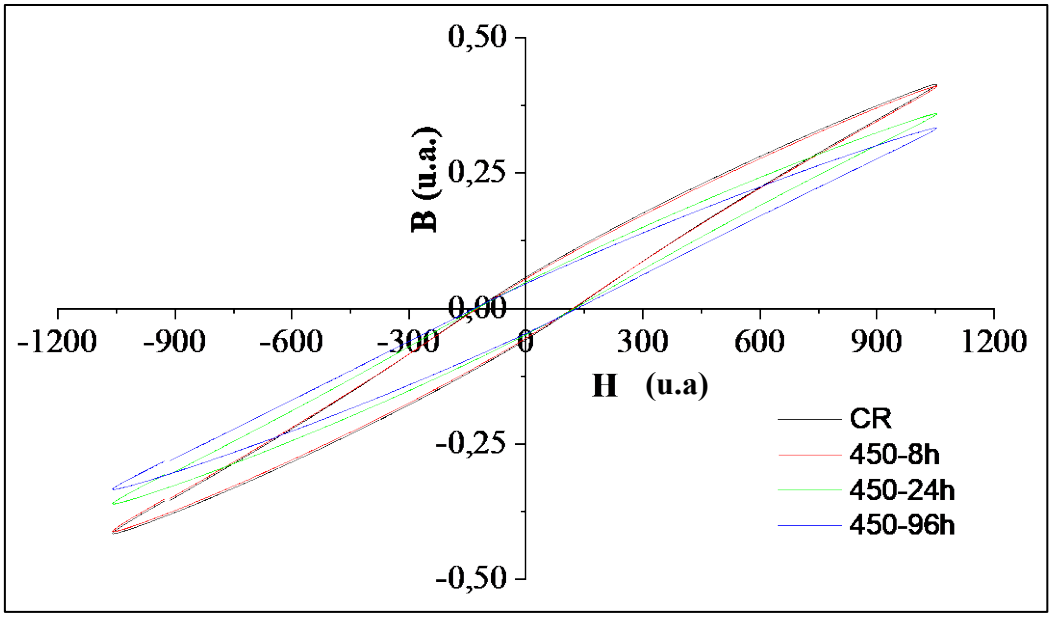


Figura 34 – Ciclo de histerese da amostra envelhecida à 450ºC.

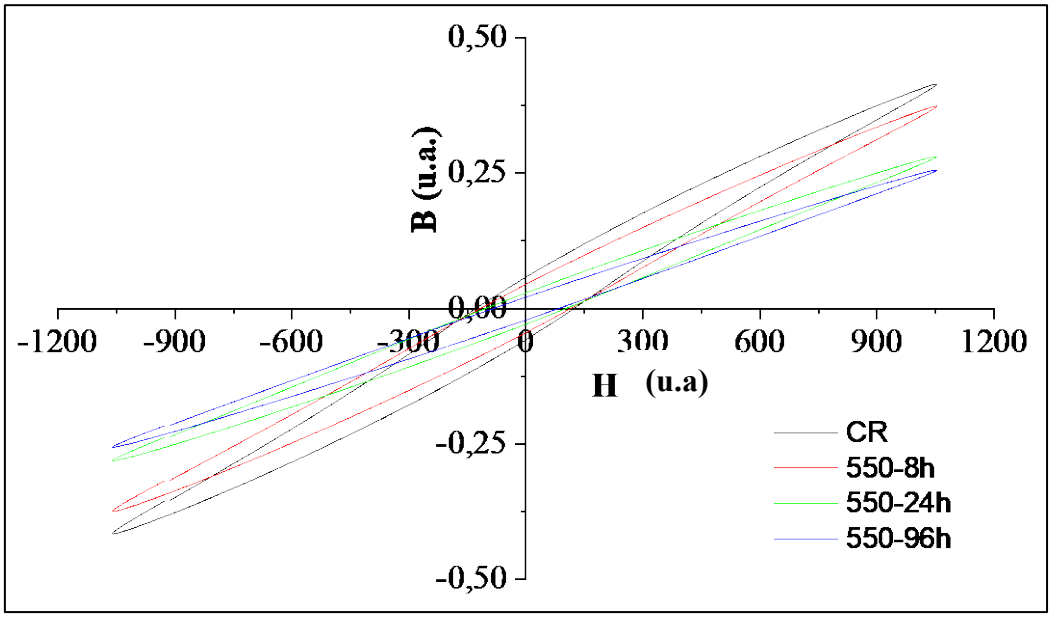


Figura 35 – Ciclo de histerese da amostra envelhecida à 550ºC.

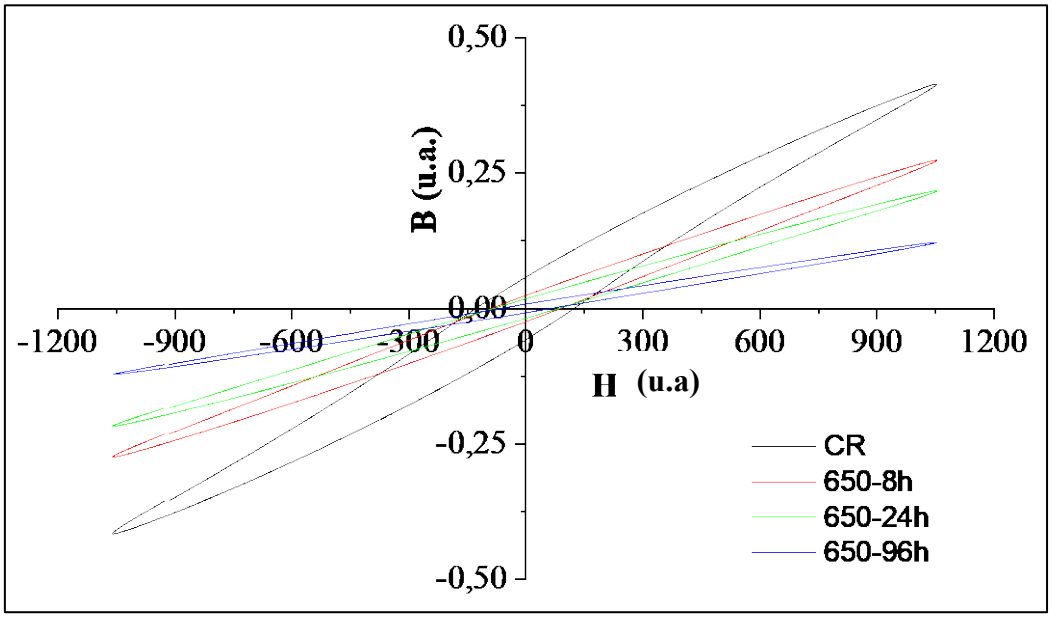


Figura 36 – Ciclo de histerese da amostra envelhecida à 650ºC.

Tabela 13 -Valores de indução de remanência (Br), campo coercitivo (Hc) e permeabilidade magnética (μ) das amostras nas diferentes condições analisadas.

Condição	**Br (u.a)**	**Hc (u.a)**	**μ (u.a)**
Como Recebido	0,058	120,101	310,834
450°C - 8h	0,055	123,548	308,038
450°C – 24h	0,048	124,121	270,077
450°C – 96h	0,045	132,534	250,268
550°C – 8h	0,045	116,777	280,225
550°C – 24h	0,029	102,716	210,492
550°C – 96h	0,021	82,776	191,792
650°C – 8h	0,025	88,853	205,264
650°C – 24h	0,018	82,487	162,792
650°C – 96h	0,008	64,549	91,318

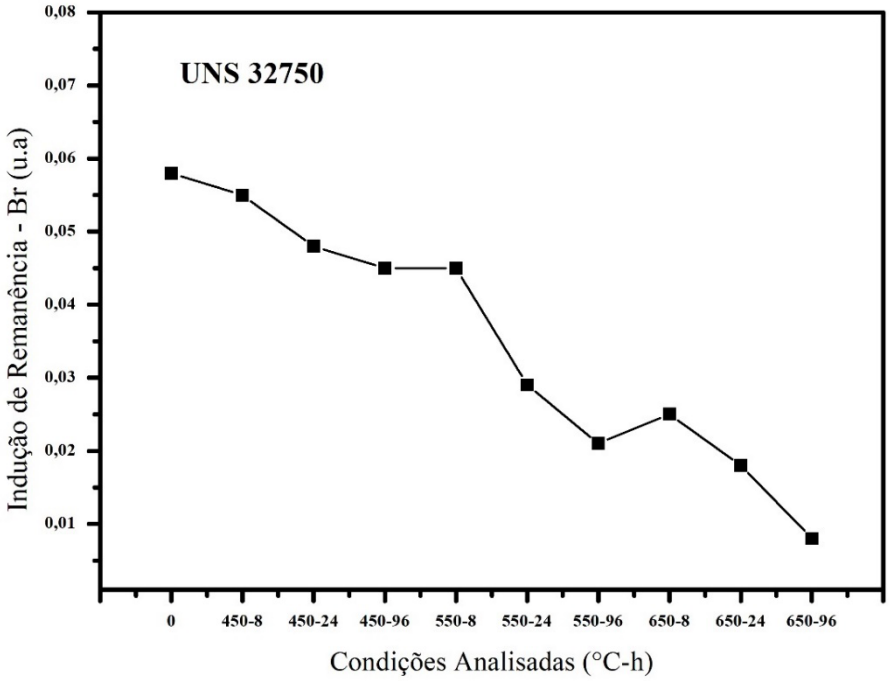


Figura 37 – Variação da indução de remanência (Br) do aço UNS 32750 nas condições de envelhecimento térmico.

Conforme abordado na seção 1.2.2 deste trabalho, a intensidade necessária do campo magnético aplicado para reduzir a magnetização de um material a zero, depois que o material atingiu a saturação, é denominada de coercividade ou campo coercitivo (Hc). Neste sentido, o ciclo de histerese magnética mostra o quanto um material se magnetiza sob a influência de um campo magnético e o quanto de magnetização permanece nele na ausência de campo externo. Deste modo, a partir do gráfico da Figura 38 pode ser observado o comportamento do campo coercitivo (Hc) para amostras submetidas às temperaturas de 450ºC, 550ºC e 650ºC em 8 horas, 24 horas e 96 horas.

Verifica-se que à temperatura de 450ºC o campo coercitivo (Hc) cresceu com o aumento do tempo de envelhecimento. Entretanto, o campo coercitivo (Hc) é maior quando o material é submetido a 96 horas, o que pode, dentre outros fatores, estar associado a formação da fase α'. Segundo Lo (2012), a decomposição espinodal da ferrita, associada a formação de precipitados, tende a gerar uma maior heterogeneidade na estrutura dos domínios magnéticos, entre os grãos e dentro de um mesmo grão.

Com relação às amostras envelhecidas a 550ºC a coercitividade (Hc) apresenta reduções contínuas conforme o material é exposto a maiores tempos de envelhecimento.

Os valores do campo coercitivo (Hc) para as amostras submetidas à temperatura de 650ºC foram mais baixos quando comparados às amostras envelhecidas a 450ºC e 550ºC.

Pode ainda ser destacado que o laço de histerese rotaciona no sentido horário, tornando-se mais largo quanto maior a coercividade (Hc) e, assim, apresentando uma área do laço mais ampla (o que caracteriza maior perda de energia) para o mesmo valor do campo de indução máxima (Bmáx). Sendo assim, quanto mais elevada a coercividade (Hc) mais largo é o ciclo de histerese, então, maior a dificuldade do material se desmagnetizar (CULLITY e GRAHAM, 2009). De fato, os resultados obtidos demonstraram que no envelhecimento à 650ºC por 96 horas o campo coercitivo (Hc) é mais estreito (Figura 36), indicando que nesta condição o material estudado tem maior facilidade de se desmagnetizar.

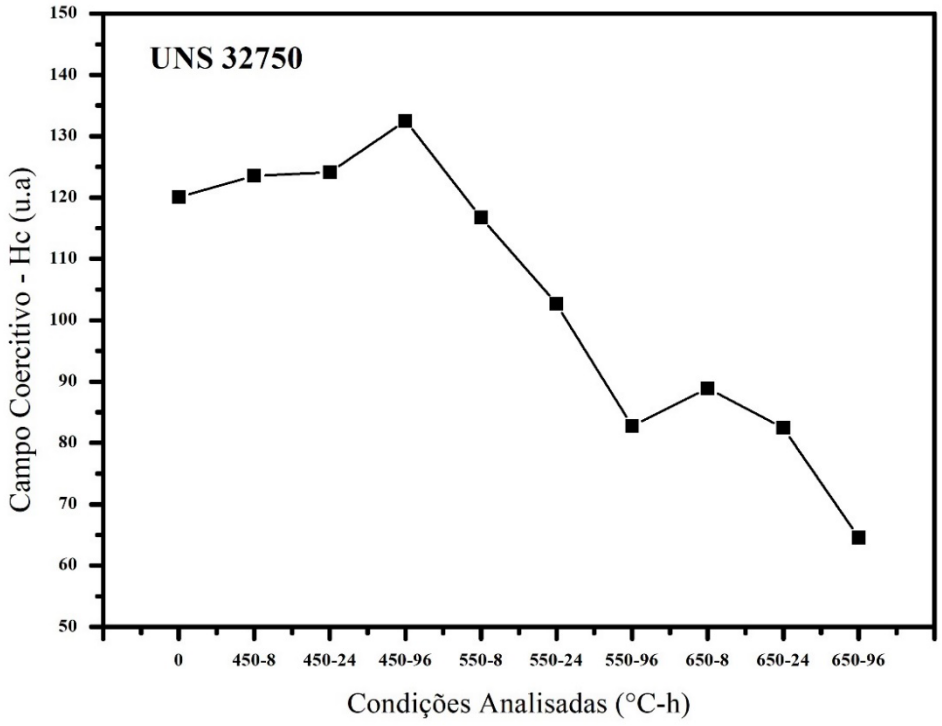


Figura 38 – Variação do campo coercitivo (Hc) do aço UNS 32750 nas condições de envelhecimento térmico.

3.3.2.2 Permeabilidade Magnética (μ) x Ferrita (δ)

A Figura 39 estabelece, a partir do uso de um software específico, uma correlação entre os teores de ferrita (δ) levantados por meio do ferritoscópio e valores de permeabilidade magnética (μ) obtidos através da utilização de um permeâmetro.

É possível verificar que a permeabilidade magnética (μ) do aço UNS 32750 reduziu com o aumento da temperatura, assim como ocorreu com a indução de remanência (Br). O motivo deste comportamento também é decorrente da decomposição da ferrita (δ) com a progressiva precipitação de fases secundárias paramagnéticas, em função do aumento da temperatura e do tempo de envelhecimento, acarretando a redução da permeabilidade magnética (μ), resultando em um comportamento ferromagnético inferior deste material (MAGNABOSCO, 2009; SILVA, 2020). Os resultados obtidos são corroborados pelo estudo de Tavares et al. (2000) onde foi constatado que a diminuição da fração volumétrica de uma fase ferromagnética, tal qual a ferrita (δ) e consequentemente o aumento da fração volumétrica de uma fase não magnética como a fase sigma (σ) reduz a capacidade de magnetização do material. Alterações nas

proporções entre δ/γ também pode ser uma possível causa. Sabendo que a austenita (γ) é paramagnética, um aumento na sua fração volumétrica provoca uma diminuição do comportamento ferromagnético do material (CAMERINI et al., 2015).

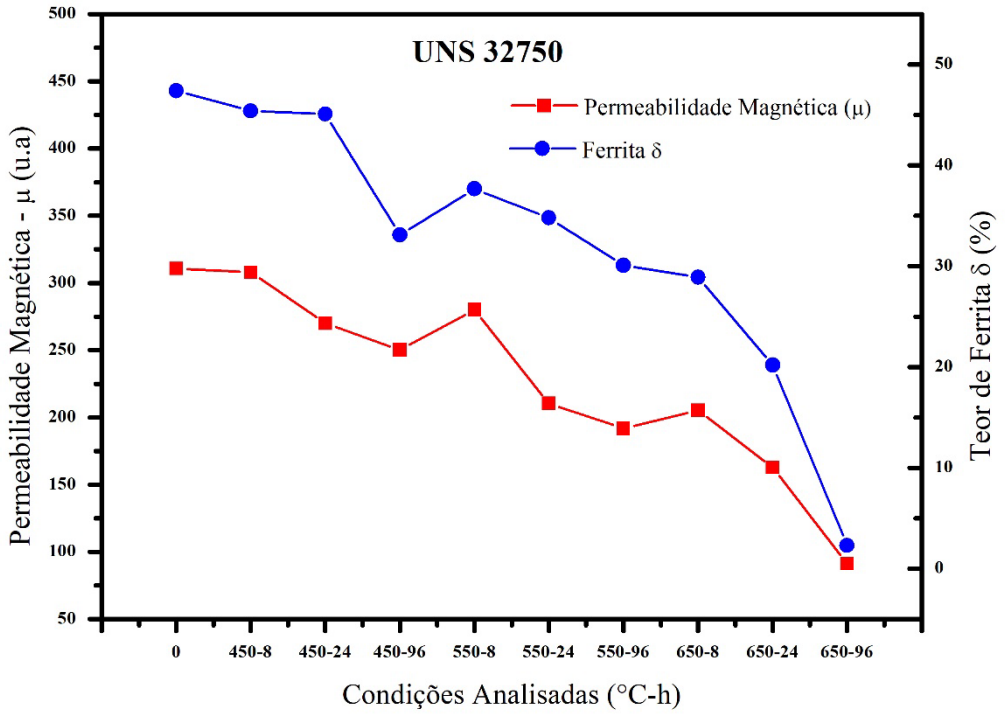


Figura 39 – Permeabilidade magnética (μ) e ferrita (δ) em função das condições de envelhecimento térmico.

3.3.2.3 Campo Coercitivo (Hc) x Microdureza (HV)

É apresentado na Figura 40 a correlação dos valores do campo coercitivo (Hc), encontrados no ensaio de permeametria, com os valores de microdureza apresentados pelas amostras submetidas às temperaturas de 450ºC, 550ºC e de 650ºC em 8 horas, 24 horas e 96 horas.

É possível observar que à temperatura de 450ºC o campo coercitivo (Hc) cresceu no tempo de envelhecimento de 96 horas, este fato também ocorreu com o valor da microdureza. Este comportamento pode estar associado à precipitação da fase alfa linha (α') acarretando o aumento do campo coercitivo (Hc), bem como, da microdureza. Outros pesquisadores (PEDROSA et al., 2001; MÉSZÁROS e SZABÓ, 2005) constataram que

a precipitação da fase alfa linha (α'), no aço inoxidável duplex UNS S31803, aumentou a coercitividade (Hc) e a dureza do material após tratamento térmico a 475ºC.

Em comparação às amostras submetidas a 450ºC e 550ºC, as amostras expostas à temperatura de 650ºC exibiram os valores mais baixos para o campo coercitivo (Hc). Neste caso, acredita-se que a redução brusca do campo coercitivo (Hc) seja em virtude da decomposição da ferrita (δ) e precipitação de fases secundárias paramagnéticas (SILVA et al., 2014).

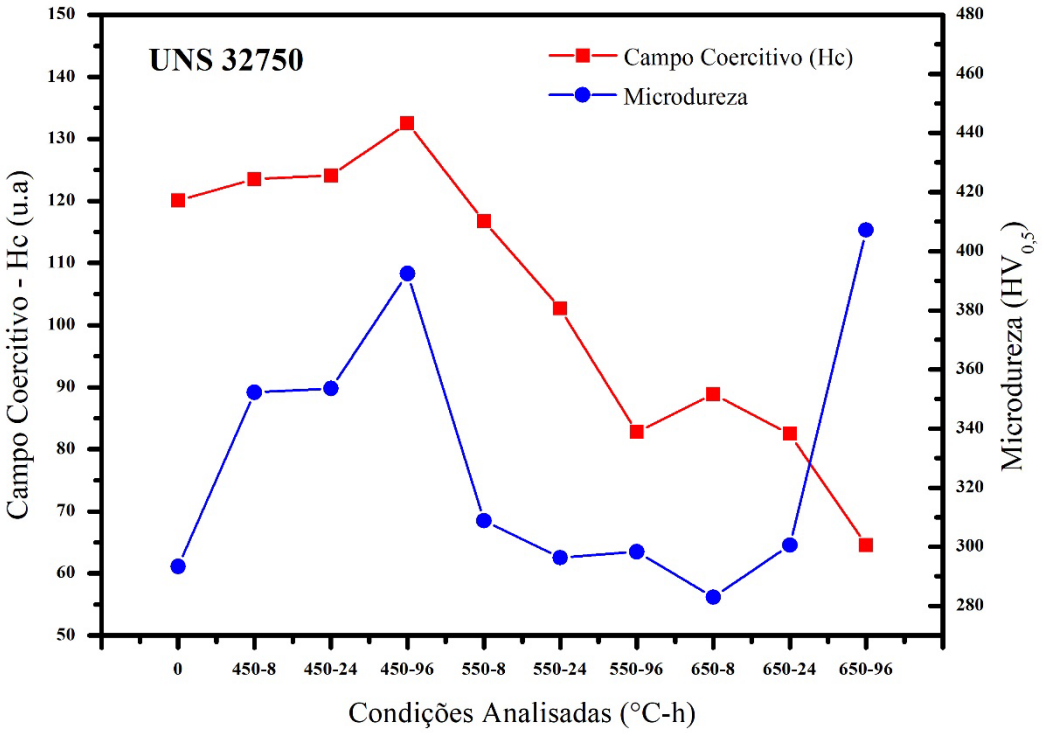


Figura 40 – Campo coercitivo (Hc) e Microdureza ($HV_{0,5}$) em função das condições de envelhecimento térmico.

CAPÍTULO 4
CONCLUSÕES

O presente estudo, que teve o objetivo de avaliar alterações microestruturais do aço inoxidável superduplex UNS 32750 quando envelhecido a 450°C, 550°C e 650°C por períodos de até 96 horas, utilizando técnicas não destrutivas, através de medições eletromagnéticas, revelou que:

1. A microestrutura do material como recebido apresentou o aspecto característico de um aço superduplex, onde também se verificou a presença de ferrita (δ) e austenita (γ) em proporções equilibradas., isenta da precipitação de fases secundárias (FS).

2. A amostra envelhecida à 450ºC por 96 horas apresentou nos contornos da ferrita (δ) o surgimento de pequenas ilhas de austenita. As imagens e a análise de EDS sugerem que podem corresponder a uma austenita secundária (γ_2) do Tipo I.

3. As amostras envelhecidas à 450ºC, em relação as envelhecidas à 550°C, apresentaram microdurezas mais elevadas. Desta forma, é possível pressupor que o fenômeno de endurecimento por precipitação de α', para esta liga, é mais susceptível no intervalo de temperatura de 450ºC a 475ºC, que também pode estar associado à precipitação da austenita secundária (γ_2).

4. A permeabilidade magnética (μ) do aço UNS 32750 reduziu com o aumento da temperatura e tempo de envelhecimento, assim como ocorreu com a indução de remanência (Br). Acredita-se que este fato tenha ocorrido devido ao aumento na fração volumétrica de fases secundárias em decorrência da diminuição do percentual de ferrita (δ), bem como, em virtude das alterações nas proporções entre δ/γ.

5. O campo coercitivo (Hc) nas amostras envelhecidas a 450ºC cresceu com o aumento do tempo de envelhecimento. Nesta mesma temperatura e sob o tempo de envelhecimento de 96 horas o material apresentou um pico do campo coercitivo (Hc), este fato pode estar associado à precipitação da fase alfa linha (α').

6. Os valores do campo coercitivo (Hc) para as amostras submetidas a 650ºC foram mais baixos quando comparados às amostras envelhecidas a 450ºC e 550ºC, todavia, a condição tratada a 650ºC não apresentou, nos períodos de 8 horas e 24 horas, um aumento nos valores de microdureza em relação à condição como recebida. Possivelmente, a redução brusca do campo coercitivo (Hc) seja em virtude da decomposição da ferrita (δ) e precipitação de fases secundárias paramagnéticas.

CAPÍTULO 5
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Realizar análise de microscopia utilizando o ataque com o reagente hidróxido de potássio (KOH), para melhor detecção e quantificação das fases securdárias presentes nas microestruturas.

2. Realizar estudos por microscopia eletrônica de transmissão (MET) nas condições deste trabalho, para melhor caracterização das fases secundárias precipitadas.

3. Estudar, através de ensaios de polarização anódica e CPT, o potencial e a temperatura crítica na formação de pites, sob as condições de envelhecimento térmico deste trabalho.

4. Avaliar os efeitos das mudanças microestruturais produzidas pelas condições de envelhecimento térmico deste trabalho, utilizando a técnica de Ruído Magnético Barkhausen.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIX-MOREUIL, S. *Duplex Stainless Steel*. John Wiley & Sons, Inc, 2009.

AMARAL, E.M. *Estudo Microestrutural de Aços Inoxidáveis Duplex Fe-25%Cr-5%Ni com teores de carbono entre 0,02% e 0,37% em massa*. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2021.

ASM HANDBOOK. *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*. v.1. 10 ed. ASM International. 1990.

ASTM A790/A790M-23: *Standard Specification for Seamless and Welded Ferritic/Austenitic Stainless Steel Pipe*, 2023.

ASTM INTERNATIONAL. E384. *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, 2017.

ASTM INTERNATIONAL. G48: *Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution*, 2011.

ASTM INTERNATIONAL. G61: *Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys*, 2009.

BERNHARDSSON, S. *The corrosion resistance of duplex stainless steels In: Proc. Conf. Duplex Stainless Steels'91*, Les Editions de Physique, Les Ulis Cedex, Beaune, França, 1991.

BORBA, R. M.; MAGNABOSCO, R. *Alterações microestruturais entre 550°C e 650°C para o aço UNS S31803 (SAF 2205)*. In: INOX 2008, 9., São Paulo, 2008.

CALLISTER, W.D. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 7ªed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CAMERINI, C., SACRAMENTO, R., AREIZA, M. C., ROCHA, A., SANTOS, R., REBELLO, J. M., & PEREIRA, G. Eddy current techniques for super duplex stainless steel characterization. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 388, 96–100. 2015. doi:10.1016/j.jmmm.2015.04.034.

CHIAVERINI, V. *Aços e Ferros Fundidos*, 7ª ed., Publicação da Associação Brasileira de metais, 2005.

COBB, H. M. *The History of Stainless Steel*. ASM International, 2010.

CULLITY, B.D.; GRAHAM, C.D. *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*, 2ªed, Wiley-IEEE Press, 2009.

DAVID, J.R. *Stainless Steel* - ASM Specialty Handbook. (2.ed.) ASM International EUA, 1996.

DENG, Y.; LI, Z.; CHEN, J.; QI, X. The effects of the structure characteristics on Magnetic Barkhausen noise in commercial steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 451, pp. 276-282, 2018.

DIAS, C.P. *Análise do Comportamento Mecânico a Quente do Aço Inoxidável Superduplex UNS S32760 Através de Mapas de Processamento*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, 2013.

FAN, Y. et al. Thermal aging behaviors of duplex stainless steels used in nuclear power plant: A review. *Journal of Nuclear Materials* (2020), doi: https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152693

FARNEZE, H.N. *Efeitos do envelhecimento térmico nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão de metais de solda de aço AISI 317L pelos processos GTAW e FSW* .Tese de Doutorado. Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2016.

GENTIL, V.; *Corrosão*, LTC Editora: Rio de Janeiro, 2003.

GOMES, E.S.P., VINÃS, J.B., VATAVUK, J. Aços inoxidáveis duplex - propriedades e aplicações na indústria química *In: Proc. Congresso de Automação e Equipamentso da Indústria Química*, ABIQUIM, São Paulo, 1999.

GRIJALBA, F.A.F *Desenvolvimento de ensaio não destrutivo baseado no Ruído Magnético de Barkhausen para caracterização de tensões elásticas e deformações plásticas em aços*. Tese de Doutorado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.

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

HELMUT FISHER. Measurement of the ferrite content in austenitic and duplex steel. Helmut Fischer – Germany. Catálogo do Feritscope MP30. Disponível em: <http://www.helmut-fischer.com/globalfiles/DE MP30Fe EN 0902.pdf>. Acesso em: 06 Jul. 2021.

INTERNATIONAL MOLYBDENIUM ASSOCIATION – IMOA. *Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis Duplex* London - England, 2012. 64 p. Disponívelem<http://www.imoa.info/download_files/stainlesssteel/Duplex_Stainless_Steel_Portuguese. pdf>. Acesso em: 21 mai 2020.

JILES, D. *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*.1ªed. Thomson Press. 1991.

LIPPOLD, J.C.; KOTECKI, D.J. *Welding metallurgy and weldability of stainless steels*. John Wiley & Sons, Inc, 2005.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K.L. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering*. n. R65, p. 39-104, 2009.

LO, K. H. Magnetic Domain Characterisation Of Duplex Stainless Steel After Different Treatments. *Materials Characterization*, v. 72, p. 46–52, 2012.

LONDOÑO, A.J.R. *Precipitação de Fases Intermetálicas e Austenita Secundária na ZAC de Soldagens Multipasse de Aços Inoxidáveis Duplex*. Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2001.

MAGNABOSCO, R. *Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205).* Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2001.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of Sigma Phase Formation in a Duplex Stainless Steel. *Materials Research*, vol. 12, nº 3, pp. 321-327, 2009.

MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C. Aços Inoxidáveis Duplex e Super Duplex - Obtenção e Caracterização, *Revista Fundição e Serviços*, 2007.

MÉSZÁROS, I., & SZABÓ, P. J. Complex magnetic and microstructural investigation of duplex stainless steel. *NDT & E International*, 38(7), 517–521. 2005. doi:10.1016/j.ndteint.2004.12.007.

MIRANDA, M. *Aspectos Metarlúgicos e de Corrosão do Aço Inoxidável Superduplex UNS S32750 Solubilizado*. Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2011.

MORGAN, M.A.C. *Ruído Magnético de Barkhausen contínuo rotacional*. Tese de Doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013.

NILSSON, J.-O. Physical metallurgy of duplex stainless steels In: Proceedings Duplex Stainless Steel , *5th World Conference, Maastricht, Holanda*, p. 73-82. Outubro 1997.

NORIS, L. F.; PADOVESE, L. R.; TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M. Continuous Scanning Technique with Barkhausen Magnetic Noise for Carbon Steel Sheets. *Materials Research,* 22(1). 2019. doi:10.1590/1980-5373-mr-2018-0366

NOVAK, M. A. *Introdução ao Magnetismo*. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2004.

NOVIKOV, I. *Teoria dos tratamentos térmicos dos metais*. Rio de Janeiro – Brasil: UFRJ Editora, p.550, 1994.

OLIVEIRA, C.G. *Avaliação da Susceptibilidade à Corrosão dos Aços Inoxidáveis Super Duplex UNS S32750 (SAF 2507) e UNS S32760 (ZERON100) Utilizando uma Célula de EPR Portátil*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE, 2014.

O'SULLIVAN, D.; COTTERELL, M.; MESZAROS, I. The characterisation of work-hardened austenitic stainless steel by NDT micro-magnetic techniques. *NDT & E International*, 37(4), pp. 265–269, 2004. doi:10.1016/j.ndteint.2003.10.001.

OTÁROLA, T., HOLLNER, S., BONNEFOIS, B., ANGLADA, M., COUDREUSE, L., MATEO, A., Embrittlement of a Superduplex Stainless Steel in the Range of 550- 700°C. *Engineering Failure Analysis*., Vol. 12, p.930-941, 2005.

PARDAL, J. M. *Efeitos dos Tratamentos Térmicos nas Propriedades Mecânicas, Magnéticas e na Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis Superduplex*. Tese de Doutorado, Universidade Federal Fluminense, Niterói, RJ, Brasil, 2009.

PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; PONZIO, E. A.; SCHMITT, V. M., "Uma Revisão da Resistência à Corrosão em Aços Inoxidáveis Duplex e Superduplex," *Revista Virtual de Química*, vol. 5, Agosto, 2013.

PARDAL, J.M. *Aços Inoxidáveis Superduplex - Efeitos dos Tratamentos Térmicos nas Propriedades Mecânicas, Magnéticas e Resistência à Corrosão*. São Paulo: Edgard Blucher Ltda., 2012. 341p

PEDROSA, P.D.S., TEODÓSIO, J. R., TAVARES, S.S.M., NETO, J.M ., & DA SILVA, M. R. Magnetic and mechanical hardening of Fe-based alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 329(1-2), L14–L17. 2001. doi:10.1016/s0925-8388(01)01674-7.

PESSOA JUNIOR, O. Histórias contrafactuais: o surgimento da física quântica. Estudos Avançados, 14, 39, p. 175-204, 2010.

SERNA-GIRALDO, C. A. *Resistêcia à corrosão intergranular do aço inoxidável ferrítico UNS S43000: avaliação por método de reativação eletroquímica, efeito de tratamento isotérmico e mecanismo de sensitização*. Tese (Doutor em Engenharia) - Universidade de São Paulo. São Paulo, 2006.

SILVA, M. C. *Caracterização por Técnicas não Destrutivas do Aço AISI 317L Envelhecido em Diferentes Temperaturas.* Dissertação de Mestrado, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, RJ, 2020.

SILVA, E.; LEITE, Josinaldo; NETO, F.; LEITE, João; FIALHO, W.; ALBUQUERQUE, V.H.C.; TAVARES, J. Evaluation of the Magnetic Permeability for the Microstructural Characterization of a Duplex Stainless Steel. *Journal of Testing and Evaluation*. 44. 10.1520/JTE20130313. 2014.

SOUZA, G.C. *Avaliação de Técnicas não destrutivas para caracterização Microestrutural de Juntas Soldadas de Aços Inoxidáveis Austeno-Ferríticos*. Tese de Doutorado, Universidade Federal Fluminense, Rio de Janeiro, RJ, 2016.

SPALDIN, N.A. *Magnetic Materials, fundamentals and applications*, Cambridge University Press, Second Edition, 2011.

SAYYAR, N. et al. Directed laser deposition of super duplex stainless steel: Microstructure, texture evolution, and mechanical properties. *Heliyon*, 2023. DOI: 10.1016/j.heliyon.2023.e15144.

TAVARES, S. S. M., DA SILVA, M.R., & NETO, J.M. Magnetic Property Changes During Embrittlement Of A Duplex Stainless Steel. *Journal of Alloys and Compounds*, p. 168–173, jun. 2000.

TAVARES, S.S.M.; TERRE, V.F.; DE LIMA NETO, P.; MATOS, D. E. Corrosion Resistance Evaluation of the UNS S31803 Duplex Stainless Steels Aged at Low Temperatures (350 to 550°C) Using DLEPR Tests. *Journal of Materials Science*. Vol. 40 (2005). 4025-4028, 2005.

TEKIN, A.; MARTIN, J.W.; SENIOR, B.A. Grain Boundary Sensitization and Desensitization During The Ageing of 316L (N) Austenitic Stainless Steels. *Journal of Materials Science*. vol. 26. P. 2458-2466, 1991.

VARGAS, G. G. et al. Evaluation of 475 °C embrittlement in UNS S32750 super duplex stainless steel using four-point electric conductivity measurements. *Nuclear Engineering and Technology*, v. 53, n. 9, p. 2982–2989, 2021.

VÉRTESY, G., MÉSZÁROS, I., & TOMÁŠ, I. Nondestructive indication of plastic deformation of cold-rolled stainless steel by magnetic minor hysteresis loops measurement. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 285(3), pp. 335–342, 2005. doi:10.1016/j.jmmm.2004.08.006.

VILLANUEVA, D. M. E., JUNIOR, F. C. P., PLAUT, R. L., & PADILHA, A. F. Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex. *Materials Science and Technology*, 22(9), 1098–1104. 2006. doi:10.1179/174328406x109230.

WOLYNEC, S. *Técnicas Eletroquímicas em Corrosão*. São Paulo: Editora Universidade de São Paulo, 2003.