CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

CARACTERIZAÇÃO POR TÉCNICAS NÃO DESTRUTIVAS DO AÇO AISI 317L ENVELHECIDO EM DIFERENTES TEMPERATURAS

Moacir Castro da Silva

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 Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Orientador: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.
Coorientador: Juan Manuel Pardal, D.Sc.

Rio de Janeiro-RJ
Dezembro de 2020

CARACTERIZAÇÃO POR TÉCNICAS NÃO DESTRUTIVAS DO AÇO AISI 317L ENVELHECIDO EM DIFERENTES TEMPERATURAS

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 Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Moacir Castro da Silva

Banca examinadora:

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

Professor Dr. Juan Manuel Pardal (UFF) (Coorientador)

Professor Dr. Sérgio Souto Maior Tavares (UFF)

Engenheiro Dr. Cássio Barbosa (INT)

Rio de Janeiro
Dezembro de 2020

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

S586 Silva, Moacir Castro da
Caracterização por técnicas não destrutivas do aço AISI 317L envelhecido em diferentes temperaturas / Moacir Castro da Silva — 2020.
123f. + anexo : il. , enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2020.
Bibliografia : f. 112-123
Orientador: Humberto Nogueira Farneze
Coorientador: Juan Manuel Pardal

1. Aço inoxidável. 2. Dureza Vickers. 3. Resistência de materiais. 4. Ligas de aço. I. Farneze, Humberto Nogueira (Orient.). II. Pardal, Juan Manuel (Coorient.). Título.

CDD 669.95142

Dedico este trabalho a todos que confiaram em mim e que contribuíram para o meu crescimento pessoal e profissional.
Eterna gratidão e amor à minha família!

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a Deus pela oportunidade, pelo encorajamento e sabedoria em todos os momentos desta jornada.

Ao meu orientador Prof. Dr. Humberto Nogueira Farneze por todo ensinamento, dedicação e contribuição para a realização desta pesquisa. E principalmente por ter acreditado no meu trabalho e confiado em mim.

Ao meu coorientador Prof. Dr. Juan Manuel Pardal por sua significativa ajuda, pelos importantes conselhos e sugestões que valorizaram o trabalho.

Ao corpo docente do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais por contribuir na qualificação da minha formação acadêmica e profissional.

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/RJ) e à Universidade Federal Fluminense (UFF) por disponibilizarem recursos, instalações e equipamentos para a realização desta pesquisa.

Aos colegas Leosdan Noris e Brígida Almeida, doutorandos da UFF, pela disponibilidade em auxiliar nos ensaios de caracterização do material de estudo.

À CAPES e ao CNPq pela concessão da bolsa de estudo de mestrado.

Aos familiares, peço muito obrigado pela existência de cada ente querido e amado pois certamente minha vida não teria sentido sem eles. Por isso, apenas tenho a agradecer: obrigado por fazer de mim parte de suas vidas!

Agradeço a todos que participaram deste sonho e aqueles que colaboraram direta ou indiretamente para a efetivação deste trabalho.

E por fim, aos que utilizarem esta obra como fonte de estudo.

“Há verdadeiramente duas coisas diferentes:
saber e crer que se sabe.
A ciência consiste em saber;
em crer que se sabe reside a ignorância.”

Hipócrates

RESUMO

CARACTERIZAÇÃO POR TÉCNICAS NÃO DESTRUTIVAS DO AÇO AISI 317L ENVELHECIDO EM DIFERENTES TEMPERATURAS

Os aços inoxidáveis austeníticos são ligas resistentes à corrosão com boas propriedades mecânicas, principalmente tenacidade em baixas temperaturas. Sendo assim, nesta família, destaca-se o aço AISI 317L devido à sua maior resistência à corrosão localizada quando comparado aos tipos tradicionais AISI 304L e AISI 316L. Algumas aplicações do aço AISI 317L, em refinarias de petróleo, são em revestimentos, vasos, tubos, válvulas e acessórios cuja temperatura de serviço pode chegar a 450°C ou mais. Entretanto, mudanças microestruturais em exposição prolongada acima de 450°C promovem a formação progressiva de fases intermetálicas, causando fragilização e deterioração da resistência à corrosão do metal. Assim, haverá uma diminuição considerável das propriedades supracitadas, tornando atrativa a aplicação de técnicas não destrutivas que visem caracterizar a microestrutura destes materiais quando em serviço. Neste contexto, o presente trabalho avaliou os efeitos das alterações microestruturais produzidas neste material quando envelhecido a 450°C, 550°C e 650°C por períodos de até 400 horas. Foram utilizadas técnicas não destrutivas através de medições de dureza Vickers baseadas no princípio da impedância ultrassônica de contato (*Ultrasonic Contact Impedance – UCI*), medidas eletromagnéticas pelo uso das técnicas de permeametria e Ruído Magnético de Barkhausen, realizando uma caracterização comparativa destas técnicas de inspeção a fim de correlacionar com as mudanças microestruturais. Os resultados indicaram que o aumento da temperatura e período de envelhecimento térmico provocou uma progressiva redução no percentual de ferrita δ e aumento de dureza, convergindo com os aspectos microestruturais apresentados nas condições analisadas. Tais resultados contribuirão no sentido de consolidar o uso de técnicas não destrutivas na caracterização desta família de aços inoxidáveis, para que essas técnicas sejam utilizadas no controle de qualidade e inspeção de tubulações e equipamentos de processo.

Palavras-chave: AISI 317L; Ensaios não destrutivos; Caracterização microestrutural

ABSTRACT

CHARACTERIZATION BY NON-DESTRUCTIVE TECHNIQUES OF AISI 317L STEEL AGED AT DIFFERENT TEMPERATURES

The austenitic stainless steels are corrosion resistance alloys with good mechanical properties, mainly toughness at low temperatures. Thus, in this family, stands out the AISI 317L steel due to its greater resistance to localized corrosion when compared to traditional grades AISI 304L and AISI 316L. Some applications of AISI 317L steel in oil refineries are clads, vessels, tubes, valves and accessories whose service temperature can reach 450°C or higher. However, microstructural changes in prolonged exposure above 450°C, promote the progressive formation of intermetallic phases, causing embrittlement and deterioration of corrosion resistance of metal. Thus, there will be a considerable decrease of the above-mentioned properties, making attractive the application of non-destructive techniques that aim to characterize the microstructure of these materials when in service. In this context, the present work evaluated the effects of the microstructural changes produced these material, when thermal aged at 450°C, 550°C and 650°C for periods up to 400 hours. Non-destructive techniques were used, through Vickers hardness measurements based on the Ultrasonic Contact Impedance (UCI) principle, electromagnetic measurements by using the techniques of permeametry and Magnetic Barkhausen Noise, performing a comparative characterization of these techniques inspection in order to correlate with microstructural changes. The results indicated that the increase in temperature and thermal aging period caused a progressive reduction in the percentage of δ ferrite and an increase in hardness, converging with the microstructural aspects presented in the analyzed conditions. Such results will contribute towards consolidating the use of non-destructive techniques in the characterization of this family of stainless steels, so that these techniques are used in the quality control and inspection of pipes and process equipment.

Keywords: AISI 317L; Non-destructive testing; Microstructural Characterization

SUMÁRIO

Capítulo 1- Introdução.....18

1.1 Objetivo Geral 18
1.2 Objetivos Específicos 19

Capítulo 2 - Revisão Bibliográfica 20

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS (AIA's) 20
2.1.1 Aspectos Gerais 20
2.1.2 Elementos de Liga e seus Efeitos 22
2.1.3 Microestruturas Características 27
2.1.3.1 Diagramas de Equilíbrio.....28
2.1.3.2 Determinação (cálculo) de cromo e níquel equivalentes.....29
2.1.4 Principais Fases Formadas Durante o Envelhecimento Térmico 31
2.1.4.1 Aspectos Gerais 31
2.1.4.2 Características e Morfologia das Fases Precipitadas.....32
2.1.4.3 Cinética da Formação das Fases Secundárias.....39
2.1.5 Propriedades Mecânicas 41
2.2 O AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 317L 45
2.3 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS 46
2.3.1 Dureza de Campo por Impedância Ultrassônica de Contato.....46
2.3.2 Caracterização por Ensaios Eletromagnéticos – Noções básicas sobre magnetismo .48
2.3.2.1 Definição de magnetismo 49
2.3.2.2 Campo Magnético (H).....49
2.3.2.3 Indução Magnética (B) 52
2.3.2.4 Susceptibilidade Magnética (χ_m) 54
2.3.2.5 Permeabilidade Magnética (μ).....54
2.3.2.6 Magnetismo em materiais.....55
2.3.2.7 Estrutura magnética 59
2.3.2.7.1 Momentos magnéticos.....59
2.3.2.7.2 Origem dos domínios magnéticos 61

2.3.2.7.3 Paredes de domínio e processo de magnetização 63
2.3.2.7.4 Curvas de histerese magnética.....65
2.3.3. Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) 68
2.3.3.1 Configuração experimental para a obtenção do sinal RMB 69
2.3.3.2 Análise do sinal de RMB.....73
2.3.3.2.1 Análise no tempo 73
2.3.3.2.2 *RMS* (*Root Mean Square*).....74
2.3.3.2.3 Energia.....74
2.3.3.2.4 Envolvente 75
2.3.3.2.5 Análise no domínio da frequência 76
2.3.3.2.6 Fatores que afetam o sinal RMB 77

Capítulo 3 - Materiais e Métodos 78
3.1 MATERIAL 78
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS 78
3.3 TRATAMENTOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO 78
3.4 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS 79
3.4.1 Dureza de Campo por Impedância Ultrassônica de Contato (*UCI*) 79
3.4.2 Permeametria 80
3.4.3 Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) 82

Capítulo 4 - Resultados e Discussões.....84
4.1 Ensaio de Dureza de Campo (*UCI*) 84
4.2 Permeametria 89
4.2.1 Ciclo de Histerese Magnética 89
4.2.2 Permeabilidade Magnética (μ) x Ferrita (δ) 94
4.2.3 Permeabilidade Magnética (μ) x Dureza (HV).....97
4.2.4 Campo Coercitivo (H_c) x Dureza (HV) 100
4.3 Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) 106

Capítulo 5 - Conclusões.....109

Capítulo 6 – **Sugestões para Trabalhos Futuros**.....111

Capítulo 7 - Referências Bibliográficas 112

Anexo – **Artigo Referente à Dissertação**.....124

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Principais aços inoxidáveis austeníticos 21
Figura 2.2 – Efeito do carbono sobre o tempo necessário para formar carbeto de cromo. .24
Figura 2.3 – (a) Estrutura Austenítica; (b) Estrutura cristalina cúbica de face centrada.....27
Figura 2.4 – Secções pseudobinárias do sistema ternário Fe-Cr-Ni a 70% Fe.....28
Figura 2.5 – Diagrama de Schaeffler-Delong para os aços inoxidáveis.....31
Figura 2.6 – Ilustração esquemática da formação das regiões empobrecidas de cromo em conjunto com a precipitação do $M_{23}C_6$ no contorno de grãos, em diferentes estágios de envelhecimento 33
Figura 2.7 – Precipitação da fase sigma (σ) no aço AISI 316L(N). (a) na ferrita (δ) e (b) no contorno de grão da austenita 34
Figura 2.8 – Representação esquemática da precipitação da fase sigma (σ) em um aço inoxidável austenítico contendo ferrita (δ) 35
Figura 2.9 – Diagrama TTT do aço AISI 316 apresentado a precipitação das fases secundárias chi (χ), sigma (σ) e laves (η) 39
Figura 2.10 – Diagrama TTT do aço 0,05C-17Cr-13Ni-5Mo 40
Figura 2.11 – Diagrama TTT de vários aços inoxidáveis austeníticos com diferentes teores de molibdênio e nitrogênio 41
Figura 2.12 – Curvas de fluência do aço AISI 316L (N) em altas temperaturas.....42
Figura 2.13 – Curvas de tensão-deformação para alguns aços inoxidáveis 44
Figura 2.14 – Representação esquemática da sonda de medição de dureza pelo método da impedância ultrassônica de contato 47
Figura 2.15 – Representação dureza *versus* frequência no registro da sonda de medição ..48
Figura 2.16 – Pólos magnéticos nos extremos de um ímã 50
Figura 2.17 – Campo magnético gerado por partículas de ferro dispersas numa área afetada por imãs permanentes.....50
Figura 2.18 – Dipolo magnético 51
Figura 2.19 – Campo magnético (H) gerado pela corrente no interior de um solenóide 52
Figura 2.20 – Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem campo magnético 56
Figura 2.21 – Configuração de dipolo atômico com e sem um campo magnético externo para um material paramagnético.....57

Figura 2.22 – Ilustração esquemática do alinhamento mútuo de dipolos atômicos para um material ferromagnético.....58
Figura 2.23 – Curvas B *x* H de três materiais, um diamagnético (linha verde), um paramagnético (linha marrom) e um ferromagnético (linha vermelha) 58
Figura 2.24 – Momentos magnéticos atômicos. (a) Momento de translação. (b) Momento de rotação.....60
Figura 2.25 – Representação da estrutura dos domínios magnéticos dispostos aleatoriamente em um material policristalino 61
Figura 2.26 – Estrutura de parede de domínio de 180° 63
Figura 2.27 – Movimento das paredes dos domínios. a) Reversível. b) Irreversível 64
Figura 2.28 – Rotação dos domínios. a) Reversível. b) Irreversível. A e B são direções de eixos de fácil magnetização.....64
Figura 2.29 – Crescimento e rotação dos domínios na curva de magnetização 65
Figura 2.30 – Densidade do fluxo magnético (B) em função da intensidade do campo magnético (H) para um material ferromagnético 66
Figura 2.31 – Curvas de magnetização esquemáticas para materiais magnéticos moles e duros 67
Figura 2.32 – Representação do RMB associada ao ciclo de histerese.....69
Figura 2.33 – (a) Experimento original de Barkhausen. (b) Saltos de voltagem registrados pela bobina, (c) devidos a um processo de indução descontínuo.....70
Figura 2.34 – Resposta em frequência típica de uma bobina leitora de indução 71
Figura 2.35 – (a) Equipamento para ensaios RMB. (b) Sinais de resposta típicos 72
Figura 2.36 – Sonda de medição do RMB 73
Figura 2.37 – Envolvente do sinal RMB registrado durante 1 ciclo de magnetização 76
Figura 2.38 – (a) Sinal RMB representado no domínio do tempo e (b) da frequência 77
Figura 3.1 – Medidor de dureza Vickers portátil *GE Inspection Technologies* MIC 10 e bloco padrão de 185 HV.....80
Figura 3.2 – *BarkTech*, módulo utilizado para medição do RMB desenvolvido no Ladin.81
Figura 3.3 – Medição de Ciclos de Histerese locais aplicando uma variação de fluxo magnético 82
Figura 3.4 – Configuração experimental para aquisição de RMB 83
Figura 4.1 – Valores médios de microdureza Vickers e dureza de campo (*UCI*) para cada amostra 85

Figura 4.2 – Variação das medidas de dureza (HV) pelo método da impedância ultrassônica de contato (*UCI*) em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 450ºC, 550ºC e 650ºC 87
Figura 4.3 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L envelhecido termicamente por 400 horas a 650ºC. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016) 89
Figura 4.4 – Ciclo de histerese das amostras envelhecidas a 450ºC (a), 550ºC (b), 650ºC (c) por períodos de 200 horas, 300 horas e 400 horas 90
Figura 4.5 – Variação da indução de remanência (B_r) do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.....91
Figura 4.6 – Variação do campo coercitivo (H_c) do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.....93
Figura 4.7 – Variação da área da curva de histerese do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.....93
Figura 4.8 – Correlação entre teor de ferrita (δ) e permeabilidade magnética (μ), ajuste exponencial 94
Figura 4.9 – Permeabilidade magnética (μ) e ferrita (δ) em função do tempo de envelhecimento. (a) 450°C, (b) 550°C e (c) 650°C.....96
Figura 4.10 – Permeabilidade magnética (μ) e ângulo de inclinação magnética (θ) em função das condições de envelhecimento térmico das amostras 97
Figura 4.11 – Permeabilidade magnética (μ) e dureza em função do tempo de envelhecimento. (a) 450°C, (b) 550°C e (c) 650°C.....98
Figura 4.12 – Campo coercitivo (H_c) e dureza em função do tempo de envelhecimento. (a) 450°C, (b) 550°C e (c) 650ºC 101
Figura 4.13 – Correlação entre dureza (HV) e campo coercitivo (H_c), ajuste quadrático 102
Figura 4.14 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L na condição CR. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016).....103
Figura 4.15 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L envelhecido termicamente por 200 horas a 450ºC. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016)....104
Figura 4.16 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L envelhecido termicamente por 400 horas a 450ºC. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016)....105
Figura 4.17 – Valores do RMS_{RMB} (V) das amostras analisadas 106
Figura 4.18 – Variação do RMS_{RMB} (V) do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.....108

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos.....22
Tabela 2.2 – Valores das constantes das expressões de Ni_{eq} (a-c) e Cr_{eq} (d-g).....30
Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas mínimas de aços inoxidáveis austeníticos à temperatura ambiente, segundo a norma ASTM A240.....43
Tabela 2.4 – Magnitudes magnéticas e suas unidades.....54
Tabela 3.1 – Composição química do aço AISI 317L (% em peso).....78
Tabela 3.2 – Amostras e suas respectivas condições de tratamento térmico.....79
Tabela 4.1 – Valores de dureza Vickers (HV) e desvio padrão das amostras.....84
Tabela 4.2 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao do aço AISI 317L envelhecido a 650ºC por 200horas – % em peso (FARNEZE, 2016).....89
Tabela 4.3 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao aço AISI 317L na condição CR – % em peso (FARNEZE, 2016).....103
Tabela 4.4 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao aço AISI 317L envelhecido a 450ºC por 200 horas – % em peso (FARNEZE, 2016).....104
Tabela 4.5 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao aço AISI 317L envelhecido a 450ºC por 400 horas – % em peso (FARNEZE, 2016).....105

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

$B_{máx}$ – Campo de indução máxima

B_r – Campo de indução remanente ou Indução de remanência

B_s – Densidade de fluxo de saturação

CCC – Cúbica de Corpo Centrado

CFC – Cúbica de Face Centrada

Cr_{eq} – Cromo equivalente

EDS – *Energy-dispersive X-ray spectroscopy* (Espectroscopia por Dispersão de Energia)

H – Campo magnético

H_c – Campo coercitivo

$H_{máx}$ – 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

Ni_{eq} – Níquel equivalente

UCI – *Ultrasonic Contact Impedance*

UNS – *Unified Numbering System*

μ_i – Permeabilidade inicial

μ – Permeabilidade magnética

$\mu_{máx}$ – Permeabilidade máxima

μ_0 – Permeabilidade no vácuo

μ_r – Permeabilidade relativa

RMB – Ruído Magnético de Barkhausen

RMS – Root Mean Square

SE – Secondary electrons

χ_m – Susceptibilidade Magnética

CAPÍTULO 1
INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) são ligas resistentes à corrosão com boas propriedades mecânicas, principalmente tenacidade em baixas temperaturas. Nesta família destaca-se o aço AISI 317L devido à sua maior resistência à corrosão localizada quando comparado aos tipos tradicionais AISI 304L e AISI 316L (KHATAK; RAJ, 2002). O aço AISI 317L é empregado de maneira bastante extensa em refinarias de petróleo seja na confecção de tubos, vasos de pressão, válvulas e revestimentos tipo *"clad"* cuja temperatura de serviço pode atingir 450°C ou superior. No entanto, exposições deste material à elevadas temperaturas provocam mudanças na microestrutura, decorrentes da precipitação de fases intermetálicas deletérias, tais como as fases sigma (σ) e chi (χ) que causam a degradação das propriedades deste aço inoxidável austenítico (FARNEZE *et al.*, 2015).

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 AISI 317L, 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 aplicados na indústria de processos.

1.1 Objetivo Geral

O propósito deste trabalho está pautado na avaliação das mudanças microestruturais e propriedades mecânicas provocadas no aço inoxidável austenítico AISI 317L quando submetido ao envelhecimento térmico na faixa de 450°C a 650°C por meio do uso de técnicas não destrutivas, efetuando-se uma análise comparativa entre as mesmas.

1.2 Objetivos Específicos

Com o intuito de consolidar o objetivo central deste trabalho, efetuou-se a divisão de pontos indispensáveis que constituiram os objetivos específicos, sendo eles:

- Análise de mudanças microestruturais, em função dos efeitos dos envelhecimentos térmicos, através da aplicação de medidas eletromagnéticas empregando o uso de um permeâmetro para o levantamento do ciclo de histerese e por Ruído Magnético de Barkhausen (RMB), visando realizar uma caracterização comparativa destas técnicas de inspeção, a fim de correlacionar com as mudanças microestruturais e propriedades mecânicas.

- Avaliação da dureza do aço inoxidável AISI 317L, nas condições de envelhecimento térmico, comparando com a condição como recebida (CR), ou seja, sem tratamento de envelhecimento, utilizando medidas de dureza Vickers baseadas no princípio de impedância ultrassônica de contato (*Ultrasonic Contact Impedance – UCI),* correlacionando com os respectivos aspectos microestruturais, e bem como uma análise comparativa com os resultados obtidos pela técnica convencional de microdureza Vickers.

CAPÍTULO 2
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS (AIA's)

2.1.1 Aspectos Gerais

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA's) compreendem um grupo de ligas à base de ferro que contém 16 a 25% de cromo e possuem de 8% a 20% de níquel (ASM HANDBOOK, 1990; LIPPOLD; KOTECKI, 2005; LEFFLER, 2010). Estes aços podem também apresentar nitrogênio em solução, contribuindo para a sua elevada resistência à corrosão. Em muitos casos, fornecem níveis muito previsíveis de resistência à corrosão com excelentes propriedades mecânicas, por isso, são os aços de uso mais comum entre os inoxidáveis (MCGUIRE, 2008). Os AIA's podem ter uma boa resistência mecânica e à corrosão em temperaturas elevadas (KHATAK; RAJ, 2002; WELDING HANDBOOK, 2011). Ressalta-se que os AIA's não podem ser endurecidos por tratamento térmico, contudo, podem ser endurecidos pelo trabalho a frio (WELDING HANDBOOK, 2011; ASM HANDBOOK, 1990; LEFFLER, 2010).

Os austeníticos são aços inoxidáveis essencialmente não-magnéticos na condição recozida, todavia, suas contrapartes martensíticas e ferríticas possuem ferromagnetismo (LO *et al.*, 2009; WELDING HANDBOOK, 2011; LEFFLER, 2010). A predominância de uma estrutura cristalina austenítica, mais especificamente cúbica de face centrada (CFC), pode ser destacada como um fator responsável por caracterizar estes aços como não-magnéticos, bem como, pela sua excelente ductilidade e tenacidade (WELDING HANDBOOK, 2011).

De acordo com sua composição química, estes aços agrupam-se em: ligas da série 300, que são essencialmente aços inoxidáveis austeníticos cromo-níquel e cromo-níquel-molibdênio, aos quais foram adicionadas pequenas quantidades de outros elementos (ASM HANDBOOK, 1990). Os primeiros tipos foram baseados em ligas com cromo e molibdênio com adição de níquel suficiente para preservar a estrutura austenítica. Cada um desses elementos facilita a formação do filme passivo e reduz a taxa de corrosão no estado ativo (MCGUIRE, 2008).

A família de AIA's tem uma grande variedade precisamente adaptada para uma aplicação específica. A escolha das classes depende das necessidades de serviço e isso exige uma compreensão clara dos parâmetros metalúrgicos, que controlam a microestrutura e, também, das propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Além da resistência à corrosão, esses aços evoluíram de acordo com princípios de metalurgia física como a adição e/ou redução de elementos de liga, da metalurgia da soldagem e das propriedades físicas e mecânicas (KHATAK; RAJ, 2002).

Em destaque a Figura 2.1 que exibe os aços inoxidáveis mais comuns deste grupo.

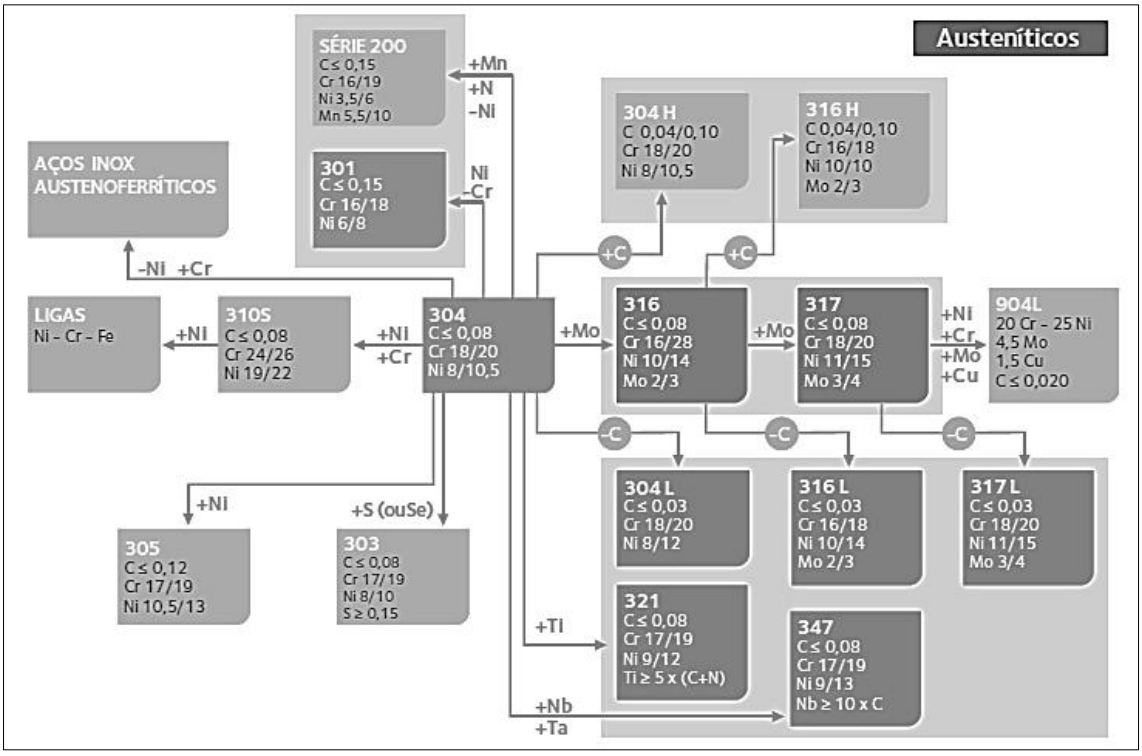


Figura 2.1 – Principais aços inoxidáveis austeníticos (CARBÓ, 2008).

Enfatiza-se a influência da composição química, o efeito da temperatura nas várias propriedades físicas dos AIA's, bem como, a atuação dos elementos de liga na formação de diferentes fases como ferrita (δ), carbetos e fases intermetálicas que podem estar presentes na microestrutura destes aços. É importante destacar que a quantidade, o tamanho, a distribuição e a forma destas fases têm acentuada influência nas propriedades do material (KHATAK; RAJ, 2002; FARNEZE, 2016).

2.1.2 Elementos de Liga e seus Efeitos

Essencialmente, os AIA's se alicerçam em dois fatores: um elevado percentual de cromo que é associado à formação da camada protetora de óxido e um alto teor de níquel, responsável por manter a estrutura austenítica. Assim, a composição de base é normalmente uma liga de Fe-Cr-Ni (PADILHA; RIOS, 2002; SILVA; MEI, 2010). Estes aços contêm outros elementos químicos, além de Fe, Cr e Ni, que são classificados como formadores de ferrita (Cr, Mo, Si) e formadores de austenita (Ni, N, C, Mn, Cu) (PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007).

Verifica-se que elementos de liga presentes nos AIA's como o silício (1,0% ou 1,5%), eventualmente o fósforo, enxofre ou selênio, em torno de 0,07% conferem melhor usinabilidade, molibdênio até 2,0% ou 3,0% para melhorar a resistência à corrosão química e grandes adições de cromo e níquel para aumentar a resistência mecânica e à oxidação em altas temperaturas (CARBÓ, 2008; ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1994). A Tabela 2.1 apresenta os principais elementos de liga e sua faixa de composição correspondente.

Tabela 2.1 – Composição química de alguns aços inoxidáveis austeníticos (PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007).

Tipo	UNS	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N	Outros
AISI 201	S20100	≤0.15	5.50-7.50	≤1.00	16.00-18.00	3.50-5.50	-	0.25	-
AISI 202	S20200	≤0.15	7.50-10.0	≤1.00	17.00-19.00	4.0-6.0	-	0.25	-
AISI 205	S20500	0.12-0.25	14.0-15.5	≤1.00	16.50-18.00	1.0-1.75	-	0.32-0.40	-
AISI 301	S30100	≤0.15	≤2.00	≤1.00	16.00-18.00	6.0-8.0	-	-	-
AISI 302	S30200	≤0.15	≤2.00	≤1.00	17.00-19.00	8.0-10.0	-	-	-
AISI 303	S30300	≤0.15	≤2.00	≤1.00	17.00-19.00	8.0-10.0	0.6	-	-
AISI 304	S30400	≤0.08	≤2.00	≤1.00	18.00-20.00	8.0-10.5	-	-	-
AISI 304H	S30409	0.04-0.10	≤2.00	≤1.00	18.00-20.00	8.0-10.5	-	-	-
AISI 304L	S30403	≤0.03	≤2.00	≤1.00	18.00-20.00	8.0-12.0	-	-	-
AISI 304N	S30400	≤0.08	≤2.00	≤1.00	18.00-20.00	8.0-10.5	-	0.10-0.16	-
AISI 304LN	S30451	≤0.03	≤2.00	≤1.00	18.00-20.00	8.0-12.0	-	0.10-0.16	-
AISI 308	S30800	≤0.08	≤2.00	≤1.00	19.00-21.00	10.0-12.0	-	-	-
AISI 309	S30900	≤0.20	≤2.00	≤1.00	22.00-24.00	12.0-15.0	-	-	-
AISI 310	S31000	≤0.25	≤2.00	≤1.00	24.00-26.00	19.0-22.0	-	-	-
AISI 316	S31600	≤0.08	≤2.00	≤1.00	16.00-18.00	10.0-14.0	2.0-3.0	-	-
AISI 316H	S31609	≤0.08	≤2.00	≤1.00	16.00-18.00	10.0-14.0	2.0-3.0	-	-
AISI 316L	S31603	≤0.03	≤2.00	≤1.00	16.00-18.00	10.0-14.0	2.0-3.0	-	-
AISI 316LN	S31653	≤0.03	≤2.00	≤1.00	16.00-18.00	10.0-14.0	2.0-3.0	0.10-0.16	-
AISI 316N	S31651	≤0.08	≤2.00	≤1.00	16.00-18.00	10.0-14.0	2.0-3.0	0.10-0.16	-
AISI 317	S31700	≤0.08	≤2.00	≤1.00	18.00-20.00	11.0-15.0	3.0-4.0	-	-
AISI 317L	S31703	≤0.03	≤2.00	≤1.00	18.00-20.00	11.0-15.0	3.0-4.0	-	-
AISI 321	S32100	≤0.08	≤2.00	≤1.00	17.00-19.00	9.0-12.0	-	-	Ti≥5 x %C
AISI 321H	S32109	0.04-0.10	≤2.00	≤1.00	17.00-19.00	9.0-12.0	-	-	Ti≥5 x %C
AISI 347	S34700	≤0.08	≤2.00	≤1.00	17.00-19.00	9.0-13.0	-	-	Nb≥10 x %C
AISI 347H	S34709	0.04-0.10	≤2.00	≤1.00	17.00-19.00	9.0-13.0	-	-	1.0≥Nb≥10 x %C
654 SMO®	S32654	≤0.02	2.00-4.00	≤0.50	24.0-25.0	21.0-23.0	7.0-8.0	0.45-0.55	Cu = 0.30-0.60

AISI = *American Iron and Steel Institute*; UNS = *Unified Numbering System*.

As influências dos principais elementos de ligas dos AIA's serão, a seguir, destacadas :

- **Carbono (C):**

O carbono promove fortemente uma estrutura austenítica e apesar de aumentar a resistência mecânica do aço, sua presença pode ocasionar a corrosão intergranular mesmo para os baixos teores utilizados (LEFFLER, 2010; IMOA, 2010). No AISI 317L, o carbono está presente até a faixa de 0,03%, este elemento tem uma grande afinidade termodinâmica pelo cromo e devido a esta afinidade os carbetos de cromo se formam sempre que o carbono atinge níveis de supersaturação na austenita e as taxas de difusão são suficientes para que o carbono e o cromo se segregem em precipitados na forma de carbetos, principalmente nos cortornos dos grãos, prejudicando a resistência à corrosão, deste modo, destaca-se como principal problema a precipitação do carbeto de cromo (FARNEZE, 2016; LEFFLER, 2010; MCGUIRE, 2008; ASM HANDBOOK, 1987). O tratamento térmico de curto tempo em 1010ºC pode dissolver os carbetos de cromo, exceto quando o teor de carbono for alto, acarretando que parte deste carbetos não será dissolvida com rapidez suficiente (FARNEZE, 2016).

Na Figura 2.2, observa-se à medida em que a curva se desloca para a direita, há a necessidade de um tempo maior para determinada temperatura crítica provocar a sensitização, o que está associado ao percentual de carbono. É interessante ressaltar que um material como o AISI 304L, que apresenta no máximo 0,03%C, necessitará permanecer bastante tempo exposto à temperatura crítica para ocorrência da sensitização.

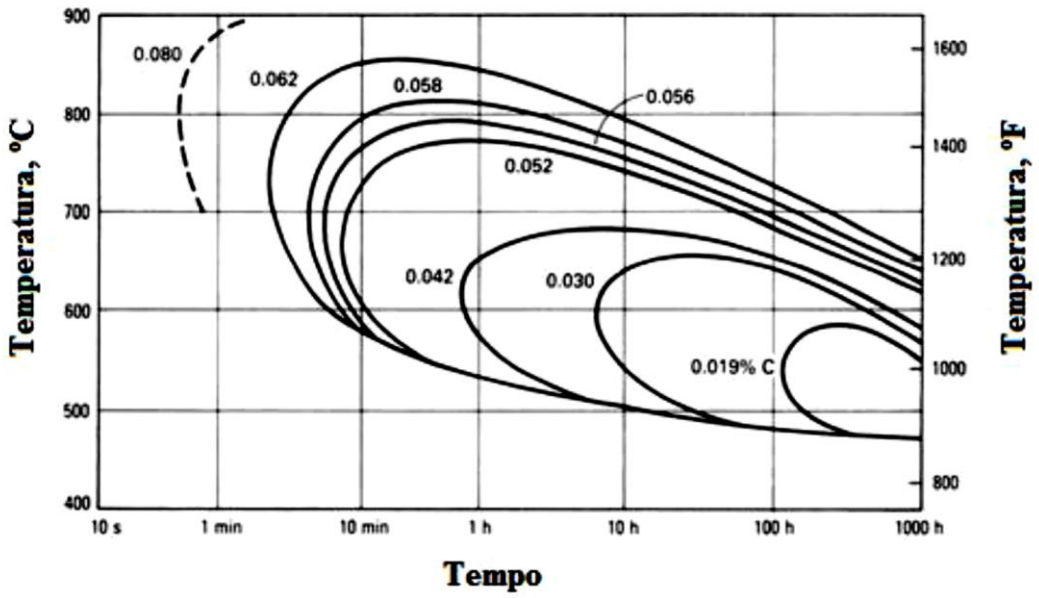


Figura 2.2 – Efeito do carbono sobre o tempo necessário para formar carbeto de cromo. A precipitação de carbeto ocorre dentro do *loop*, à direita de várias curvas tempo-temperatura-sensitização (MCGUIRE, 2008).

As curvas de tempo-temperatura-sensitização são orientações gerais e devem ser verificadas antes de serem aplicadas a vários tipos de aços inoxidáveis, visto que, fornecem orientação para evitar a sensitização e ilustrar o efeito do teor de carbono sobre este fenômeno (FARNEZE, 2016; ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1994).

- **Cromo (Cr):**

Em razão de desestabilizar a austenita, favorecendo a formação de compostos intermetálicos, o cromo deve ter seus teores controlados em AIA's (MCGUIRE, 2008; ASM HANDBOOK, 1987; ASM SPECIALTY HANDBOOK, 1994). A fase sigma (σ) é a mais comum, esta no sistema Fe-Cr é um composto (Fe, Cr) que se forma abaixo de 815°C e em praticamente qualquer aço inoxidável, contudo, tende a ser mais comum nas ligas de alto Cr. É importante salientar que o cromo também enriquece as fases intermetálicas chi (χ) e laves (η) (FARNEZE, 2016).

Ressalta-se que pelo menos 10,5% de cromo são necessários para produzir uma película passiva na superfície do material, sendo este teor responsável por fornecer ao aço a característica e o termo "inoxidável". Outros elementos podem influenciar a eficácia do cromo na formação ou manutenção da película, todavia, nenhum outro elemento pode, por si só, criar as propriedades do aço inoxidável. O cromo tem um

efeito pronunciado sobre as características de passivação em aços inoxidáveis, visto que, as ligas com maior teor de cromo são mais resistentes à sensitização. Entretanto, teores mais elevados de cromo podem afetar negativamente as propriedades mecânicas, a fabricação, a soldabilidade ou a adequação para aplicações que envolvem certas exposições térmicas (PARVATHAVARTHINI, 2002).

Adicionado principalmente para fornecer proteção contra a corrosão, o cromo no aço AISI 317L está normalmente presente na faixa de 18-20% (SALUJA, 2012; PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007). Este elemento de liga é um forte formador de carbeto, o mais comum é o $M_{23}C_6$, onde "M" é predominantemente cromo, contudo, pode também apresentar uma fração de Fe e Mo presentes (IMOA, 2010). Ressalta-se que a formação do óxido de cromo (Cr_2O_3) na camada passivada, evita ou dificulta o prosseguimento do processo de corrosão.

- **Níquel (Ni):**

O objetivo principal do níquel é estabilizar austenita. À medida que mais cromo ou outros elementos formadores de ferrita são adicionados ao aço, é necessário mais níquel para manter a estrutura austenítica. Em níveis superiores a 20%, o níquel aumenta a resistência à corrosão sob tensão (IMOA, 2010). No AISI 317L, o teor de níquel está na faixa de 11%-15% (SALUJA, 2012).

Embora haja evidência de que a sua presença na liga pode influenciar a cinética de precipitação, o níquel não é formador de carbeto e geralmente não promove a formação de compostos intermetálicos. Contudo, o níquel é associado com o aumento da resistência à corrosão sob tensão (FARNEZE, 2016).

- **Molibdênio (Mo):**

O molibdênio promove a formação de ferrita, afetando o equilíbrio de fases. Este elemento de liga também participa da formação de várias fases secundárias prejudiciais, como sigma (σ), chi (χ). Além disso, forma um óxido instável à temperatura elevada, que afeta negativamente a resistência à oxidação em altas temperaturas (FARNEZE, 2016; IMOA, 2010; LEFFLER, 2010). O molibdênio reduz a solubilidade do carbono na austenita, assim, verifica-se que a precipitação de carbetos é acelerada à temperaturas

mais elevadas, enquanto que em temperaturas mais baixas ela é retardada (PARVATHAVARTHINI, 2002).

No AISI 317L, o molibdênio apresenta teores de 3% a 4% (SALUJA, 2012; PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007; PADILHA; RIOS, 2002). Observa-se que mesmo em porcentagens relativamente pequenas, o molibdênio pode melhorar a resistência à corrosão em ambientes que contêm íons Cl^- (SALUJA, 2012).

- **Silício (Si):**

O aumento na resistência à corrosão localizada e a resistência mecânica do material em altas temperaturas podem ser conferidas pelo silício, este também promove a estrutura ferrítica (LEFFLER, 2010; SALUJA, 2012; PLAUT, HERRERA *et al.*, 2007; PADILHA; RIOS, 2002). O silício atua como agente desoxidante em aços, sendo esta sua função mais comum (ESAB, 2005; IMOA, 2010). Particularmente em combinação com o níquel, o silício segrega durante a solidificação resultando na formação de constituintes eutéticos de baixo ponto de fusão. Por este motivo, o silício é mantido abaixo de 1% em peso em várias ligas (SALUJA, 2012).

Na maioria das ligas o silício está presente na faixa de 0,3% a 0,6%. No aço AISI 317L, seu conteúdo varia até a faixa de 1,00% (FARNEZE, 2016; SALUJA, 2012; PLAUT, HERRERA *et al.*, 2007; PADILHA; RIOS, 2002). Em seus níveis mais altos, o silício é eficaz na melhoria da resistência à oxidação em alta temperatura (WELDING HANDBOOK, 2011). Entretanto, teores abundantes tendem a causar redução da ductilidade (ESAB, 2005).

- **Manganês (Mn):**

Embora apresente baixa influência na resistência à corrosão, atenua os efeitos desta na presença de enxofre na liga. Além de ser um formador de austenita, o manganês aumenta a solubilidade do nitrogênio no aço (AZOM, 2001). Em quantidades moderadas e em associação com adições de níquel, o manganês irá desempenhar muitas das funções atribuídas ao níquel. No entanto, a substituição total de níquel pelo manganês não é prática (ASM HANDBOOK, 1987). Cabe salientar que o Mn é um elemento de liga bem mais barato (ou menos caro) que o níquel, então, se pudesse ser

utilizado em teores mais elevados e tivesse efeito austenitizante mais próximo do níquel, reduziria muito o custo de fabricação dos aços inoxidáveis austeníticos.

Em aços inoxidáveis, está normalmente presente entre 1,00% a 2,00% em peso. No aço AISI 317L está na faixa de até 2,00%. O manganês é muito eficaz na estabilização da austenita em baixa temperatura para evitar a transformação para martensita. A sua ação na promoção da austenita à temperatura elevada é dependente da composição global da liga (FARNEZE, 2016; SALUJA, 2012; PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007; PADILHA; RIOS, 2002).

2.1.3 Microestruturas Características

Conforme mencionado anteriormente, os AIA's possuem uma estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) do ferro (γ), como pode ser visto na Figura 2.3 (TELLES, 2003).

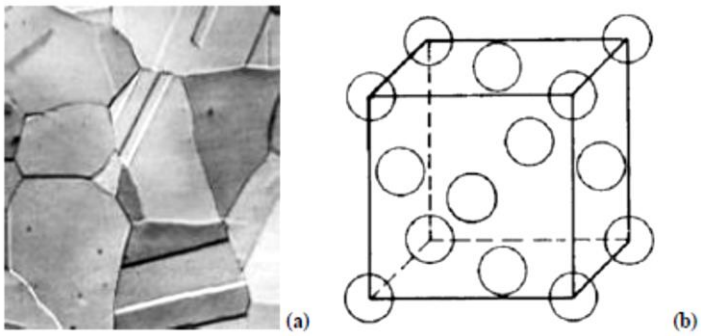


Figura 2.3 – (a) Estrutura Austenítica; (b) Estrutura cristalina cúbica de face centrada-CFC (CALLISTER, 2008; WELDING HANDBOOK, 2011).

Apesar de serem denominados austeníticos a microestrutura destes aços pode não ser formada apenas por austenita (γ), mesmo após a solubilização e antes do envelhecimento. É possível que se tenha a presença de ferrita (δ) em virtude da composição química, de outros microconstituintes e, bem como, da homogeneidade química e da história térmica do aço. Destaca-se que em certos AIA's são desejáveis pequenas frações de ferrita (δ), de modo a reduzir a fragilidade a quente do aço inoxidável 100% austenítico. Em temperatura de envelhecimento ou serviço (inferior a 900ºC), a ferrita (δ) se decompõe em austenita (γ) e fases intermetálicas (FI) (TELLES, 2003; ISHIDA, 2009).

Deste modo, um grande número de fases pode estar presente na microestrutura dos AIA's. Portanto, destacam-se as fases intermetálicas sigma (σ), laves (η) e chi (χ) como as mais comuns nestes aços. Os carbetos mais frequentes são os tipos $M_{23}C_6$ e MC, este último está presente nos aços estabilizados (PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007).

2.1.3.1 Diagramas de Equilíbrio

Nos AIA's o ferro, o cromo e o níquel são os principais componentes. Desta forma, é necessário o conhecimento do sistema ternário Fe-Cr-Ni para a previsão das fases de equilíbrio que por ventura possam ocorrer nestes aços. É possível que as ligas pertencentes a este grupo apresentem, no estado bruto de fundição, uma estrutura totalmente austenítica ou parcialmente ferrítica. Ressalta-se, ainda, que a fase sigma (σ) também pode estar presente (PADILHA; GUEDES, 1994; PESSANHA, 2011). Este sistema é a base para avaliação dos AIA's e mostram o procedimento de solidificação das ligas através das áreas liquidus e solidus que definem o início e o término da solidificação.

Algumas transformações de fase, referentes a tais aços, podem ser descritas pelo diagrama de fase Fe-Cr-Ni pseudobinário, construído para 70% em peso de Fe, conforme apresentado na Figura 2.4 (LIPPOLD; KOTECKI, 2005; FARNEZE, 2016).

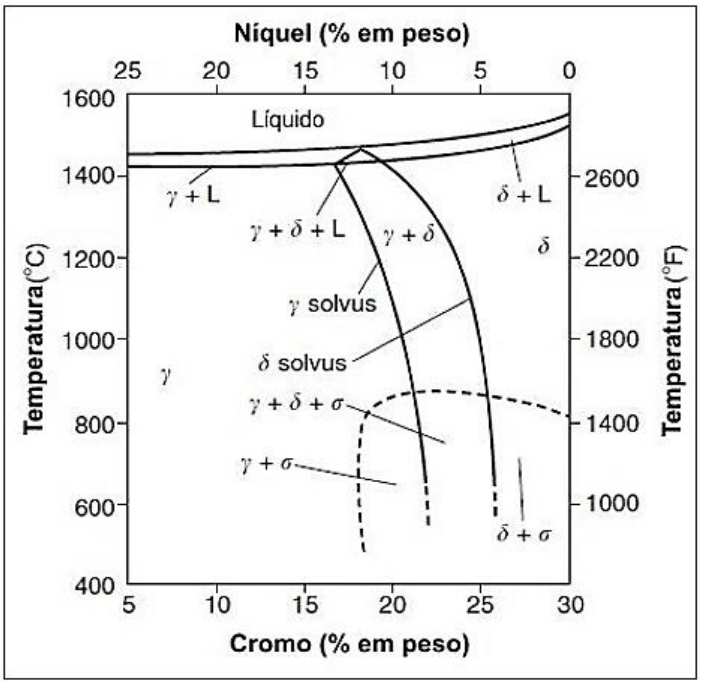


Figura 2.4 – Secções pseudobinárias do sistema ternário Fe-Cr-Ni a 70% Fe.
(LIPPOLD.; KOTECKI, 2005; WELDING HANDBOOK, 2011).

Observa-se a pequena região triangular entre as linhas solidus e liquidus. Esta região, que apresenta três fases – austenita (γ) + ferrita (δ) + líquido (L) – separa as ligas que solidificam como austenita (γ) (à esquerda) daquelas que solidificam como ferrita (δ) (à direita). No estado sólido, a ferrita (δ) é estável a uma temperatura elevada com teores de cromo superiores a 20% em peso (LIPPOLD; KOTECKI, 2005). À medida que a temperatura diminui, a ferrita (δ) se transforma parcialmente em austenita (γ) na faixa de 20% a 25% Cr em peso. As ligas que solidificam como austenita (γ) (à esquerda do triângulo trifásico) permanecem como austenita (γ) durante o resfriamento até a temperatura ambiente. Em composições mais à direita do triângulo (razões Cr / Ni superiores) a ferrita (δ) se tornará cada vez mais estável, até que, finalmente uma estrutura de solidificação totalmente ferrítica existirá em direção ao lado direito do diagrama (LIPPOLD; KOTECKI, 2005; PADILHA; RIOS, 2002). Neste sistema, para diferentes proporções de Cr e Ni, a solidificação pode resultar na formação de ferrita (δ) ou austenita (γ) como fase primária, à medida que os teores de Cr e Ni aumentam, respectivamente.

2.1.3.2 Determinação (cálculo) de cromo e níquel equivalentes

Os diagramas de equilíbrio raramente são suficientes para prever a microestrutura resultante após a solidificação. Como resultado, outros métodos foram propostos. O mais conhecido é o diagrama de Schaeffler (1949), que divide os elementos de liga em dois grupos: estabilizadores de ferrita e de austenita. O efeito dos elementos químicos, na composição dos AIA's, sobre a microestrutura destes materiais pode ser avaliado a partir da relação Cr_{eq}/Ni_{eq}.

O cromo equivalente é obtido por uma expressão que considera a concentração de elementos químicos ferritizantes (alfagênicos). Enquanto o níquel equivalente é obtido por uma expressão a qual considera a concentração de elementos químicos austenitizantes (gamagênicos) presentes no material. A fórmula proposta por Schaeffler foi modificada e aperfeiçoada ao longo dos anos, destaca-se a contribuição de DeLong (1960) referente ao efeito do nitrogênio. Deste modo, o balanço de elementos químicos alfagênicos e gamagênicos pode ser quantificado através dos conceitos de cromo equivalente (Cr_{eq}) e níquel equivalente (Ni_{eq}). Esta é uma forma conveniente de apresentar o efeito dos diversos elementos na evolução microestrutural, relativo ao

efeito do cromo e níquel (PADILHA; RIOS, 2002; PADILHA; GUEDES, 1994); PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007).

Conforme descrito por Ferrandini *et al*. (2006), as equações do Cr_{eq} (Equação 2.1) e Ni_{eq} (Equação 2.2) são:

Equação 2.1 $Ni_{eq} = \%Ni + a(\%Mn) + b(\%C) + c(\%N)$

Equação 2.2 $Cr_{eq} = \%Cr + d(\%Si) + e(\%Mo) + f(\%Ti) + g(\%Nb)$

Em que a, b, c, d, e, f, g, conforme estudos de vários autores, representam as constantes e estas estão sumarizadas na Tabela 2.2 (FERRANDINI *et al.*, 2006).

Tabela 2.2 – Valores das constantes das expressões de Ni_{eq} (*a*-*c*) e Cr_{eq} (*d*-*g*) (FERRANDINI *et al.*, 2006).

a	*b*	*c*	*d*	*e*	*f*	*g*	*Referência*
0,5	30	-	1,5	1	-	0,5	Suutala
0,5	30	30	1,5	1	-	0,5	Brooks
0,5	30	-	1,5	1	-	0,5	Rajasekhar
0,5	30	-	1,5	1	2	0,5	Takalo

O diagrama de Schaeffler (Figura 2.5) relaciona composição química e microestrutura para aços inoxidáveis. Obtém-se este gráfico ao plotar o Cr_{eq} e o Ni_{eq} respectivamente nos eixos horizontal e vertical. Inicialmente desenvolvido para aços inoxidáveis soldados, o diagrama de Schaeffler tem sido muito utilizado para determinar a estrutura de certas composições químicas, bem como, ilustrar o potencial ferritizante e austenitizante dos elementos químicos. DeLong, Hull, Schoefer construíram diagramas semelhantes, destaca-se o diagrama WRC 1992 como o mais recente (PESSANHA, 2011; ISHIDA, 2009; KUJANP *et al.*, 1980).

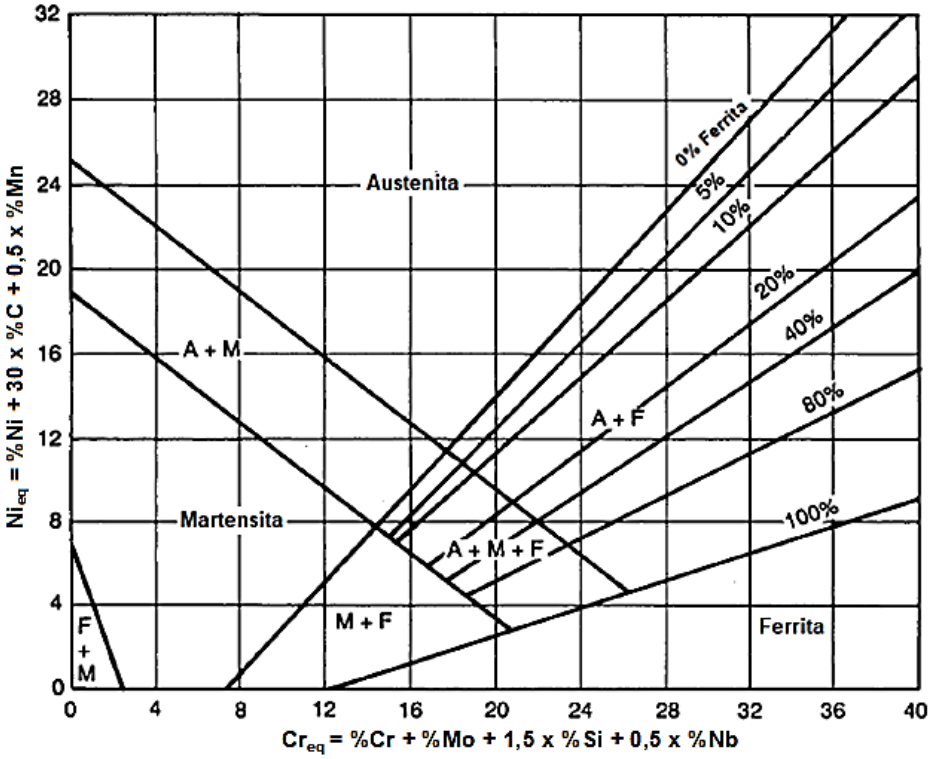


Figura 2.5 – Diagrama de Schaeffler-Delong para os aços inoxidáveis (Adaptado de MCGUIRE, 2008).

Os valores de Cr_{eq} e Ni_{eq}, em cortes isotérmicos do diagrama ternário Fe-Cr-Ni, são também utilizados a fim de se prever as fases presentes em uma determinada liga. Contudo, o uso de expressões determinadas para temperaturas elevadas podem fornecer informações incorretas quando empregadas para isotermas à temperaturas inferiores a 900°C (PESSANHA, 2011).

2.1.4 Principais Fases Formadas Durante o Envelhecimento Térmico

2.1.4.1 Aspectos Gerais

Os AIA's quando expostos à temperaturas elevadas por um longo período de tempo podem resultar na formação de diversos precipitados, desencadeando a formação de fases intermetálicas (SILVA, 2015). As fases formadas em AIA's durante a exposição na faixa de 500ºC a 900°C podem ser classificadas em dois grandes grupos: carbetos e fases intermetálicas (FARNEZE, 2016).

Um dos principais precipitados nos aços austeníticos é o carbeto $M_{23}C_6$. Sua formação tem sido amplamente observada em exposições de longo prazo a temperaturas

em torno de 550°C. Se as partículas $M_{23}C_6$ estiverem presentes nos contornos de grão, podem levar à suscetibilidade à corrosão intergranular (VACH; KUNÍKOVÁ *et al.*, 2008).

Na faixa de temperatura 700ºC-900ºC, as ligas de ferro com um teor de cromo acima de 17% formam fases intermetálicas tais como fases sigma (σ), chi (χ) e laves (η). As ligas com molibdênio e silício promovem a formação de fases intermetálicas, de modo que, a maioria dos aços austeníticos apresentam alguma propensão para formar fase sigma (σ) (LEFFLER, 2010). Nestes aços a presença de ferrita (δ) acelera sensivelmente a formação de fase sigma (σ) durante o posterior envelhecimento, devido ao maior percentual de elementos formadores da fase sigma (σ) encontrados na ferrita (δ) que na austenita (γ) (FARNEZE, 2016). As fases sigma (σ) e chi (χ) fragilizam o material e empobrecem a matriz em alguns elementos de liga como Cr, Mo, Ti, Nb e V. A fase de laves (η), embora também produza efeitos negativos em algumas propriedades dos AIA's como perda de ductilidade e empobrecimento da matriz em Mo, Ti e Nb, tem como efeito positivo o aumento significante dos valores de dureza do material (MOREIRA, 2016).

2.1.4.2 Características e Morfologia das Fases Precipitadas

Os AIA's quando processados ou submetidos a serviços com temperaturas elevadas por um longo período de tempo podem resultar na formação de diversos precipitados e desencadear a formação de fases intermetálicas, geralmente prejudiciais às suas propriedades (IMOA, 2010; SILVA, 2015; FARNEZE, 2016). Os aspectos destas fases e respectivas reações de formação serão, a seguir, apresentados.

- **Carbeto $M_{23}C_6$:**

Tipos distintos de carbetos podem se formar em aços inoxidáveis. Entre os vários precipitados, o extensivamente mais estudado é o $M_{23}C_6$ (M = Cr, Fe, Mo), uma vez que, em aços inoxidáveis é comum sua ocorrência. A estrutura cristalina CFC caracteriza este carbeto, além de apresentar 116 átomos por célula unitária, sendo 92 átomos metálicos e 24 de carbono (FARNEZE, 2016). A sequência dos locais

preferenciais para precipitação é, em materiais solubilizados e envelhecidos, contorno de grão, contornos incoerentes de macla, contornos coerentes de macla e finalmente no interior dos grãos, em destaque por ordem crescente (FARNEZE, 2016).

Um modelo de crescimento de uma zona empobrecida em cromo no contorno de grão de austenita acompanhado por precipitação do carbeto $M_{23}C_6$ é esquematicamente ilustrado na Figura 2.6 para diferentes estágios de envelhecimento térmico (KANEKO; FUKUNAGA *et al.*, 2011).

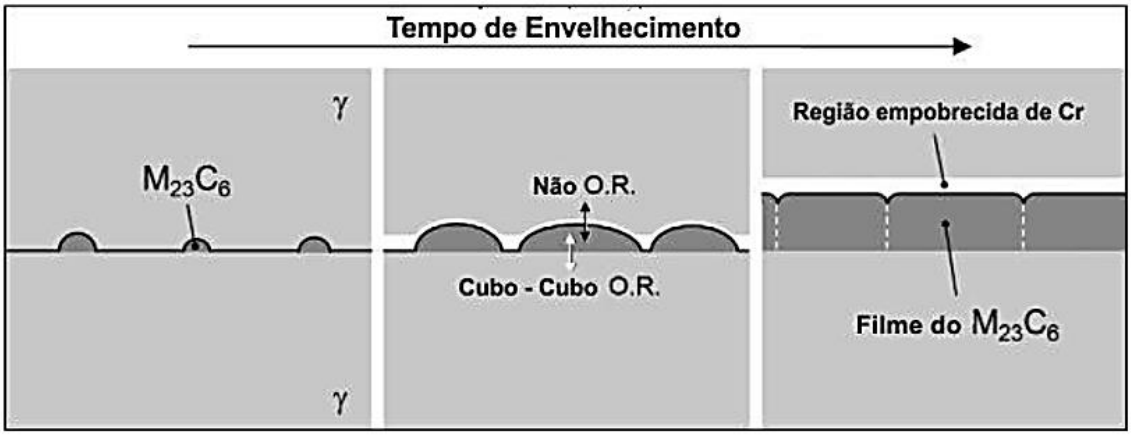


Figura 2.6 – Ilustração esquemática da formação das regiões empobrecidas de cromo em conjunto com a precipitação do $M_{23}C_6$ no contorno de grãos, em diferentes estágios de envelhecimento (KANEKO; FUKUNAGA *et al.*, 2011).

Quando os precipitados $M_{23}C_6$ são formados no contorno de grão, cada núcleo de $M_{23}C_6$ deve ter orientação similar, isto é, cubo-cubo, com um dos grãos de austenita adjacente para minimizar a energia de ativação para nucleação. Estes precipitados $M_{23}C_6$ aumentam ainda mais com a migração preferencial $M_{23}C_6$ incoerente para interface da austenita com alta energia interfacial durante o processo de envelhecimento térmico. Além disso, a tensão dentro da matriz é gerada por este processo de nucleação e crescimento da precipitação do carbeto $M_{23}C_6$ devido à incompatibilidade da constante de rede entre eles, que provavelmente é acomodado pela formação de falhas de empilhamento assim como por difusão atômica (KANEKO; FUKUNAGA *et al.*, 2011).

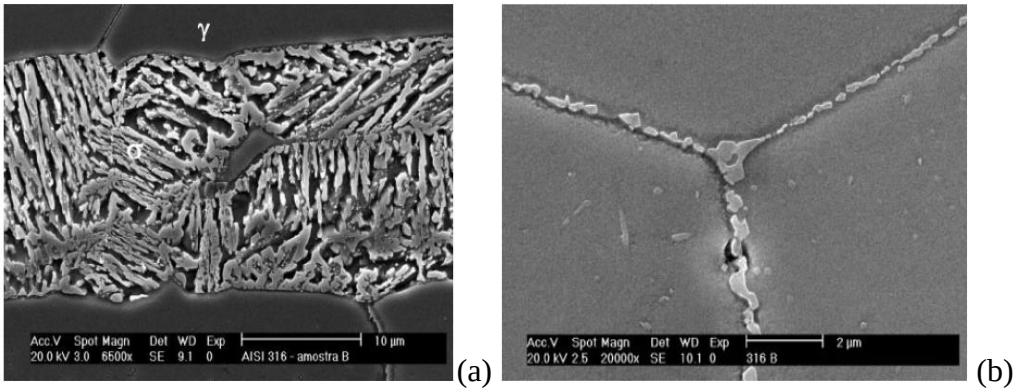
Nos aços não estabilizados, a dissolução do $M_{23}C_6$ pode ocorrer se houver precipitação significativa de fases intermetálicas, como fase sigma (σ), fase chi (χ) e fase de laves (η). A precipitação da fase intermetálica pode diminuir o teor de cromo e molibdênio da matriz, aumentando a solubilidade do carbono levando a uma dissolução parcial do carbeto $M_{23}C_6$ (PADILHA; RIOS, 2002).

A dissolução de carbetos $M_{23}C_6$ para tempos longos de envelhecimento ocorre tanto em aços estabilizados, como também, em aços não estabilizados. Inicialmente, este carbeto precipita abaixo de 900°C. Nas fases intermetálicas chi (χ) e principalmente na fase sigma (σ) o carbono é praticamente insolúvel. Simultaneamente com o carbeto $M_{23}C_6$ a fase chi (χ) poderia se precipitar, todavia, em virtude de difusão mais lenta dos seus elementos constituintes, a fase chi (χ) se forma após a precipitação do carbeto. A precipitação da fase sigma (σ) ocorre somente após o empobrecimento quase que completo do carbono da matriz. Verifica-se que um considerável empobrecimento em cromo e molibdênio na matriz é provocado pela precipitação da fase sigma (σ) e fase chi (χ), visto que, a solubilidade do carbono na austenita aumenta com a diminuição dos teores de cromo e molibdênio, acarretando a dissolução do $M_{23}C_6$ (FARNEZE, 2016).

- **Fase Sigma (σ):**

A fase sigma (σ) possui estrutura tetragonal com 30 átomos na célula unitária, a sua composição em AIA's pode ser escrita pela estequiometria $(Fe, Ni)_3(Cr, Mo)_2$ (PADILHA; RIOS, 2002). Requer longos tempos de difusão pelo fato de ser formada por elementos de solução sólida substitucional (MOREIRA, 2016; KHATAK; RAJ, 2002; FARNEZE, 2016).

A faixa de precipitação da fase sigma (σ) em AIA's ocorre entre 550ºC e 900°C. Esta fase precipita principalmente nos contornos de grão, especialmente nas junções triplas e nos contornos de maclas incoerentes e nas inclusões intragranulares (PADILHA; RIOS, 2002; PLAUT; HERRERA, 2007). Conforme visto na Figura 2.7.



(a) (b)

Figura 2.7 – Precipitação da fase sigma (σ) no aço AISI 316L(N). (a) na ferrita (δ) e (b) no contorno de grão da austenita (VILLANUEVA; JUNIOR *et al.*, 2006).

A cinética de precipitação desta fase é relativamente lenta e normalmente requer tempos prolongados, sendo necessárias centenas ou milhares de horas, à temperatura elevada para que ocorra a formação destes precipitados (FARNEZE, 2016). Além de cromo, adições de molibdênio, nióbio, silício, tungstênio, vanádio, titânio e zircônio promovem a formação da fase sigma (σ), enquanto o carbono e o nitrogênio tendem a retardar seu crescimento.

Os AIA's são suscetíveis à fragilização pela formação da fase sigma (σ) (LIPPOLD; KOTECKI, 2005; PADILHA; ESCRIBA *et al.*, 2007). Além da perda de tenacidade, a formação da fase sigma (σ) pode ter um efeito negativo na resistência à corrosão em temperaturas elevadas, devido à remoção de cromo e molibdênio da matriz austenítica e, ainda, reduz a resistência à corrosão (PADILHA; RIOS, 2002; PLAUT; HERRERA *et al.*, 2007; LIPPOLD; KOTECKI, 2005).

A presença de ferrita (δ), mais rica em cromo que a austenita (γ), na microestrutura acelera significativamente a formação da fase sigma (σ). A Figura 2.8 apresenta a representação esquemática da precipitação da fase sigma (σ) em um AIA contendo ferrita (δ).

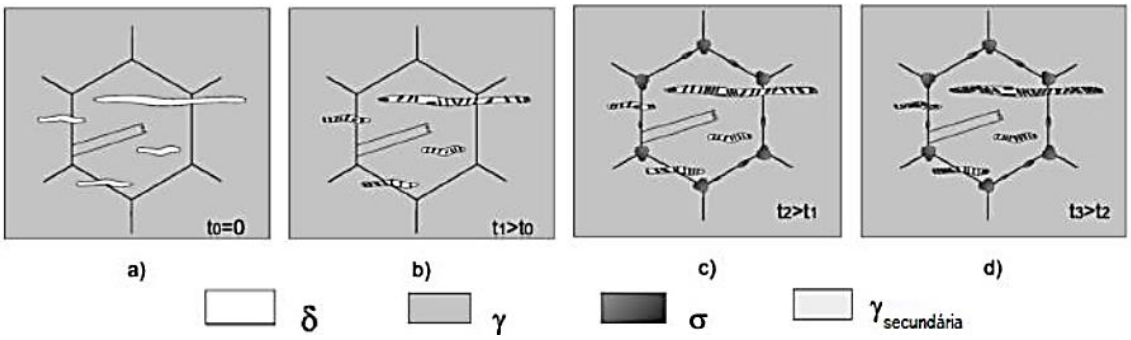


Figura 2.8 – Representação esquemática da precipitação da fase sigma (σ) em um aço inoxidável austenítico contendo ferrita (δ) (VILLANUEVA; JUNIOR *et al.*, 2006; PADILHA; ESCRIBA *et al.*, 2007).

No que se refere à degradação dos aços inoxidáveis pode ser destacada a fase intermetálica sigma (σ) como uma das mais estudadas. A precipitação da fase sigma (σ) nos AIA's é favorecida pelo enriquecimento local de cromo na ferrita (δ) em condições de aquecimento, resfriamento e/ou solidificação (FARNEZE; TAVARES *et al.*, 2014).

A cinética da precipitação da fase sigma (σ) em aços inoxidáveis com estrutura completamente austenítica, conforme destacam Padilha *et al*. (2007), é bastante lenta e a formação de precipitados requer centenas ou milhares de horas. De acordo com tais

autores, a cinética lenta está associada a três possíveis causas: 1) a precipitação da fase sigma (σ) após a precipitação de carbetos e/ou nitretos devido à insolubilidade do carbono e do nitrogênio na fase sigma (σ); 2) estrutura cristalina complexa da fase sigma (σ), apresentando 30 átomos na célula unitária e; 3) a fase sigma (σ) necessita de longos tempos de difusão pelo fato de ser formada por elementos de solução sólida substitucional.

Contudo, a partir da ferrita (δ), a precipitação da fase sigma (σ) ocorre de modo preferencial e é consideravelmente mais rápida. Tal fato está associado à difusão do cromo e do molibdênio, cerca de 100 vezes mais rápida na ferrita (δ) que na austenita (γ). Verifica-se que, quando comparada à austenita (γ), a ferrita (δ) é mais rica em elementos formadores da fase sigma (σ) (Cr, Mo e Si). Devido a isto, a ferrita (δ) se decompõe por meio da reação eutetóide ferrita (δ) → sigma (σ) + austenita (γ_2), tal qual para os aços inoxidáveis duplex (HSIEH; WU, 2012; FARNEZE; TAVARES *et al.*, 2014).

Kobayashi e Wolynec (1999) evidenciaram que em outros estudos foi observado que durante a precipitação da fase sigma (σ) em aços inoxidáveis duplex , à medida que a quantidade de fase sigma (σ) aumentava, diminuia a quantidade de ferrita (δ) até o seu consumo total. Logo, pode ser verificada a formação da fase sigma (σ) a partir da ferrita (δ). Sendo assim, ressalta-se que a formação de ferrita (δ) e o enriquecimento local de cromo em condições de aquecimento, resfriamento e/ou solidificação são os principais fenômenos que favorecem a precipitação da fase sigma (σ) nos AIA's. Pode ser destacada também a precipitação de outras fases intermetálicas (FI) que, conforme o caso, pode favorecer ou não a formação da fase sigma (σ) (LAI, 1983; FOLKHARD 1988).

- **Fase Chi (χ):**

Apresenta estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) e estequiometria $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$, sendo um composto intermetálico estável contendo Fe, Cr e Mo (KHATAK; RAJ, 2002; FARNEZE, 2016). Embora a microestrutura da fase chi (χ) e seus efeitos sobre as propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis que a contém tenham sido extensivamente pesquisadas, as propriedades magnéticas da fase chi (χ) são menos

estudadas. Algumas pesquisas sobre o aço AISI 304 demonstraram que a fase chi (χ) é antiferromagnética (LO *et al.*, 2009).

A fase chi (χ) é mais enriquecida com molibdênio que a fase sigma (σ), sendo assim, verifica-se que a adição deste elemento de liga tende a iniciar a precipitação da fase chi (χ) (LO *et al.*, 2009). Comparada à fase sigma (σ), a fase chi (χ) pode dissolver uma maior quantidade de carbono (FARNEZE, 2016; MOREIRA, 2016).

Observa-se a fase chi (χ) principalmente nos contornos de grão, nos contornos de maclas incoerentes com a matriz, e nas discordâncias quando o material é deformado a frio. Em virtude de dissolver o carbono, bem como, de sua nucleação mais fácil, a precipitação da fase chi (χ), em determinadas condições, precede a formação da fase sigma (σ) (PADILHA; RIOS, 2002). Assim como a fase sigma (σ), os efeitos da precipitação da fase chi (χ) são considerados negativos e sua precipitação em AIA's é indesejada (LO *et al.*, 2009; MOREIRA, 2016).

- **Fases de Laves (η):**

Formadas basicamente por dois elementos químicos, como descrito em sua estequiometria A_2B (FARNEZE, 2016), as fases de laves (η) são caracterizadas por diversos tipos, dentre elas as que ocorrem com maior constância em AIA's são as hexagonais do tipo $MgZn_2$, sendo consideradas mais comuns as fases Fe_2Mo, Fe_2Ti e Fe_2Nb. Em homenagem ao pesquisador alemão Fritz Laves, importante estudioso de cristalografia e de precipitações intermetálicas, a fase de laves (η) recebeu esta denominação (MOREIRA, 2016; FARNEZE, 2016). Ressalta-se que estas fases são geralmente estáveis abaixo de 815°C, contudo, sua estabilidade depende dos teores de molibdênio, nióbio e titânio (PADILHA; RIOS, 2002).

No que se refere às propriedades magnéticas da fase de laves (η), estas possuem certa complexidade, posto que, transitam entre fases paramagnéticas e antiferromagnéticas dependendo da composição e distribuição dos elementos em sua estrutura (SHARON; TSUEI, 1970; PADILHA; RIOS, 2002; JUUTI *et al*., 2014).

- **Fase Alfa Linha (α') ou Fragilização a 475ºC**

Todas as ligas Fe-Cr contendo entre 13% e 90% de cromo são susceptíveis à fragilização pela precipitação da fase alfa linha (α'), visto que, em Aço Inoxidável Duplex (AID) a formação desta fase, rica em cromo, ocorre no intervalo entre 300ºC e 550ºC. Outros fatores influenciam a formação da fase alfa linha (α'), tais como os teores de molibdênio e cobre, assim como altos níveis de ferrita no aço (PARDAL, 2009).

A fase alfa linha (α') é caracterizada por apresentar estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), possuindo parâmetro de rede similar ao da matriz ferrítica (fase δ). Nesta fase ocorre um progressivo endurecimento, bem como, diminuição da tenacidade do material. O efeito de envelhecimento atribuído à decomposição espinoidal, em que a fase ferrítica (δ) se decompõe nas fases α' e α" – enriquecidas em cromo e ferro, respectivamente. No entanto, essa separação de fases pode ocorrer em temperaturas que variam de 300°C, em exposições após milhares de horas, ou a 600°C, quando submetidas por alguns minutos. Dependem, assim, da composição química do aço (PARDAL, 2009; LO *et al.*, 2009; TAVARES; NORONHA *et al.*, 2001).

A presença da fase alfa linha (α'), que é ferromagnética, é mais comum nos AID's e nos aços inoxidáveis ferríticos (AIF's), na faixa de temperatura entre 300ºC e 550ºC (LO *et al.*, 2009). Contudo, verifica-se que cinética de precipitação da fase alfa linha (α') é muito mais rápida a 475ºC, razão deste fenômeno ser também denominado como fragilização a 475ºC. Cabe salientar que o fenômeno de fragilização a 475°C é reversível, uma vez que, os precipitados formados podem ser redissolvidos mediante ao tratamento térmico de solubilização, que deve ser realizado a 1050ºC ou em temperaturas superiores, dependendo do tipo de liga tratada (PARDAL, 2009; ALHEGAGI, 2015).

Ressalta-se também que precipitados ricos em cromo (α') diminuem a mobilidade das discordâncias e geram micro cavidades muito próximas na matriz ferrítica. E, devido à existência de locais empobrecidos em cromo em torno desses precipitados, a resistência à corrosão diminui consideravelmente (PARDAL, 2009).

2.1.4.3 Cinética da Formação das Fases Secundárias

No que se refere aos AIA's, estes devem ser resfriados rapidamente a fim de evitar a formação de fases secundárias. Logo, a cinética de formação de fase secundária é um fator muito importante a ser considerado quanto ao envelhecimento em serviço e soldagem destes aços (FARNEZE, 2016).

As curvas Tempo-Temperatura-Transformação (TTT) descrevem esta cinética, sendo utilizadas para representar a sequência de precipitação e a competição entre diferentes fases. Os diagramas disponíveis para estes aços são normalmente diagramas TTT isotérmicos e mostram apenas as curvas correspondentes ao início da precipitação (PADILHA; RIOS, 2002). Um diagrama TTT para o aço inoxidável AISI 316 possuindo 2% de molibdênio e um elevado teor de carbono (Figura 2.9), evidencia que o carbeto de cromo pode se formar em menos de cinco minutos, contudo, as fases chi (χ) e sigma (σ) apenas se originam após 80 horas ou superior a este tempo (IMOA, 2010).

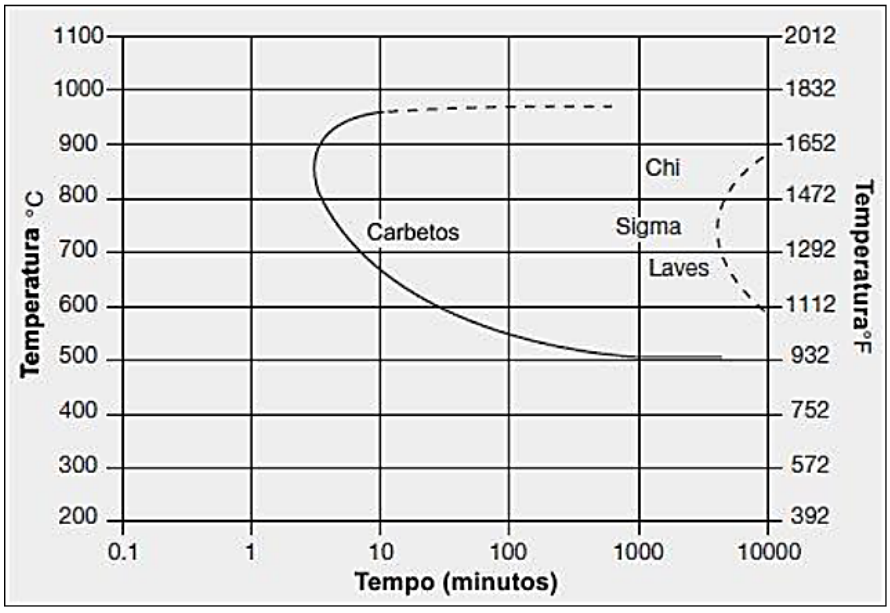


Figura 2.9 – Diagrama TTT do aço AISI 316 apresentado a precipitação das fases secundárias chi (χ), sigma (σ) e laves (η) (IMOA, 2010).

A precipitação das fases sigma (σ) e chi (χ) é mais preocupante que a do carbeto de cromo, visto que, o alto teor de cromo e molibdênio nas ligas promove a rápida formação de tais fases (IMOA, 2010).

Entretanto, uma liga com semelhante percentual de cromo e níquel, o tempo para a formação da fase chi (χ) na liga contendo 5% de molibdênio é ainda menor que aquele necessário para a formar o carbeto de cromo (IMOA, 2010). Conforme pode ser visto, na Figura 2.10, as curvas TTT do aço 0,05C-17Cr-13Ni-5Mo.

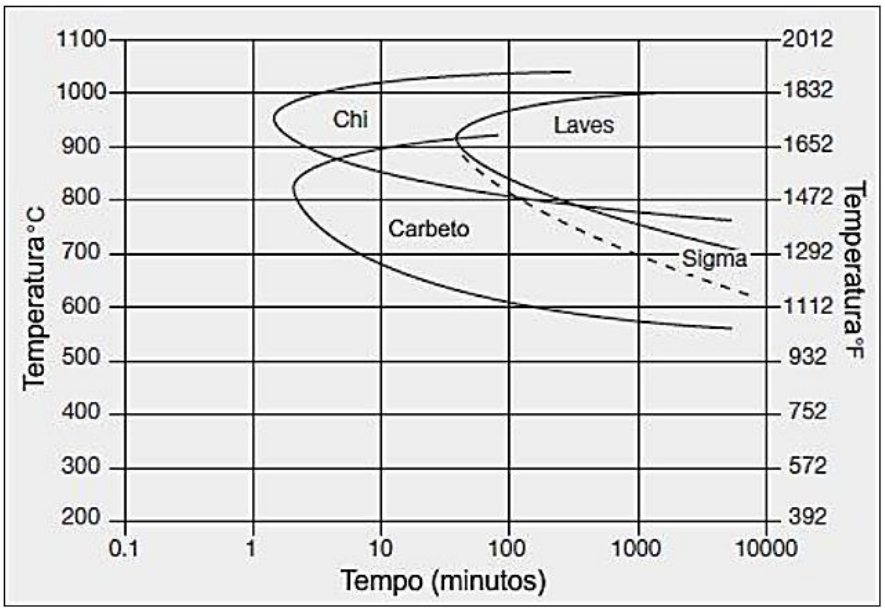


Figura 2.10 – Diagrama TTT do aço 0,05C-17Cr-13Ni-5Mo (IMOA, 2010).

Adições de nitrogênio, ainda que, em teores muito altos (0,20-0,50%N) não são capazes de evitar a formação de intermetálicos. Entretanto, dificultam e retardam a precipitação de carbeto e das fases chi (χ), sigma (σ) e de laves (η) (IMOA, 2010). Este efeito é demonstrado na Figura 2.11.

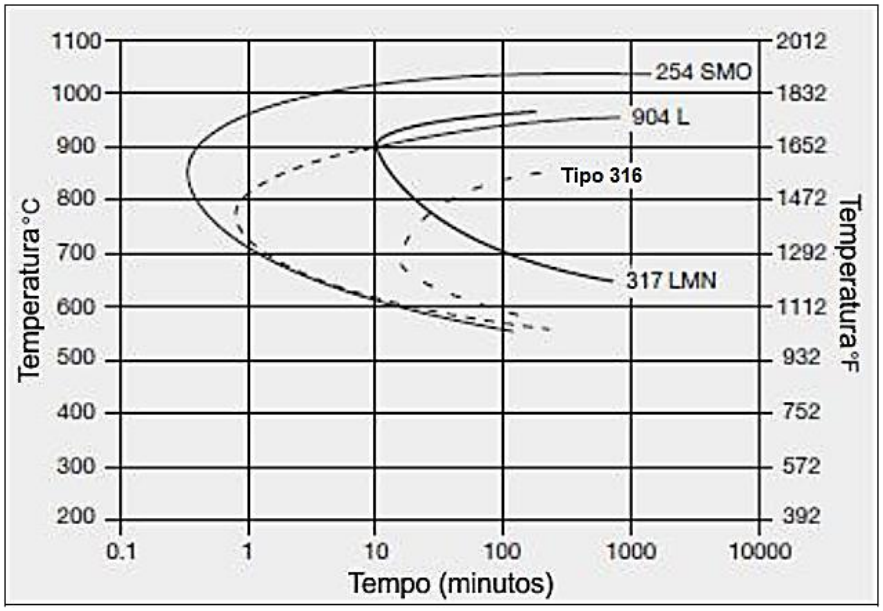


Figura 2.11 – Diagrama TTT de vários aços inoxidáveis austeníticos com diferentes teores de molibdênio e nitrogênio (IMOA, 2010).

Verifica-se através das curvas TTT apresentadas na Figura 2.11, representativas de várias ligas, que o aço AISI 317LMN (17%Cr, 14%Ni, 4,5%Mo, 0,15%N) forma fases secundárias aproximadamente ao mesmo tempo que AISI 316, apesar do seu teor de molibdênio mais elevado, devido ao efeito do nitrogênio. O aço AISI 254 SMO (20%Cr, 18%Ni, 6%Mo, 0,20%N) inicia a precipitação em aproximadamente 30 segundos, à medida que, o AISI 904L (20%Cr, 25%Ni, 4,55%Mo) sofre formação da fase intermetálica em tempo inferior a 1 minuto. Sendo assim, para evitar a formação de fases intermetálicas essas ligas exigem limitações na dimensão da secção ou resfriamento brusco (IMOA, 2010).

2.1.5 Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas de um aço são em grande parte determinadas pela sua microestrutura e principalmente pela composição química (HOLMBERG, 2002). Os aços inoxidáveis são muitas vezes selecionados por sua resistência à corrosão, todavia, propriedades mecânicas como resistência à tração, elasticidade, ductilidade, fadiga, tenacidade, dureza, fluência são importantes (LEFFLER, 2010).

Neste sentido, uma característica importante é a boa resistência à fluência da estrutura austenítica, correspondendo uma perda menos significativa de resistência

mecânica com o aumento da temperatura, quando comparados aos aços ferríticos. A maioria das classes deste aços foram aprovadas para aplicações em vasos de pressão. O Código ASME VIII fornece valores de tensões permitidas para temperaturas de até 427°C (FARNEZE, 2016). Na Figura 2.12 são apresentadas as curvas de fluência do aço inoxidável austenítico AISI 316L (N) em algumas condições de envelhecimento térmico.

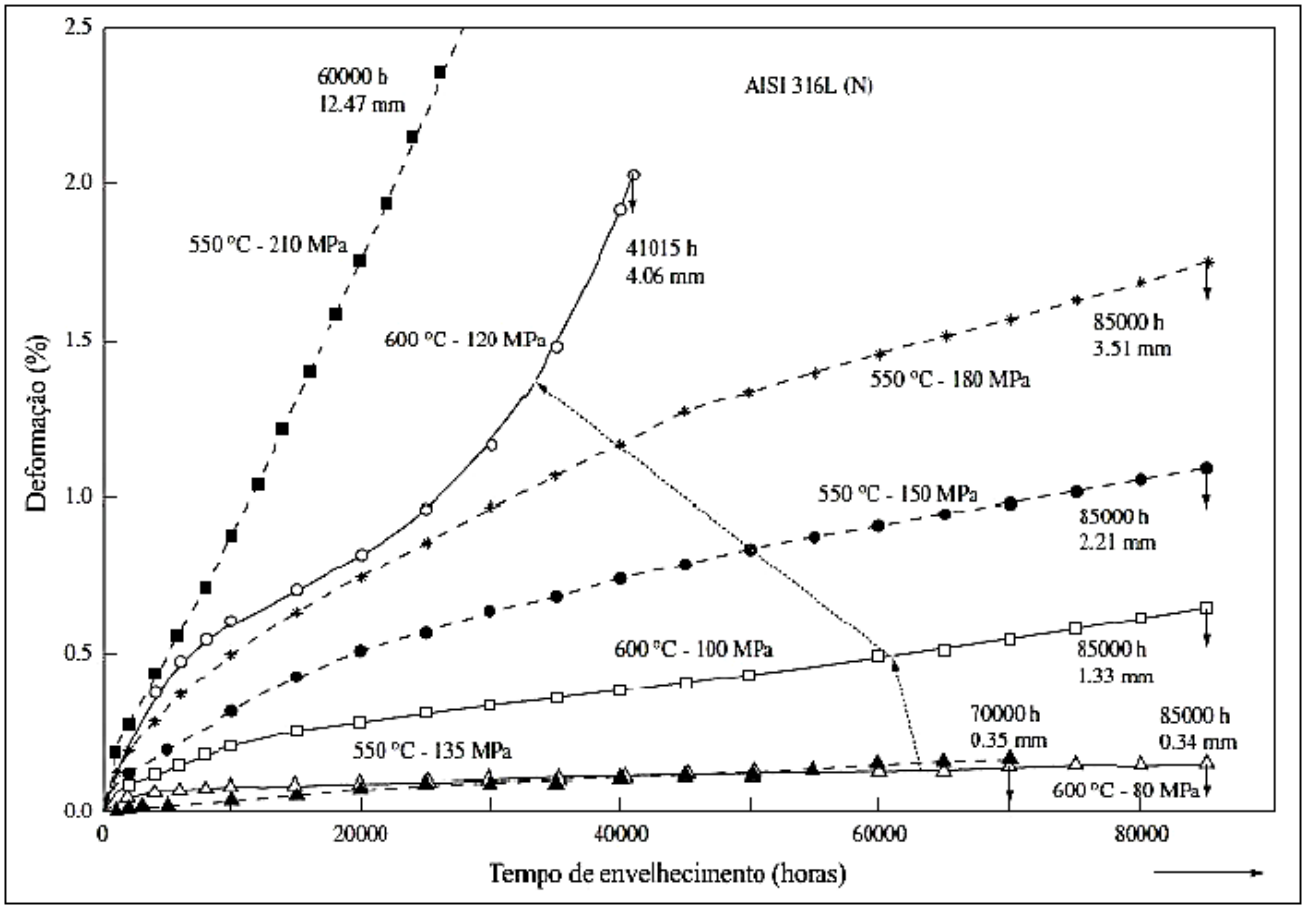


Figura 2.12 – Curvas de fluência do aço AISI 316L (N) em altas temperaturas (PLAUT; HERRERA, 2007).

Em virtude da sua microestrutura, os AIA's são os que melhor resistem à fluência em elevada temperatura. Ressalta-se que os elementos de liga têm uma notável relevância na resistência à fluência dos aços austeníticos. O teor de titânio entre 0,25% e 0,5% fornece melhor resistência à fluência, contudo, a ação do titânio depende da temperatura de fluência (KHATAK; RAJ, 2002).

As propriedades mecânicas mínimas de AIA's, à temperatura ambiente, são destacadas a seguir na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas mínimas de aços inoxidáveis austeníticos à temperatura ambiente, segundo a norma ASTM A240 (ASTM INTERNATIONAL. A 240, 2011).

Material		Designação UNS	LR (MPa)	LE (MPa)	ε (%) em 50 mm mín	HB máx
AISI TP	301	UNS S30100	515	205	40	217
AISI TP	304	UNS S30400	515	205	40	201
AISI TP	316	UNS S31600	515	205	40	217
AISI TP	316L	UNS S31603	485	170	40	217
AISI TP	316LN	UNS S31653	515	205	40	217
AISI TP	317	UNS S31700	515	205	40	217
AISI TP	317L	UNS S31703	515	205	40	217
AISI TP	317LN	UNS S31753	550	240	40	217
AISI TP	321	UNS S32100	515	205	40	217
AISI TP	347	UNS S34700	515	205	40	201
AISI TP	904L	UNS N08904	420	220	35	

Os AIA's combinam baixo limite de escoamento (LE) com alta resistência à tração (LR) e alongamento (ε) satisfatório, propiciando excelentes propriedades no que se refere ao trabalho a frio. Estes aços não podem ser endurecidos por tratamento térmico, contudo, têm aumentadas as resistências à tração (LR) e dureza por sua elevada capacidade de encruamento (KHATAK; RAJ, 2002). Ressalta-se que maiores valores de limite de escoamento (LE) e resistência à tração (LR) são devidos em grande parte aos efeitos do nitrogênio e carbono (IMOA, 2010; LEFFLER, 2010).

A diferença nas propriedades mecânicas de distintos aços inoxidáveis pode ser vista nas curvas de tensão *x* deformação representadas, a seguir, na Figura 2.13 (LEFFLER, 2010).

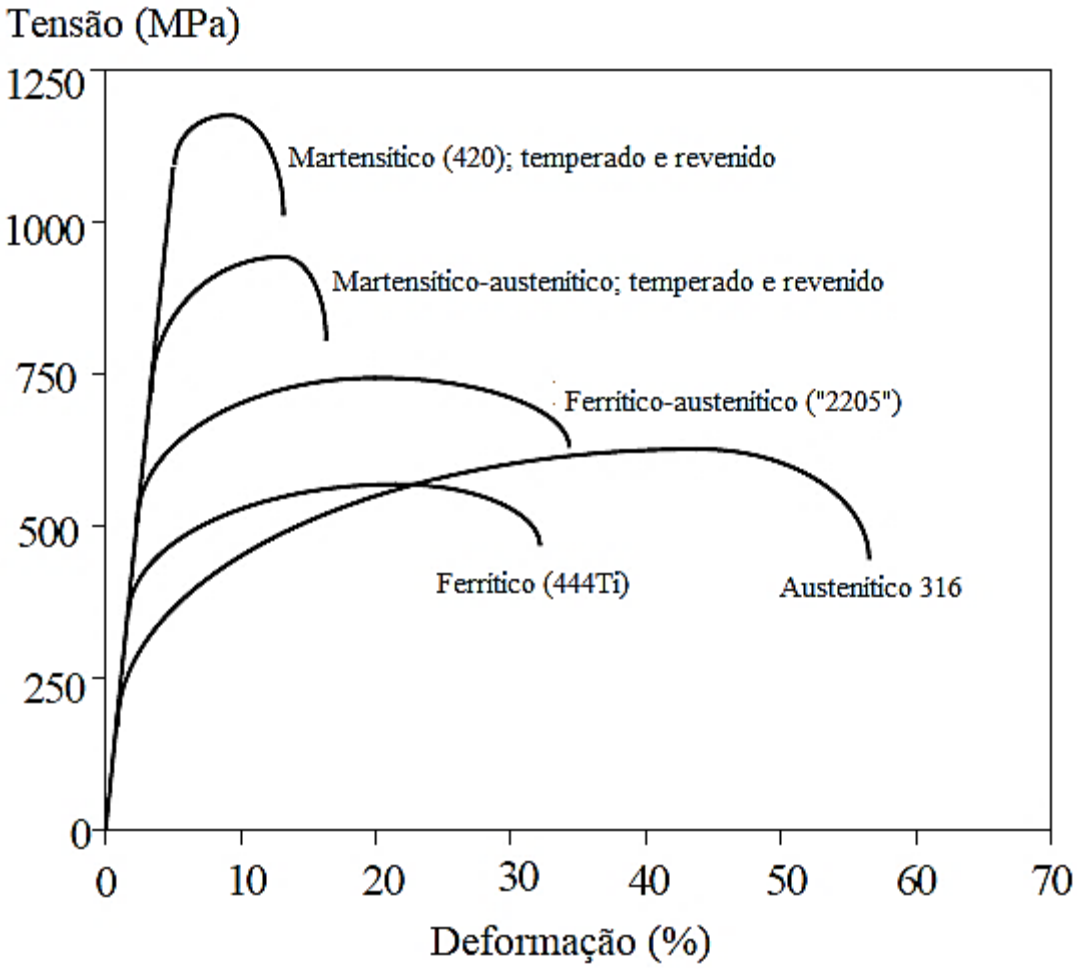


Figura 2.13 – Curvas de tensão-deformação para alguns aços inoxidáveis (LEFFLER, 2010).

A alta resistências à tração, porém baixa ductilidade dos aços martensíticos são evidentes, assim como o baixo limite de elasticidade e a excelente ductilidade dos austeníticos. Os aços ferríticos têm geralmente um limite de elasticidade um pouco maior que os aços austeníticos, enquanto que os aços ferrítico-austeníticos apresentam uma resistência ao escoamento sensivelmente mais elevada quando comparada aos aços austeníticos e ferríticos. A dureza dos diferentes tipos de aços inoxidáveis exibe consideráveis mudanças, variando de excelente tenacidade à todas as temperaturas para os aços austeníticos até o comportamento relativamente frágil dos aços martensíticos (LEFFLER, 2010).

2.2 O AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 317L

O aço austenítico AISI 317L, que possui teor de carbono limitado a 0,03% e percentual de molibdênio entre 3,00% e 4,00%, passou a ser requisitado por ter melhor resistência à fluência e a corrosão naftênica, quando comparado com outras classes de AIA's (YAE KINA *et al.*, 2008). Atualmente, o AISI 317L está sendo muito empregado em refinarias de petróleo, tendo vasta aplicação na confecção de tubos, vasos de pressão, válvulas e revestimentos tipo *"clad"*. Para algumas destas aplicações, a temperatura de serviço pode chegar a 450°C ou superior (NAGE *et al.*, 2007; FARNEZE, 2016; APERAM, 2015).

Em comparação aos aços tradicionais AISI 304L e AISI 316L, o AISI 317L é reconhecido por sua maior resistência à corrosão localizada. Várias instalações em refinarias estão sujeitas a ambientes agressivos e corrosivos do petróleo e seus derivados. Isto inclui serviços com soluções contendo cloretos, sulfatos, soluções de enxofre, compostos de hidrocarbonetos, ambientes nitrogenados e oxidantes. A corrosão acarreta um aumento nos custos de manutenção do equipamento, logo, é necessário usar materiais que tenham boa tenacidade e resistência para suportar altas pressões em temperaturas superiores à temperatura ambiente e que, portanto, sejam resistentes à corrosão. Assim, os AIA's podem ser selecionados para transportar e processar parte de tais fluidos corrosivos (FARNEZE; TAVARES *et al.*, 2017).

O AISI 317L possui uma melhor resistência à corrosão, em particular, na resistência ao pite quando relacionado ao AISI 316L. Este fato está associado ao teor mais elevado molibdênio apresentado pelo AISI 317L. Outras melhorias são alcançadas em um tipo modificado, o AISI 317LMN, que contém molibdênio no nível de 4,5%, assim como, nitrogênio em aproximadamente 0,15%. Tanto o AISI 317L quanto o AISI 317LMN têm níveis mais elevados de níquel, objetivando manter uma estrutura totalmente austenítica e, de mesmo modo, o nitrogênio age como um forte formador de austenita no AISI 317LMN (FARRAR, 2004; APERAM, 2015). Estas ligas são projetadas para ter melhor resistência à corrosão por pite que o AISI 316L e em termos de propriedades mecânicas, o AISI 317L é um pouco mais resistentes que o AISI 316L devido ao aumento do teor de molibdênio e, no caso de 317LMN, às adições de nitrogênio (FARRAR, 2004).

Apesar das qualidades inerentes ao aço AISI 317L, seu uso na indústria de processo esbarra em problemas metalúrgicos, devido à mudanças na microestrutura,

provocadas por elevadas temperaturas, aliado à precipitação de fases intermetálicas deletérias, tais como as fases sigma (σ) e chi (χ), acarretando a degradação das propriedades deste material, principalmente em aplicações expostas à elevadas temperaturas de serviço (VILLANUEVA *et al*., 2006; ESCRIBA *et al.*, 2007; ECKSTEIN *et al.*, 2011).

2.3 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS

2.3.1 Dureza de Campo por Impedância Ultrassônica de Contato

O ensaio de dureza através do método da impedância ultrassônica de contato (*UCI – Ultrasonic Contact Impedance*) é baseado no método Vickers, porém a área de impressão é medida eletronicamente com base no deslocamento de uma frequência ultrassônica. Esta técnica se fundamenta no registro da alteração da frequência de uma haste ressonante causada pela natureza elástica da área finita de contado entre a superfície de ensaio e o penetrador durante o ensaio. A metodologia de ensaios de dureza *UCI* está respaldada pela norma técnica da ASTM A1038 (FRANK, 2006; FRANK, 2011; THIAGO, 2011).

Uma das grandes questões referentes aos testes convencionais de dureza Vickers é a determinação das dimensões remanescentes no material ensaiado, oriundas da aplicação da carga pelo indentador. No ensaio de dureza pelo método da impedância ultrassônica de contato, as dimensões das diagonais provenientes do processo de indentação não são determinadas oticamente como nos ensaios convencionais, tais dimensões são detectadas eletronicamente através da medição de uma frequência ultrassônica (FRANK, 2006). A sonda *UCI* consiste principalmente de um diamante Vickers acoplado na ponta de uma haste metálica. Esta haste é excitada durante o ensaio na direção longitudinal através de um transdutor piezoelétrico na frequência de ressonância de aproximadamente 70kHz (FRANK, 2006; FRANK, 2011). A representação esquemática simplificada da sonda é exibida na Figura 2.14.

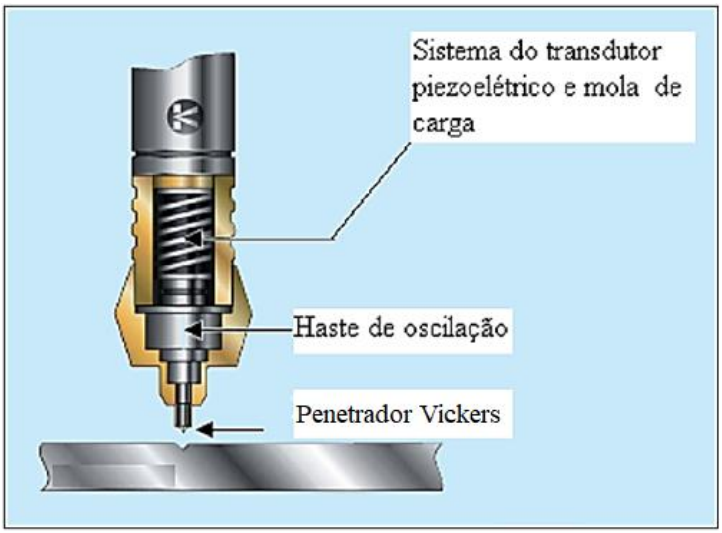


Figura 2.14– Representação esquemática da sonda de medição de dureza pelo método da impedância ultrassônica de contato (FRANK, 2006).

A carga de ensaio é aplicada na haste por meio da ação de uma mola, cuja ponta contendo o diamante Vickers penetra no material, criando, assim, um contato elástico que resulta em uma variação a frequência da haste. Tal variação está diretamente associada à superfície de contato do penetrador Vickers no material ensaiado e, por conseguinte, ao tamanho da indentação criada pelo ensaio. Deste modo, em materiais macios há uma maior penetração do diamante, acarretando grandes alterações na variação da frequência. Em outras palavras isso quer dizer que quanto mais macio for o material, maior será a profundidade de penetração e, consequentemente, maior será a variação da frequência (Δf), conforme indicado na equação 2.3 (FRANK, 2006; THIAGO, 2011; SOUZA, 2016).

$$\Delta f = f\,(E_{eff}, A);\ HV = p/A_i \qquad (2.3)$$

Δf = variação da frequência.

E_{eff} = módulo de elasticidade efetivo do material.

A_i = área da impressão.

HV = valor de dureza Vickers.

p = carga aplicada.

No gráfico da Figura 2.15, é possível observar a relação entre as variações de frequência registradas pela sonda do durômetro com a dureza Vickers.

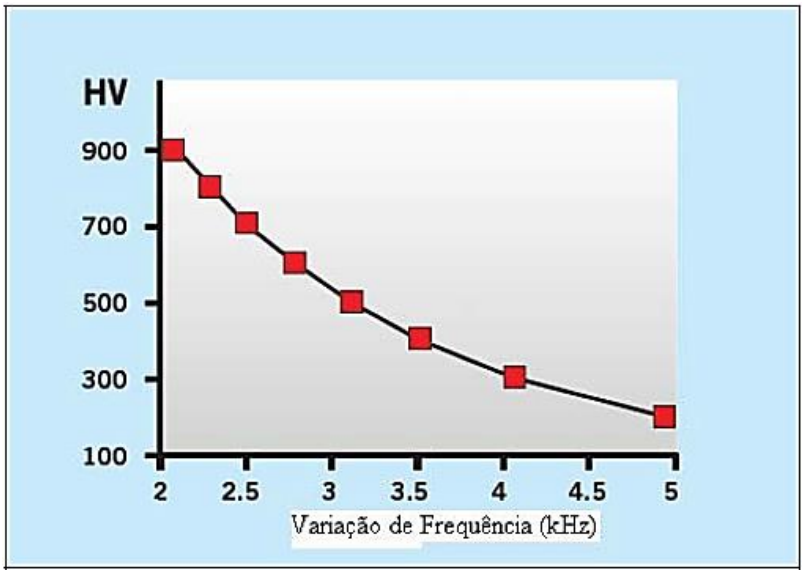


Figura 2.15 – Representação dureza *versus* frequência no registro da sonda de medição (FRANK, 2006).

2.3.2 Caracterização por Ensaios Eletromagnéticos – Noções básicas sobre magnetismo

Neste item, algumas técnicas de caracterização não destrutivas fundamentadas em medidas eletromagnéticas serão discutidas. Assim, para este estudo, destaca-se a relevância de medições através do levantamento de ciclos de histerese e Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) com o uso do permeâmetro.

Logo, faz-se relevante efetuar uma abordagem introdutória associada aos principais conceitos acerca do magnetismo. Sendo assim, este capítulo tem meramente o intuito de explicitar alguns conceitos pertinentes à interpretação dos resultados obtidos no vigente trabalho. É importante destacar que não se trata de uma discussão tão aprofundada sobre magnetismo. Entretanto, todo embasamento teórico e conceitual a respeito deste assunto pode ser encontrado na literatura clássica conveniente a tal estudo (JILES, 1991; FARIA; LIMA, 2005; CULLITY; GRAHAM, 2009; SPALDIN, 2011).

2.3.2.1 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; GRAHAM. 2008).

2.3.2.2 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 pólos magnéticos. Por convenção, a extremidade de um imã em forma de barra e livremente suspenso que aponta para o norte magnético é chamado de pólo norte, e o extremo oposto é chamado de pólo sul, conforme exibe a seguir a Figura 2.16 (SPALDIN, 2011).

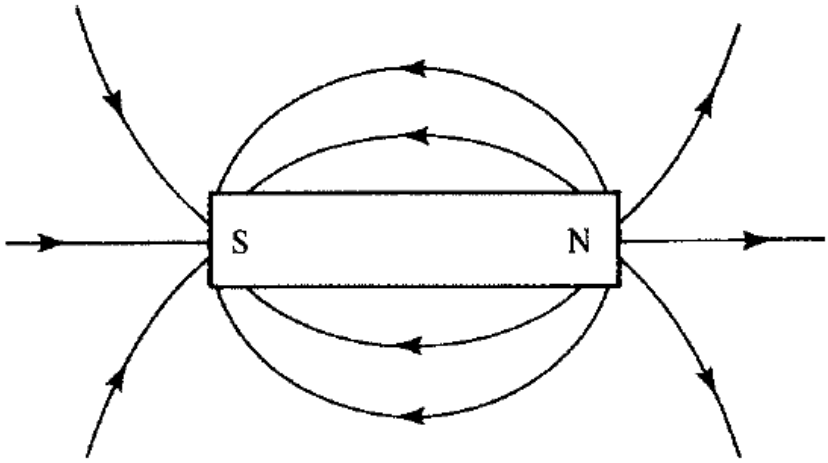


Figura 2.16 – Pólos magnéticos nos extremos de um ímã (CULLITY; GRAHAM, 2009).

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

No entorno de um imã em barra é possível observar o aparecimento de um campo magnético (H) (ver Figura 2.17) em virtude da dispersão de pequenas partículas de ferro distribuídas sobre um pedaço de papel ao redor do ímã, dispondo-se em linhas de campo e determinando, assim, a presença de um campo magnético (H) (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013). Cada partícula de ferro é magnetizada e age como uma pequena agulha de bússola, com seu longo eixo paralelo às linhas de campo (CULLITY; GRAHAM, 2009).

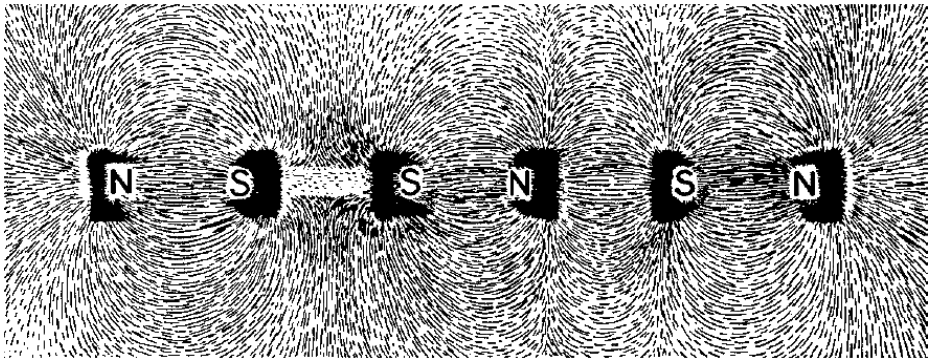


Figura 2.17 – Campo magnético gerado por partículas de ferro dispersas numa área afetada por imãs permanentes (CULLITY; GRAHAM, 2009).

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 pólos norte e sul. Na presente discussão, o momento magnético associado é representado por uma seta, como mostra a seguir a Figura 2.18 (CALLISTER, 2008).

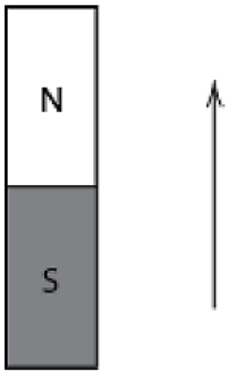


Figura 2.18 – Dipolo magnético (CALLISTER, 2008).

Ressalta-se, ainda, que os dipolos magnéticos de um material são influenciados na presença de um campo magnético externo cuja a 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 solenóide – cujo comprimento é maior que seu raio, também é capaz de produzir um campo magnético (H) (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013), como ilustrado na Figura 2.19, a seguir.

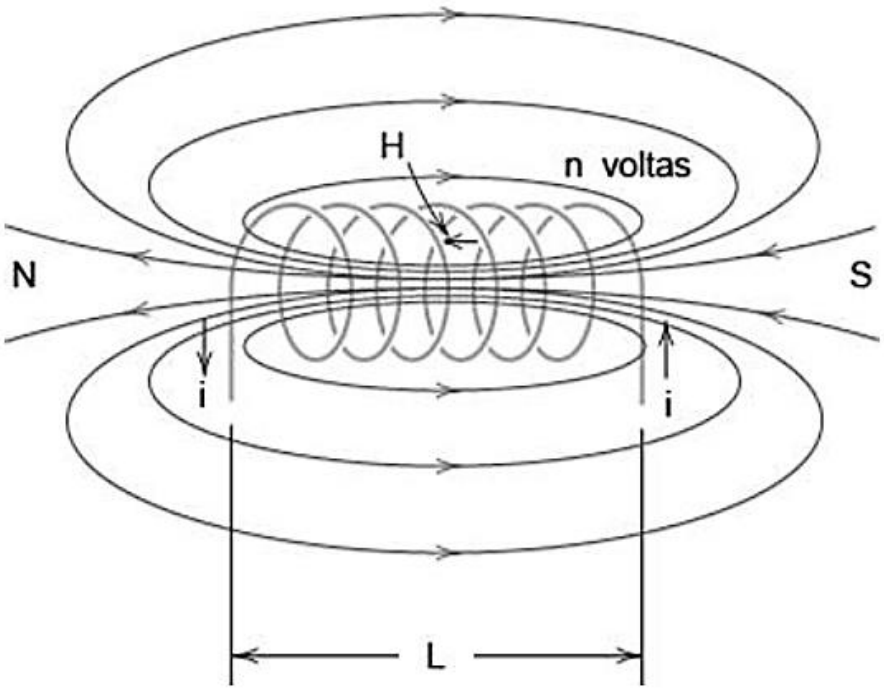


Figura 2.19 – Campo magnético (H) gerado pela corrente no interior de um solenóide (MORGAN, 2013).

O campo gerado no seu eixo é dado pela equação 2.4 (CULLITY; GRAHAM, 2009).

$$H = \frac{ni}{l} \tag{2.4}$$

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

2.3.2.3 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 solenóide, em que, verifica-se um aumento do campo magnético (H) na parte externa do solenóide. Tal fato observado é pertinente à soma do campo gerado pelo solenóide e do campo magnético da barra que se magnetizou, resultando assim um novo campo magnético chamado de indução magnética (B) (CULLITY; GRAHAM, 2009; GRIJALBA, 2010).

A equação 2.5 relaciona B e H expressos em unidades SI (CULLITY; GRAHAM, 2009):

$$B = H + 4\pi M \tag{2.5}$$

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 2.6.

$$M = \frac{m}{V} \tag{2.6}$$

A relação entre B, H e M em SI é expressa pela equação 2.7 (GRIJALBA, 2010).

$$B = \mu_0 (H + M) \tag{2.7}$$

Onde $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ [*Tm/A*] é a permeabilidade magnética no vácuo que é uma constante universal.

A seguir, a Tabela 2.4 exibe algumas magnitudes magnéticas e suas respectivas unidades.

Tabela 2.4 – Magnitudes magnéticas e suas unidades (CALLISTER, 2008).

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	

2.3.2.4 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 2.8 (JILES,1991; SPALDIN, 2011).

$$\chi_m = \frac{M}{H} \tag{2.8}$$

2.3.2.5 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 2.9 (JILES, 1991; SPALDIN, 2011).

$$\mu = \frac{B}{H} \tag{2.9}$$

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 2.8, visto que, campo magnético (H) no vácuo é dado pela equação 2.10 (CALLISTER, 2008).

$$H = \frac{B_0}{\mu_0} \tag{2.10}$$

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 2.11 (JILES, 1991; CALLISTER, 2008).

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \tag{2.11}$$

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).

2.3.2.6 Magnetismo em materiais

Distintos materiais magnéticos são classificados de acordo com sua permeabilidade magnética (μ) (MORGAN, 2013).

Considerando,

$$\mu = \mu_0 \, . \, \mu_r$$

E

$$\mu_r = 1 + \chi_m$$

Obtém-se a equação 2.12 (GRIJALBA, 2010):

$$\mu = \mu_0 . (1+ \chi_m) \quad (2.12)$$

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 2.20 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).

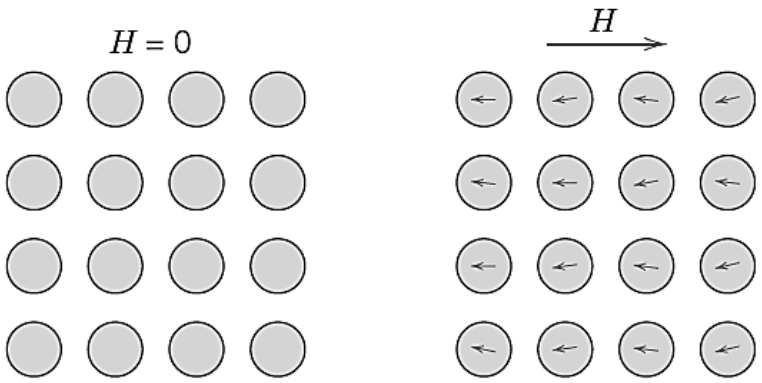


Figura 2.20 – Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem campo magnético (CALLISTER, 2008).

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 (χ_m) 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 2.21.

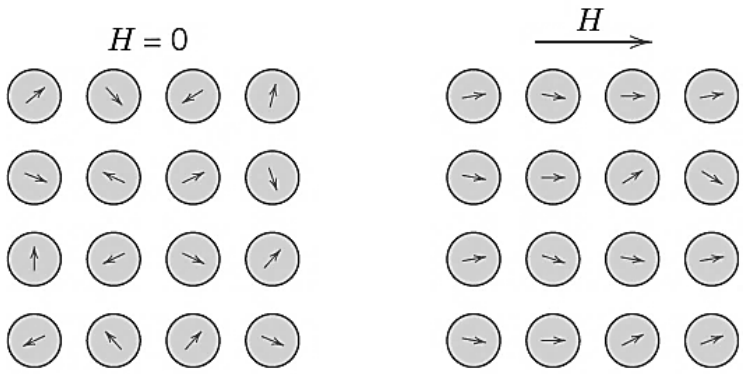


Figura 2.21 – Configuração de dipolo atômico com e sem um campo magnético externo para um material paramagnético (CALLISTER, 2008).

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 10^4, 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 a domínios magnéticos esses grupos, de átomos ou moléculas, que atuam como um pequeno ímã permanente. A Figura 2.22 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).

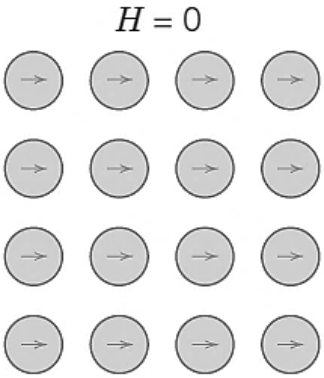


Figura 2.22 – Ilustração esquemática do alinhamento mútuo de dipolos atômicos para um material ferromagnético, que existirá mesmo na ausência de um campo magnético externo (CALLISTER, 2008).

A Figura 2.23 mostra a curva de indução magnética (B) em relação ao campo magnético (H) de cada um desses materiais.

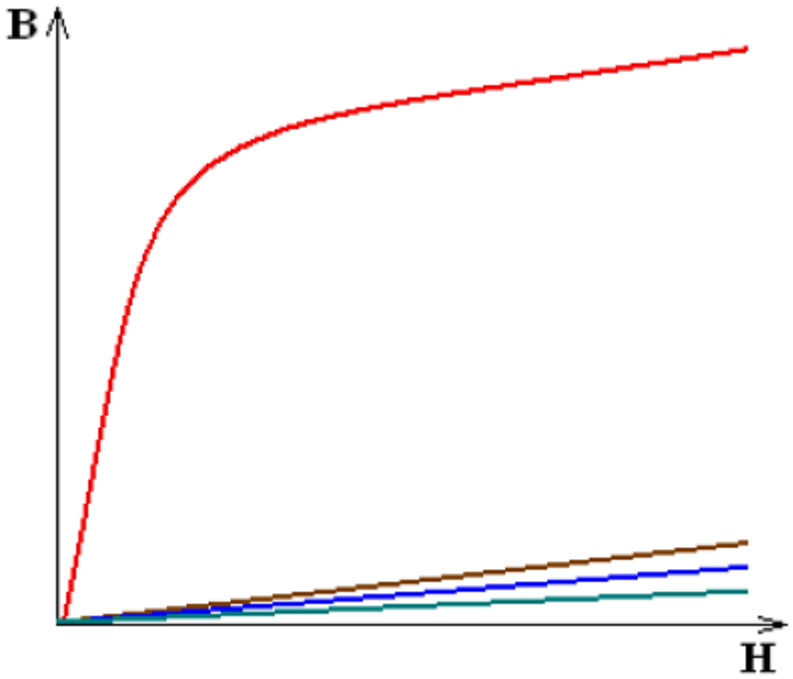


Figura 2.23 – Curvas B *x* H de três materiais, um diamagnético (linha verde), um paramagnético (linha marrom) e um ferromagnético (linha vermelha). A linha azul é a resposta de B no ar (GRIJALBA, 2010).

A linearidade dos materiais paramagnéticos e diamagnéticos pode ser notada no gráfico, enquanto o comportamento de um material ferromagnético típico é não-linear. Materiais diamagnéticos e paramagnéticos são considerados não-magnéticos por exibir magnetização quando estão somente na presença de um campo magnético (H) externo. Além disso, para ambos, a densidade de fluxo (B) no seu interior é quase a mesma que

seria no vácuo, embora, a rigor, somente o vácuo possa ser considerado não-magnético (FARIA; LIMA, 2005; CALLISTER, 2008).

2.3.2.7 Estrutura Magnética

Devido ao arranjo dos momentos magnéticos atômicos do material, podem os materiais ferromagnéticos existir no estado magnetizado como também no estado desmagnetizado. Os átomos se comportam tal qual um ímã permanente minúsculo e seu alinhamento ocorre de forma espontânea e paralela aos seus vizinhos em regiões do material. Sendo assim, referem-se aos domínios magnéticos as regiões onde há o predomínio de somente um alinhamento magnético. Apesar de tais regiões estarem magnetizadas espontaneamente em uma direção, os domínios magnéticos no material se dispõem uns em relação aos outros de modo a minimizar a energia global do sistema. Ressalta-se, ainda, que tanto materiais paramagnéticos quanto ferromagnéticos dependem de elétrons desemparelhados, todavia, apenas os ferromagnéticos possuem a formação de domínios (NORIS, 2017).

2.3.2.7.1 Momentos magnéticos

As propriedades magnéticas macroscópicas dos materiais são consequência dos momentos magnéticos que estão associados aos elétrons individuais. Alguns desses conceitos são relativamente complexos. Portanto, enfatiza-se que foi necessário realizar simplificações tendo em vista que alguns princípios quânticos-mecânicos pertinentes a este assunto estão além do propósito desta discussão (CALLISTER, 2008).

Deste modo, convém destacar que cada elétron em um átomo possui momentos magnéticos que se originam de duas fontes. A primeira está relacionada ao movimento orbital de um elétron ao redor do núcleo atômico (translação). Admitindo uma carga em movimento, um elétron pode ser considerado um pequeno circuito circular com corrente, gerando um campo magnético muito pequeno e que possui um momento magnético ao longo de seu eixo de rotação, de acordo com esquema ilustrado na Figura 2.24(a). E a segunda considera o elétron como se estivesse girando em torno de seu eixo (*spin* do elétron), em que, outro momento magnético é originado na rotação do elétron,

sendo direcionado ao longo do eixo de rotação, conforme a Figura 2.24(b) (CALLISTER, 2008; CULLITY; GRAHAM, 2009; JILES, 1991).

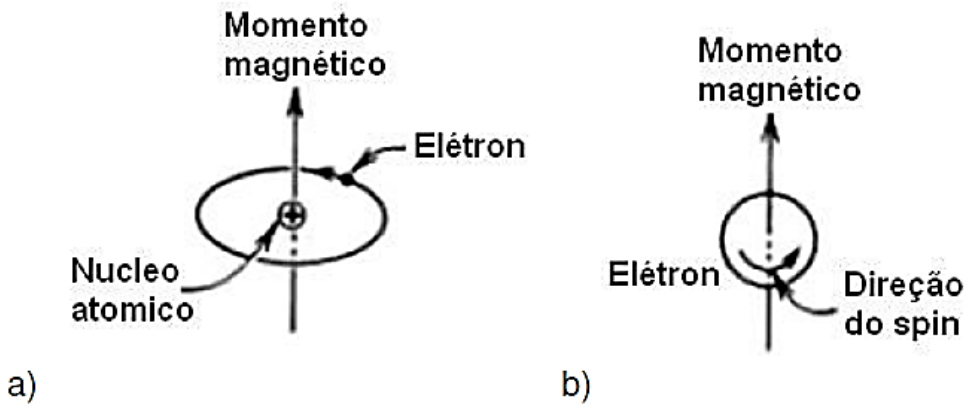


Figura 2.24 – Momentos magnéticos atômicos. (a) Momento de translação. (b) Momento de rotação (CALLISTER, 2008).

Os átomos contêm muitos elétrons, cada um girando em torno de seu próprio eixo (rotação) e movendo-se em sua própria órbita (translação). O momento magnético associado a cada tipo de movimento é uma grandeza vetorial, paralela ao eixo de rotação e normal ao plano da órbita, respectivamente. O momento magnético do átomo é a soma vetorial de todos os seus momentos eletrônicos (CULLITY; GRAHAM, 2009), em que resultam duas possibilidades:

1. Um par de elétrons (com *spins* contrários) cabe em cada orbital atômico, isto é, apresenta direções de magnetização opostas. Consequentemente, o campo de um elétron anula o do outro, visto que, orbitais completos não resultam em campo magnético. E, sendo assim, os materiais em que estrutura atômica dispõe de orbitais completos, possuem uma resposta fraca a um campo magnético aplicado, persistindo apenas enquanto está presente o campo externo: característica dos materiais diamagnéticos (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013; CULLITY; GRAHAM, 2009).

2. Materiais com orbitais incompletos apresentam momento magnético atômico diferente de zero. Destacam-se, neste caso, os materiais paramagnéticos e ferromagnéticos. Caracterizados devido a seus momentos magnéticos orientados em uma direção definida, os materiais ferromagnéticos, tendem a se alinhar numa só direção, formando regiões chamadas de “domínios magnéticos”, tema a ser tratado no

item 2.3.2.7.2 a seguir (GRIJALBA, 2010; MORGAN, 2013; CULLITY; GRAHAM, 2009).

2.3.2.7.2 Origem dos domínios magnéticos

Materiais ferromagnéticos podem existir, tanto no estado magnetizado, quanto no desmagnetizado, e isto se deve ao arranjo (alinhamento) dos momentos magnéticos atômicos no material. Cada átomo se comporta como um minúsculo ímã permanente e, espontaneamente, se alinha paralelamente a seus vizinhos em regiões dentro do material. Estas regiões, nas quais predomina um só alinhamento magnético, são chamadas domínios magnéticos (FARIA; LIMA, 2005). Em cada domínio, os momentos estão orientados em uma mesma direção (*direção de fácil magnetização*) de forma espontânea. Esta orientação é função da temperatura de Curie (T_c), a qual está definida como a temperatura sobre a qual a excitação térmica é grande o suficiente para eliminar a organização espontânea (MORGAN, 2013). Embora estas regiões estejam espontaneamente magnetizadas em uma direção, os domínios no material estão dispostos aleatoriamente uns em relação aos outros, de maneira a minimizar a energia global do sistema, como representado esquematicamente na Figura 2.25 (FARIA; LIMA, 2005).

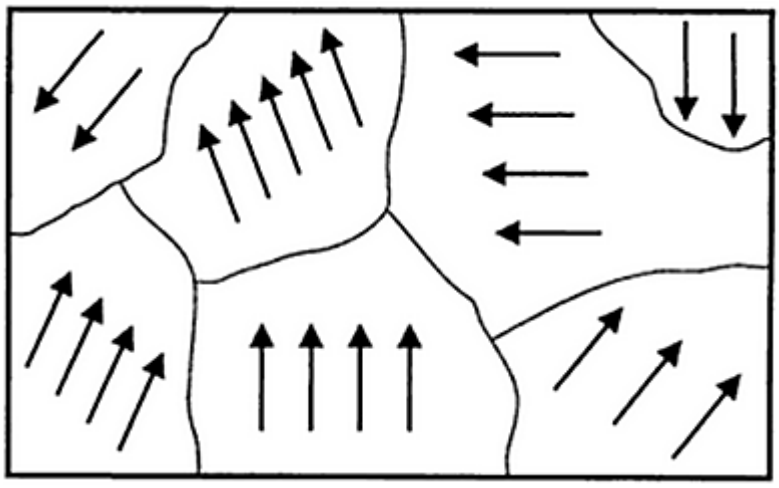


Figura 2.25 – Representação da estrutura dos domínios magnéticos dispostos aleatoriamente em um material policristalino. Neste caso cada grão monocristalino contém um único domínio magnético. Nesta condição o material está desmagnetizado, ou seja, não produz um campo magnético externo (FARIA; LIMA, 2005).

A energia total de um material ferromagnético pode ser escrita através do balanço das energias envolvidas neste processo. Quatro energias básicas estão envolvidas no ferromagnetismo e a energia total é dada por (FARIA; LIMA, 2005):

$$E = E_{troca} + E_{magnetostática} + E_{anisotrópica} + E_{magnetostritiva}$$

Um sistema sempre tende para o estado de menor energia e, para que a energia de um material ferromagnético seja mínima, deve haver a formação de domínios magnéticos em seu interior. Assim, a *energia de troca* será minimizada quando todos os momentos de dipolo atômicos estiverem alinhados paralelamente. Por outro lado, a energia de um campo magnético produzido pelo material, ou a *energia magnetostática*, será mínima quanto menor for este campo externo. A *energia anisotrópica* será minimizada quando a magnetização for feita em certas direções cristalográficas, chamadas de "fácil magnetização". Finalmente, a energia associada à deformação de um corpo, provocada pela ação de um campo magnético (*magnetostrição*), será minimizada quando o material estiver orientado de tal maneira que ocorrerão mudanças em suas dimensões ao longo do eixo de magnetização (FARIA; LIMA, 2005; SPALDIN, 2011).

No caso de não existir uma magnetização externa ou residual, os domínios estão orientados aleatoriamente, de maneira tal que a soma de todos os momentos magnéticos é zero. Entre domínios opostos existem regiões de transição denominadas *paredes de domínio*, nas quais os momentos giram de acordo com à direção do domínio magnético adjacente (MORGAN, 2013). Os domínios são classificados conforme a orientação relativa dos domínios vizinhos, com paredes de 180° e paredes de 90° (ver Figura 2.26) (MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010).

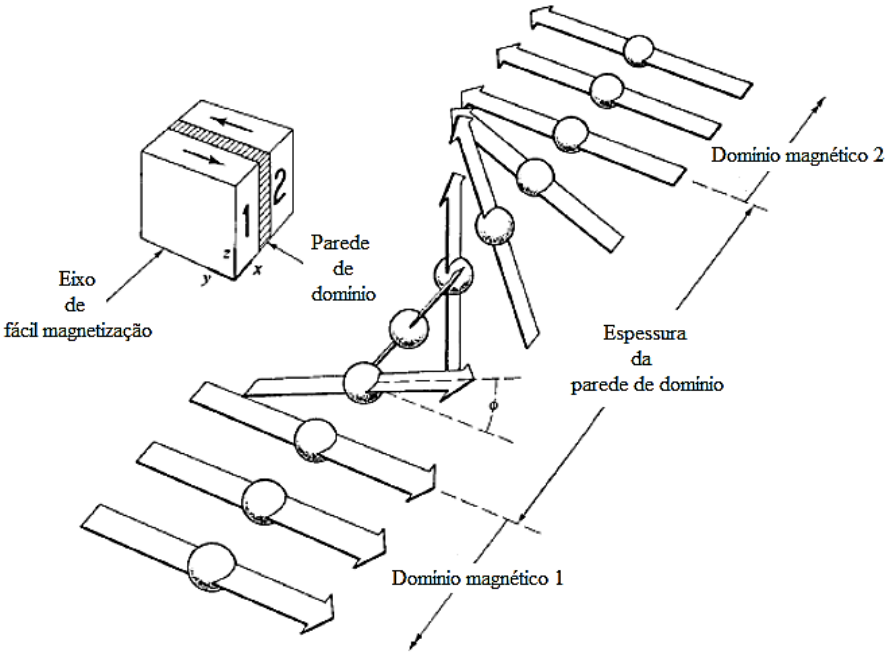


Figura 2.26 – Estrutura de parede de domínio de 180° (CULLITY; GRAHAM, 2009).

2.3.2.7.3 Paredes de domínio e processo de magnetização

As paredes de domínio são interfaces entre regiões em que a magnetização espontânea tem direções diferentes. Representam um estado de energia mais elevado que uma região uniformemente magnetizada, uma vez que, dentro da parede a magnetização deve mudar de direção, a partir de uma direção cristalográfica de fácil magnetização para outra, provocando um aumento na energia de troca. Pode-se, a princípio, imaginar que essa mudança seja abrupta, ocorrendo de um átomo para outro (CULLITY; GRAHAM, 2009; RUBINSTEIN, 1962). O primeiro exame teórico da estrutura de uma parede de domínio foi feito por F. Bloch em 1932, e as paredes de domínio são consequentemente chamadas de paredes de Bloch (CULLITY; GRAHAM, 2009; SPALDIN, 2011).

A facilidade com que as paredes de domínios se movimentam e giram está relacionada com a energia magnetostática total, que varia com o tamanho, forma e a microestrutura do material. A movimentação é afetada pela presença de tensões e defeitos como, vazios, inclusões, partículas de segunda fase, discordâncias, defeitos pontuais e contornos de grão. Os movimentos e rotações das paredes podem ser reversíveis ou irreversíveis dependendo igualmente destas condições. Os defeitos que

atuam como barreiras na movimentação das paredes de domínio, são conhecidas como “pontos de ancoragem” (GRIJALBA, 2010). Na sequência, destacam-se as Figuras 2.27e 2.28.

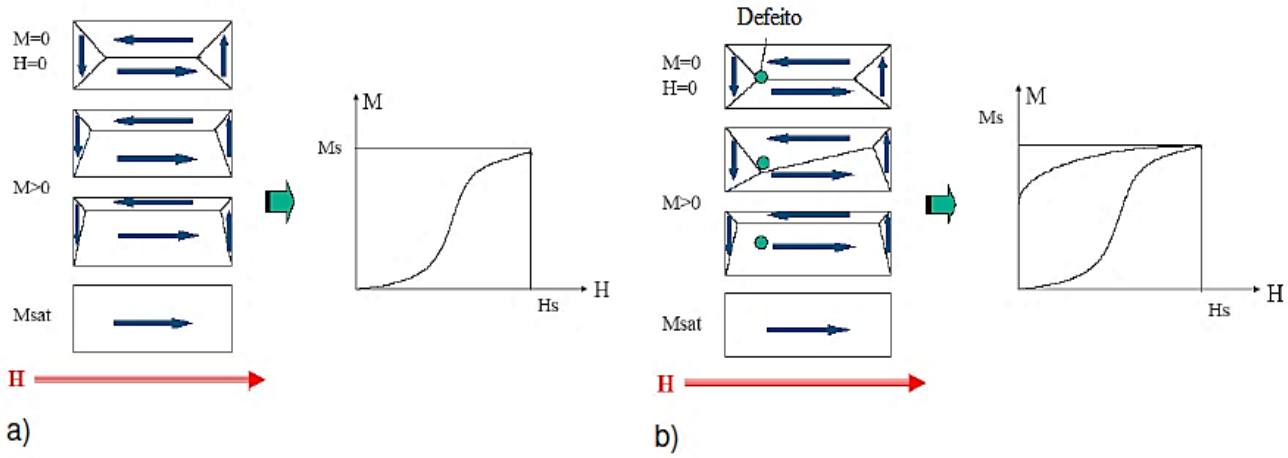


Figura 2.27 – Movimento das paredes dos domínios. a) Reversível. b) Irreversível (GRIJALBA, 2010).

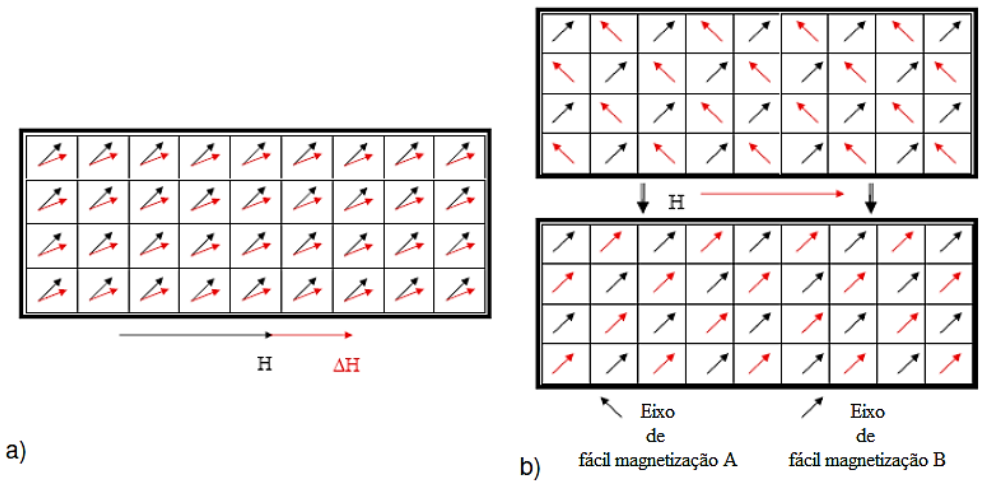


Figura 2.28 – Rotação dos domínios. a) Reversível. b) Irreversível. A e B são direções de eixos de fácil magnetização (GRIJALBA, 2010).

Com o aumento do campo magnético (H), a energia potencial da parede que fica ancorada no defeito, cresce, até um valor suficiente para conseguir ultrapassá-lo. Em seguida a parede se movimenta rapidamente até que, mais uma vez, fica ancorada em

um novo defeito. Portanto, o processo de magnetização não é contínuo, ou seja, se compõe de pequenos saltos produzidos pela movimentação das paredes de domínio de defeito em defeito (GRIJALBA, 2010). Estes saltos produzem um fenômeno magnético, representado na Figura 2.29, em que se observa uma ampliação de parte da curva de magnetização, cujas mudanças bruscas na magnetização são produzidas pelo chamado "Efeito de Barkhausen" (SPALDIN, 2011).

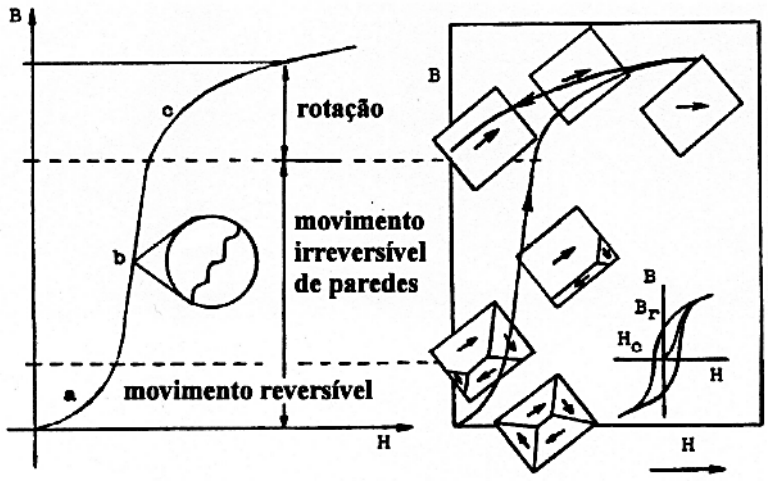


Figura 2.29 – Crescimento e rotação dos domínios na curva de magnetização (PARDAL, 2009).

2.3.2.7.4 Curvas de histerese magnética

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 2.30.

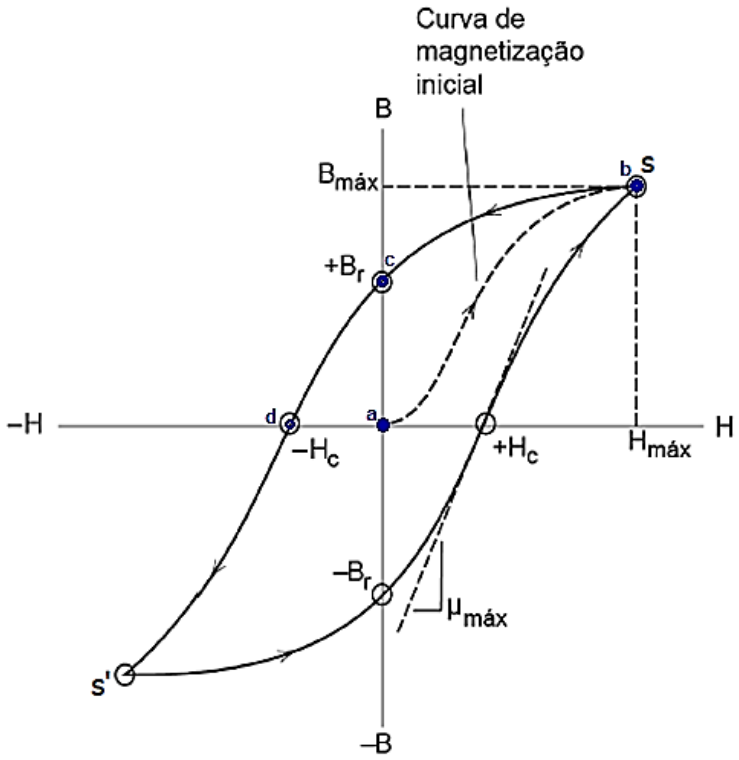


Figura 2.30 – Densidade do fluxo magnético (B) em função da intensidade do campo magnético (H) para um material ferromagnético que está sujeito à saturações avante e reversa, respectivamente os pontos S e S'. A remanência (B_r) e a força coercitiva (H_c) também estão mostradas (adaptado de CALLISTER, 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 2.30, 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 2.31 (MORGAN, 2013).

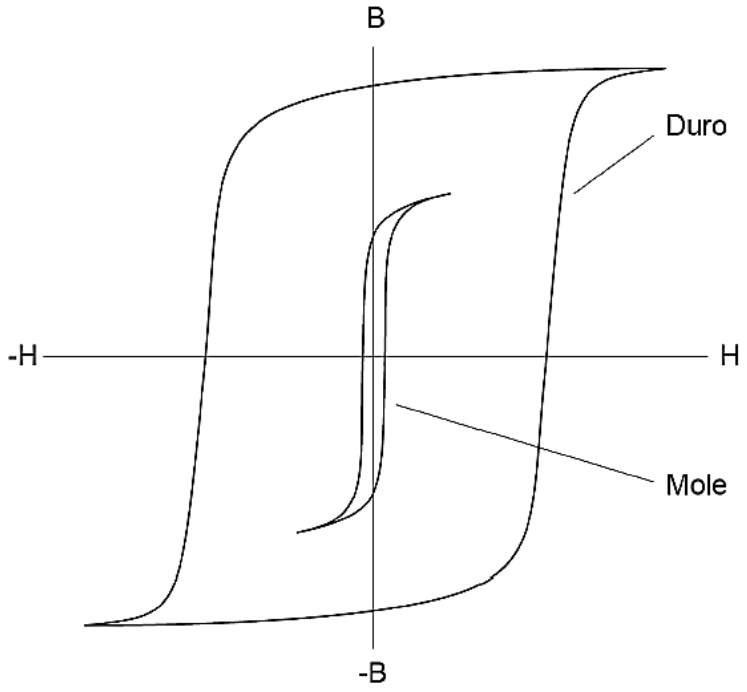


Figura 2.31 – Curvas de magnetização esquemáticas para materiais magnéticos moles e duros (CALLISTER, 2008).

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 familiar 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 2.31. 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).

2.3.3 Ruído Magnético de Barkhausen (RMB)

O fenômeno de mudanças descontínuas na densidade de fluxo (B) de materiais ferromagnéticos, sob a aplicação de um campo magnético variável, chama-se Efeito de Barkhausen (MANH; CALEYO *et al.*, 2018). De modo mais preciso, o Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) é produzido por mudanças abruptas na orientação e nas dimensões do domínio magnético, que ocorrem durante o seu deslocamento, baseia-se na detecção de um sinal gerado em materiais ferromagnéticos submetidos a um campo magnético variável (HUALLPA; MONLEVADE *et al.*, 2016; PÉREZ-BENÍTEZ; ESPINA-HERNÁNDEZ *et al.*, 2013). Este fenômeno foi descoberto, em 1919, pelo pesquisador alemão Heinrich Barkhausen (GRIJALBA, 2010).

A maioria dos eventos Barkhausen é produzido pelo movimento irreversível de paredes de domínio de 180°, e acontecem na região de maior inclinação da curva de magnetização. No avanço do processo de magnetização, outros fatores começam a contribuir, incluindo o movimento de paredes de 90°, rotação de domínios, e aniquilação de paredes. Assim que o processo se aproxima da saturação magnética, o movimento de paredes desaparece (GRIJALBA, 2010; NORIS; PADOVESE *et al.*, 2019).

Durante o processo, a maior parte dos saltos é produzida pela movimentação irreversível das paredes de domínio de 180°, na medida em que elas se deslocam, ultrapassando os pontos de ancoragem. O RMB é mais pronunciado na parte mais inclinada do laço e diminui de maneira drástica ao alcançar a saturação magnética, pois neste ponto a movimentação de paredes desaparece. Durante o ciclo de histerese magnética, as mudanças na indução do material ocorrem de maneira discreta sem importar a frequência de magnetização. A localização, do máximo de pulsos que compõem o RMB, encontra-se pouco antes do campo coercitivo (H_c) (MORGAN, 2013). A variação na amplitude do RMB no laço de histerese durante um ciclo de excitação magnética é ilustrada na Figura 2.32.

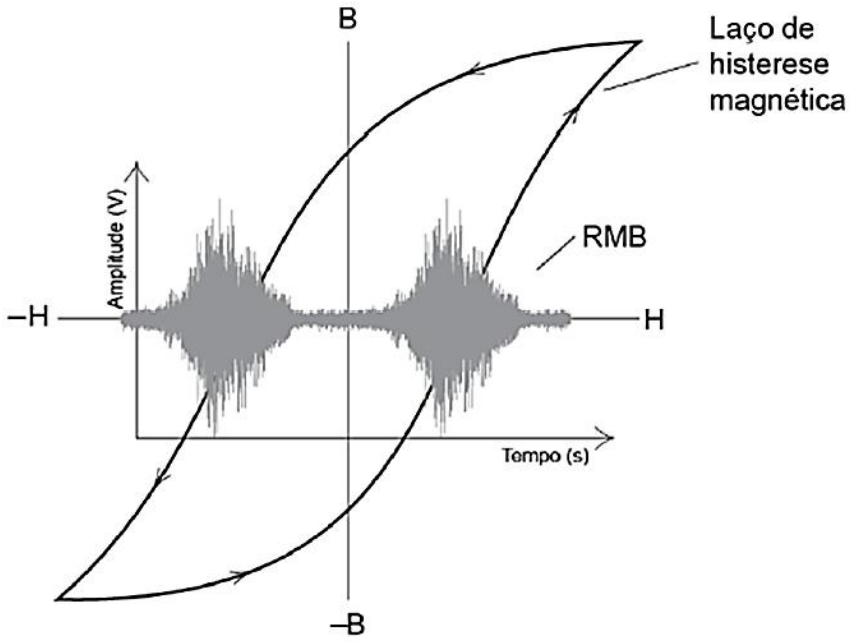


Figura 2.32 – Representação do RMB associada ao ciclo de histerese (MORGAN, 2013).

2.3.3.1 Configuração experimental para a obtenção do sinal RMB

Ao realizar experimentos, Barkhausen detectou que durante o processo de magnetização de uma barra de ferro, pulsos de tensão elétrica de curta duração são induzidos em uma bobina enrolada em torno da barra. Esses pulsos foram detectados como cliques audíveis ou ruído, com o auxílio de um alto-falante e, a partir de então, para a caracterização de materiais magnéticos estes ruídos têm sido utilizados (GRIJALBA; PADOVESE, 2018; DUCHARNE; LE *et al.*, 2017; NORIS; PADOVESE

et al., 2019). O experimento original de Barkhausen pode ser demonstrado com o aparato exibido, a seguir, na Figura 2.33.

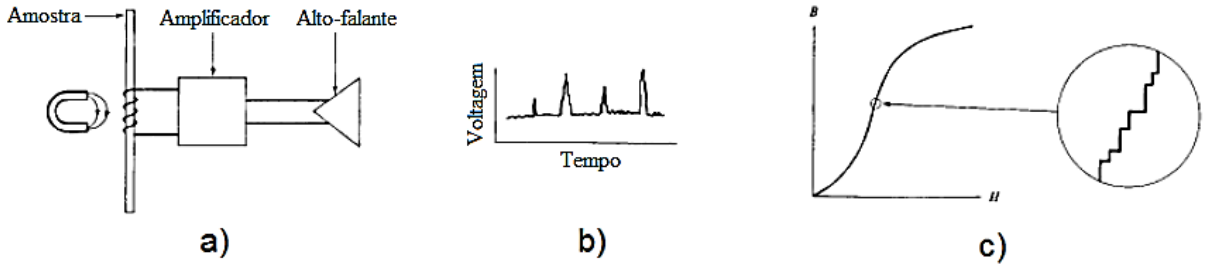


Figura 2.33 – (a) Experimento original de Barkhausen. (b) Saltos de voltagem registrados pela bobina, (c) devidos a um processo de indução descontínuo (CULLITY; GRAHAM, 2009).

No aparato da Figura 2.33(a) uma bobina é enrolada em uma barra de ferro (amostra) e conectada através de um amplificador a um alto-falante. Ao colocar um ímã permanente próximo à amostra os saltos de voltagem induzidos na bobina enrolada em torno da barra são amplificados através do alto-falante. Se a bobina estivesse conectada a um osciloscópio, em vez de um alto-falante, seriam observados saltos de voltagem registrados pela bobina, como na Figura 2.33(b) (PARDAL, 2009; MORGAN, 2013; CULLITY; GRAHAM, 2009). Comumente, para captar descontinuidades da densidade de fluxo (B) são utilizadas bobinas leitoras de indução como elementos sensores. Estas bobinas são constituídas por um enrolamento com grande número de voltas de fio condutor elétrico, usualmente de cobre. A sua voltagem é dada pela Lei de Faraday-Lenz conforme a equação 2.13 (BOHN, 2009; SERNA-GIRALDO; PADOVESE, 2015; NESLUŠAN; ČÍŽEK *et al.*, 2018).

$$V = -Nd\phi/dt \tag{2.13}$$

Onde N representa o número de espiras da bobina e $d\phi/dt$ é a taxa de variação do fluxo magnético, produzido por mudanças súbitas e irreversíveis da magnetização, chamadas de saltos Barkhausen (Figura 2.33(c)), principalmente devido ao movimento irregular das paredes de domínio em um meio magnético desordenado, um resultado da interação entre as paredes de domínio e centros de aprisionamento (*pinning centers*), tais como defeitos, impurezas, discordâncias, contornos de grãos, tensões localizadas,

flutuações na composição, entre outros (BOHN, 2009; SERNA-GIRALDO; PADOVESE, 2015; NESLUŠAN; ČÍŽEK *et al.*, 2018).

No caso de as bobinas serem utilizadas para obter a resposta magnética de um material, como por exemplo do RMB, o campo de excitação deve apresentar uma variação temporal que pode ser produzida ao usar um campo alternante (H_a) com uma frequência de variação do campo dada pela equação 2.14 (MORGAN, 2013).

$$H_a = H \, . \, sin(2\pi ft) \tag{2.14}$$

A Figura 2.34 ilustra a resposta em frequência típica de uma bobina leitora de indução. O ponto para o qual a resposta da bobina é máxima em função de uma determinada frequência se denomina frequência de ressonância. Estas bobinas constituem por excelência o sensor RMB (MORGAN, 2013).

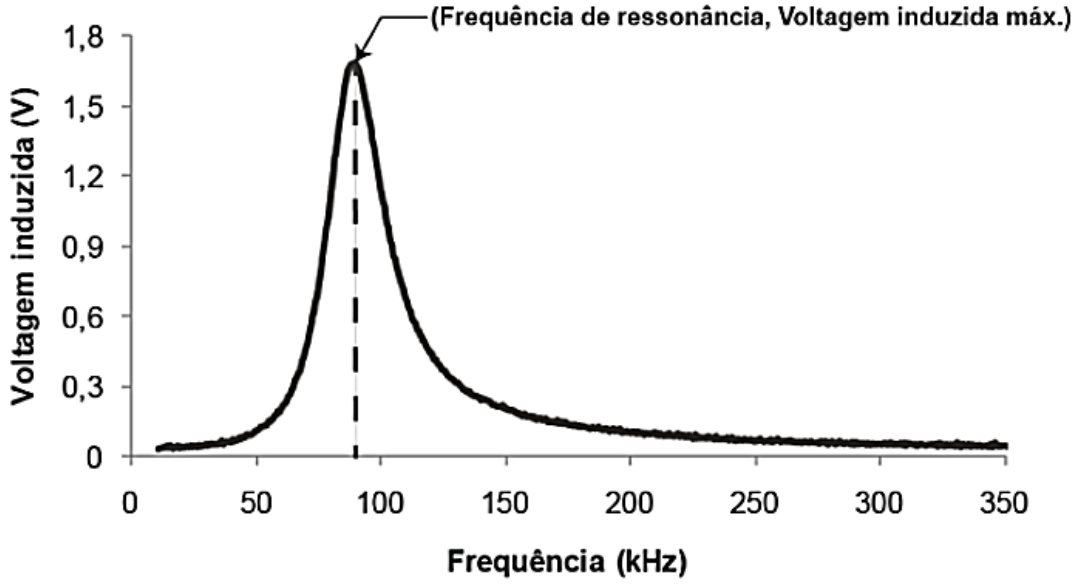


Figura 2.34 – Resposta em frequência típica de uma bobina leitora de indução (MORGAN, 2013).

Um esquema da configuração experimental para aquisição do sinal de Barkhausen é fornecido pela Figura 2.35, esta exibe a disposição experimental clássica para a medição do RMB composta por um eletroímã para a excitação magnética e uma bobina leitora. Ressalta-se que uma onda senoidal que passa através de um amplificador de corrente gera a magnetização do eletroímã, visto que, este está localizado na superfície de uma amostra ferromagnética (MORGAN, 2013).

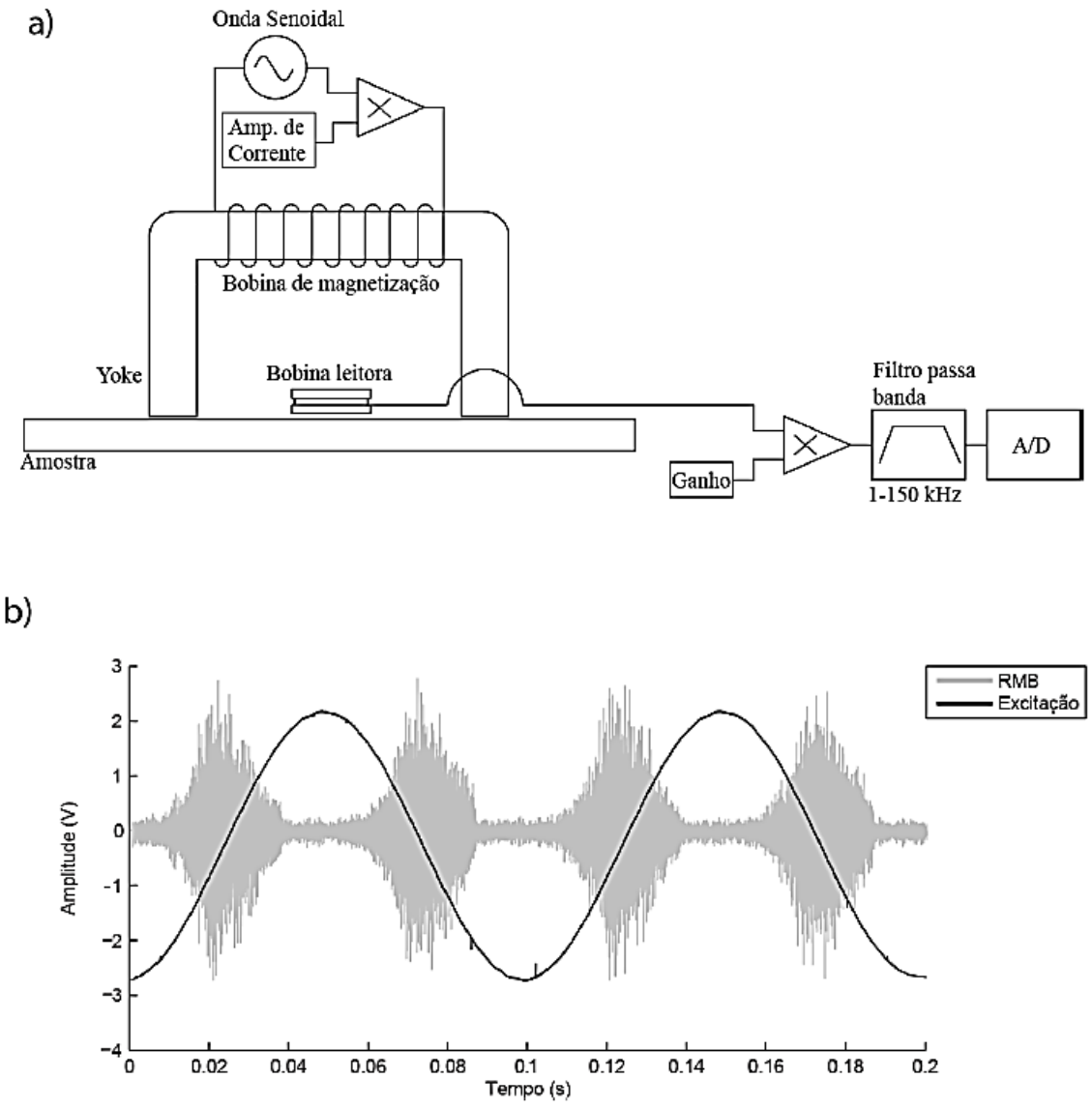


Figura 2.35 – (a) Equipamento para ensaios RMB. (b) Sinais de resposta típicos (MORGAN, 2013).

A base de um sistema da medida de RMB é uma sonda que se compõe de um yoke eletromagnético, o qual produz o campo magnético alternado sobre a amostra, e uma bobina leitora que é responsável por detectar o sinal de RMB (GRIJALBA, 2010).

A Figura 2.36 mostra um esquema da sonda típica de RMB.

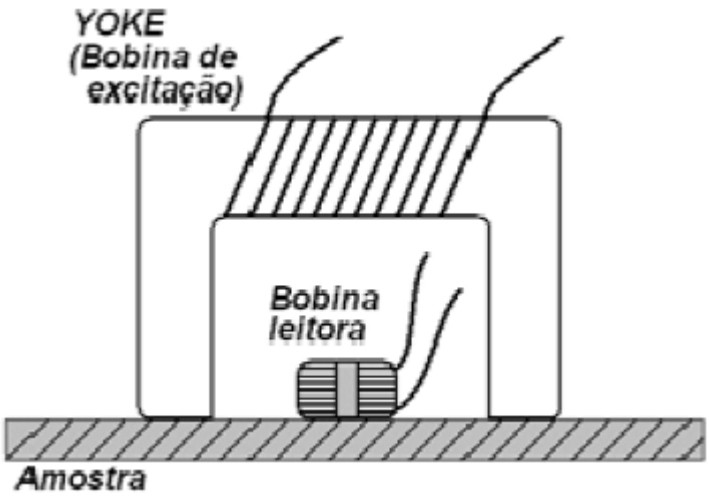


Figura 2.36 – Sonda de medição do RMB (GRIJALBA, 2010).

A magnetização alternante, tipicamente com frequências entre 1Hz e 50Hz, gera mudanças na estrutura magnética do material que acontecem na escala atômica, gerando transientes magnéticos em frequências superiores a 1kHz, os quais são captados na superfície por uma bobina leitora, localizada entre os pólos do yoke. Devido às diferenças entre as frequências de excitação e a resposta magnética é possível isolar o RMB mediante a amplificação e o uso de filtros passa-banda (MORGAN, 2013).

2.3.3.2 Análise do sinal de RMB

Diferentes métodos de análise de sinais podem ser utilizados para analisar os sinais de RMB. Por ser um sinal aleatório, não estacionário, deve ser tratado por cálculos estatísticos. O sinal geralmente é caracterizado mediante a obtenção de parâmetros, seja no domínio do tempo ou da frequência (NORIS, 2017).

2.3.3.2.1 Análise no tempo

Embora os sinais periódicos sejam melhor analisados no domínio da frequência, a análise no tempo fornece parâmetros importantes para caracterizar o RMB. Destaca-se

que até mesmo uma análise visual do sinal no tempo é de muita utilidade no processo de medição (MORGAN, 2013; NORIS, 2017).

2.3.3.2.2 *RMS* (*Root Mean Square*)

A raiz quadrada do valor quadrático médio, conhecido pelas iniciais do termo em inglês *Root Mean Square*, é um parâmetro estatístico usado para caracterizar a potência de um sinal de corrente alternada (CA). Este parâmetro escalar é útil para quantificar o sinal RMB em volts. Para cada sinal observado no domínio do tempo, o valor RMS_{RMB} é enunciado pela equação 2.15 (MORGAN, 2013).

$$RMS_{RMB} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(V_i - V_m)^2}{n-1}} \tag{2.15}$$

Onde:
V*i*: Valor da voltagem medida para a i-ésima observação.
V*m*: Valor médio do sinal.
n: Número de observações ou pontos (tempo) do sinal.

Como o sinal de RMB é centrado em amplitude, ou seja, tem média zero, o valor *RMS* é equivalente ao desvio padrão e, portanto, representa uma medida do tamanho médio das flutuações ao redor da média (MORGAN, 2013).

2.3.3.2.3 Energia

Além do valor *RMS*, a energia do RMB é outro parâmetro comumente usado para caracterizar o sinal de Barkhausen no tempo. E está definida como a integral do quadrado do sinal (V_{RMB}) relativa ao tempo, como pode ser vista na equação 2.16 a seguir (CLAPHAM; KRAUSE *et al.*, 1995; KRAUSE; CLAPHAM *et al.*, 1994; MORGAN, 2013).

$$Energia_{RMB} = \int (V_{RMB})^2 \, . \, dt \tag{2.16}$$

Outra forma mais representativa de escrever a equação 2.16 é na forma discretizada de acordo com a equação 2.17 (NORIS, 2017).

$$Energia_{RMB} = \sum_{i=1}^{n} V_i^2 . \Delta t \qquad (2.17)$$

Onde:

V*i*: Valor da voltagem medida para a i-ésima observação.

Δ*t*: Intervalo de tempo entre os pontos do sinal, neste caso o inverso da frequência de amostragem.

n: Número de pontos do sinal.

Geralmente é feita uma normalização do valor de $Energia_{RMB}$ em relação ao número de pontos do sinal. Isto permite comparar parâmetros de sinais gerados com diferentes frequências de excitação ou diferentes tamanhos de janela (NORIS, 2017).

2.3.3.2.4 Envolvente

O sinal RMB consiste de componentes de alta frequência cuja variação dinâmica em amplitude ocorre com uma frequência muito menor. A curva que modula a amplitude é conhecida como a envolvente do sinal. A forma de descrever a envolvente do RMB é mediante a curva obtida ao unir sequencialmente todos os pontos, entre picos consecutivos, na parte positiva do sinal. O processo da obtenção da envolvente começa com o cálculo do quadrado do RMB para deixar toda a informação na parte positiva do gráfico. Após calcular o envelope é necessário utilizar um filtro passa-baixa (utilizando certa taxa de decimação), para eliminar as frequências altas do envelope e, assim, recuperar um envelope mais liso. Para manter o sinal na escala certa, é aplicado um ganho e posteriormente é calculada a raiz quadrada. A Figura 2.37, a seguir, ilustra o sinal resultante, o qual constitui a envolvente do RMB (MORGAN, 2013).

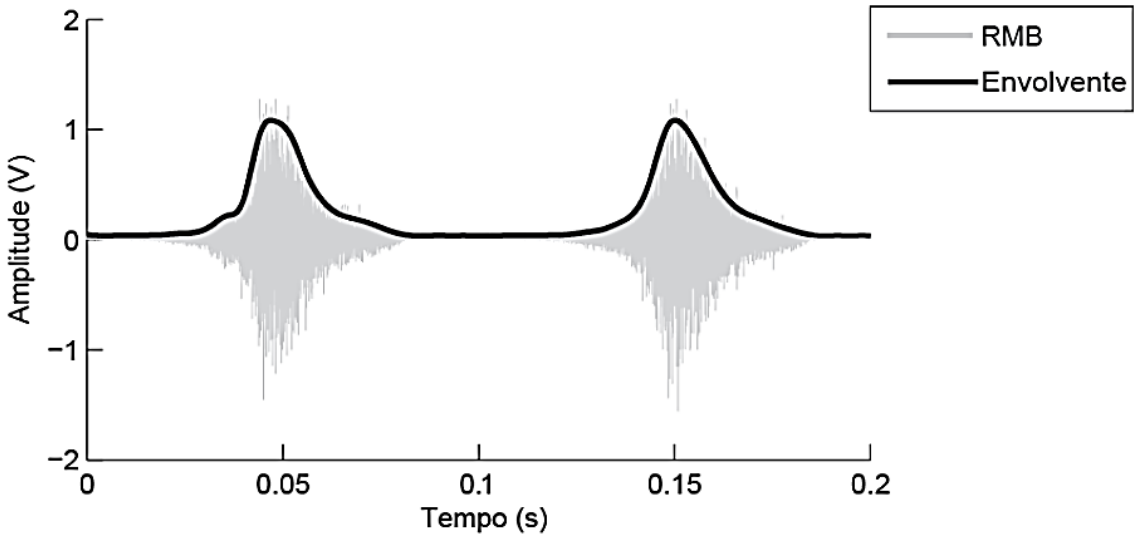


Figura 2.37 – Envolvente do sinal RMB registrado durante 1 ciclo de magnetização (MORGAN, 2013).

Do gráfico do envelope são calculados principalmente dois parâmetros: a amplitude pico, que é relativa ao valor máximo do envelope e a posição pico, sendo esta a localização do valor máximo em relação à corrente ou campo aplicado (MOORTHY; SHAW *et al.*, 2006; STUPAKOV; PAL'A *et al.*, 2007).

A metodologia descrita para o cálculo da envolvente é escolhida pela facilidade de processamento para a obtenção do resultado em tempo real, visto que, o sinal RMB que consta de um número de pontos na ordem de 10^4 com componentes de frequência entre 2kHz e 200kHz. Contudo, existem outras abordagens mais tradicionais, por exemplo, o uso de operações matemáticas como a transformada de Fourier ou a transformada de Hilbert (FANG; XIE, 1995). Ambos os métodos são amplamente usados, todavia, devido a seu requerimento computacional o seu uso se ajusta melhor a uma análise *off-line* (MORGAN, 2013).

2.3.3.2.5 Análise no domínio da frequência

Os componentes de frequência do RMB podem ser descritos em termos da densidade espectral de potência S(f), dada pela transformada de Fourier da sua função de autocorrelação R(τ), como indicado pela equação 2.18 (MORGAN, 2013).

$$S(f) = \int_{-\infty}^{\infty} \mathrm{R}(\tau) e^{-2\pi i f \tau}\, d\tau \qquad (2.18)$$

Uma visualização simultânea do RMB e a sua densidade espectral de potência, são ilustradas na Figura 2.38 (MORGAN, 2013).

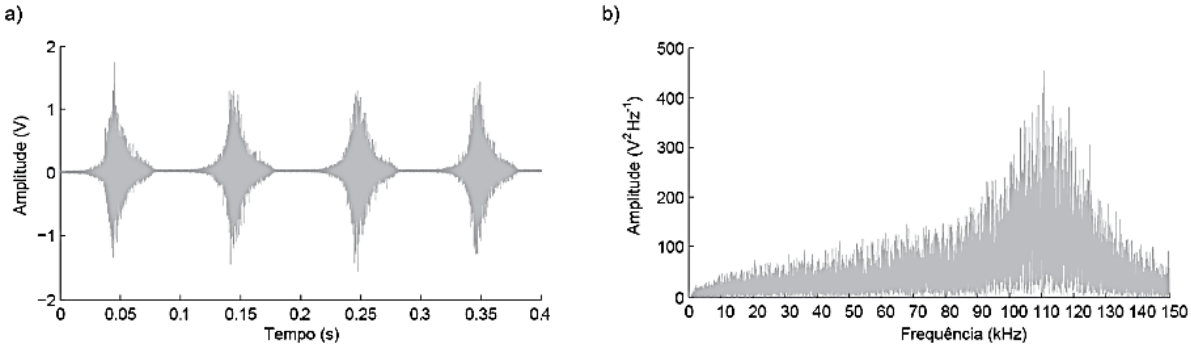


Figura 2.38 – (a) Sinal RMB representado no domínio do tempo e (b) da frequência (MORGAN, 2013).

A análise do RMB no domínio da frequência é uma ferramenta bastante útil tanto para a escolha da faixa de frequência de aquisição de dados, como para a detecção de possíveis interferências eletromagnéticas durante a execução das medições, às vezes difíceis de apreciar no domínio do tempo (MORGAN, 2013).

2.3.3.2.6 Fatores que afetam o sinal RMB

O sinal RMB também depende de vários fatores, dentre eles, destacam-se a amplitude máxima do campo magnetizante, a distância entre os pólos do yoke, a sensibilidade da bobina leitora usada, o estado de tensões mecânicas da amostra, assim como, uma variedade de características microestruturais que muitas vezes podem mudar simultaneamente. No entanto, o objetivo desta seção é apresentar sucintamente alguns dos principais fatores que afetam o sinal RMB (MORGAN, 2013).

- Frequência de magnetização
- Dureza - Teor de Carbono
- Intensidade de magnetização
- Tamanho de grão

CAPÍTULO 3
MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

Para o desenvolvimento desta pesquisa, foram utilizadas as amostras do trabalho de Farneze (2016), são estas provenientes de chapas do aço inoxidável austenítico AISI 317L. A Tabela 3.1 apresenta a composição química do material de estudo, através da análise química por espectrometria de emissão ótica.

Tabela 3.1 – Composição química do aço AISI 317L (% em peso).

Material	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo
AISI 317L	0,024	1,34	0,47	0,003	0,031	18,13	11,41	3,02

3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Mediante o uso de uma serra de fita foram cortadas amostras do aço AISI 317L, no sentido longitudinal à direção de laminação, nas dimensões 20 mm x 15 mm, com 8 mm de espessura destinadas às análises efetuadas neste estudo.

3.3 TRATAMENTOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO

As amostras foram envelhecidas em um forno tipo mufla no Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos da Unidade do CEFET/RJ em Itaguaí nas temperaturas de 450°C, 550°C e 650°C, por períodos de 200 horas, 300 horas e 400 horas com subsequente resfriamento em água. É importante mencionar que as amostras foram submetidas a tais temperaturas, visto que, estas temperaturas podem ser atingidas em algumas aplicações do aço AISI 317L. Cabe destacar que a microestrutura das amostras do AIA AISI 317L, apresentadas neste vigente estudo, é oriunda do trabalho

de Farneze (2016). Ressalta-se que as amostras foram caracterizadas através da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizando-se o reagente Behara com o propósito de revelar as fases ferrita (δ) e austenita (γ).

Na Tabela 3.2 estão sumarizadas a condição de tratamento térmico de cada amostra.

Tabela 3.2 – Amostras e suas respectivas condições de tratamento térmico.

Amostra	Condição de tratamento
CR	Material como recebido
E42	Envelhecido a 450ºC / 200 horas
E43	Envelhecido a 450ºC / 300 horas
E44	Envelhecido a 450ºC / 400 horas
E52	Envelhecido a 550ºC / 200 horas
E53	Envelhecido a 550ºC / 300 horas
E54	Envelhecido a 550ºC / 400 horas
E62	Envelhecido a 650ºC / 200 horas
E63	Envelhecido a 650ºC / 300 horas
E64	Envelhecido a 650ºC / 400 horas

3.4 TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO NÃO DESTRUTIVAS

3.4.1 Dureza de Campo por Impedância Ultrassônica de Contato (*UCI*)

Foi empregado um durômetro de campo marca *GE Inspection Technologies*, modelo MIC 10 com carga de 5 Kgf, a fim de realizar medições de dureza de campo pelo método da impedância ultrassônica de contato (*UCI*). Os ensaios foram efetuados no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) da Universidade Federal Fluminense – UFF. Contudo, antes da realização dos ensaios foi executada a calibração do dispositivo através da utilização de um bloco padrão de 185 HV como parâmetro, considerando o valor de microdureza Vickers exibido pela amostra como recebida (CR) do AIA AISI 317L de acordo com o estudo apresentado por Farneze (2016). A Figura 3.1 ilustra os principais componentes do medidor e o bloco de calibração.

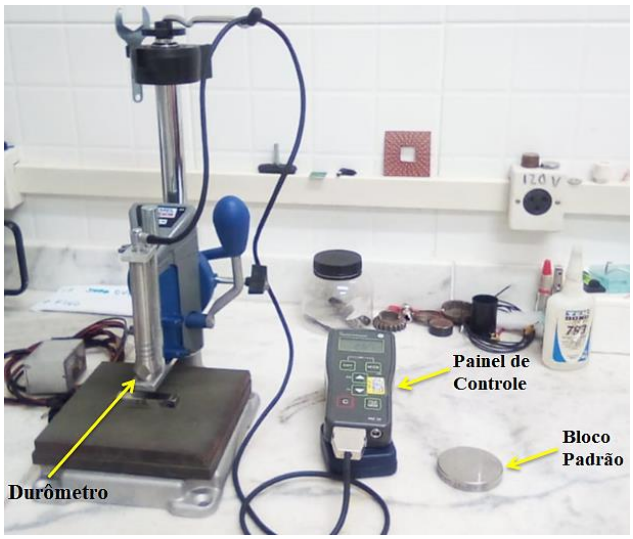


Figura 3.1 – Medidor de dureza Vickers portátil *GE Inspection Technologies* MIC 10 e bloco padrão de 185 HV.

Ressalta-se que, para realizar as medições de dureza, as regiões avaliadas foram previamente preparadas através de lixamento de suas superfícies em forma sequencial, utilizando lixas de granulometria 80, 100, 220, 320, 400#.

3.4.2 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*, desenvolvido integralmente no Laboratório de Dinâmica e Instrumentação do Departamento de Engenharia Mecânica da POLIUSP (Ladin-PME-EPUSP). A Figura 3.2 apresenta a fotografia deste equipamento junto com a sonda utilizada para medição do RMB.

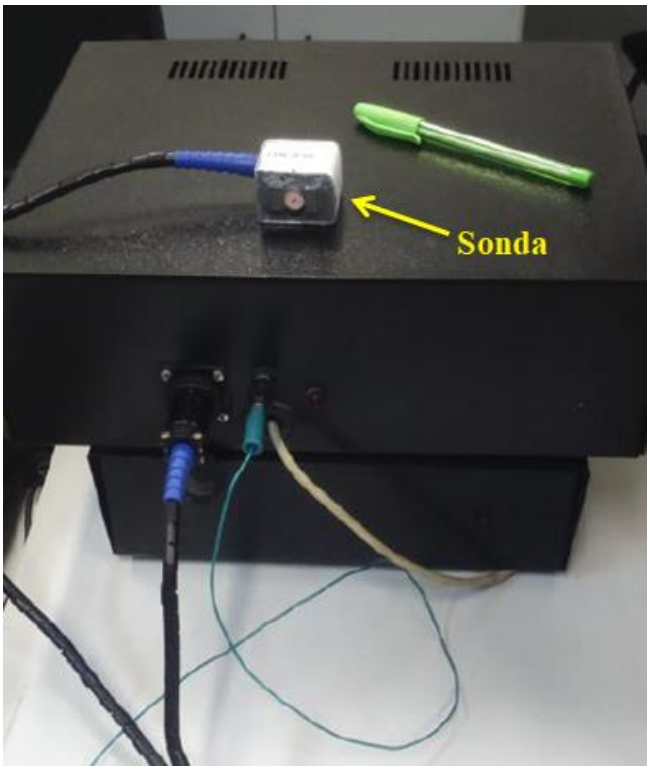


Figura 3.2 – *BarkTech*, módulo utilizado para medição do RMB desenvolvido no Ladin.

Este equipamento, o *BarkTech*, forneceu uma onda senoidal em que foram usadas frequência de excitação do campo magnético de 5Hz e tensão de 9V (aumentada para excitar a amostra, visto que, não aparecia nenhum sinal de RMB). 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 para cada condição de envelhecimento térmico no qual as amostras foram submetidas 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 ($H_{máx}$), do campo de indução máxima ($B_{máx}$), da permeabilidade magnética (μ), do ângulo de inclinação da curva de histerese magnética (θ), da indução de remanência (B_r) e do campo coercitivo (H_c). Com a utilização do software *Origin*®, efetuou-se a construção de gráficos que destacaram algumas destas propriedades magnéticas, bem como, de outras variáveis essenciais à esta pesquisa. Na Figura 3.3 pode ser observado o ensaio sendo realizado.

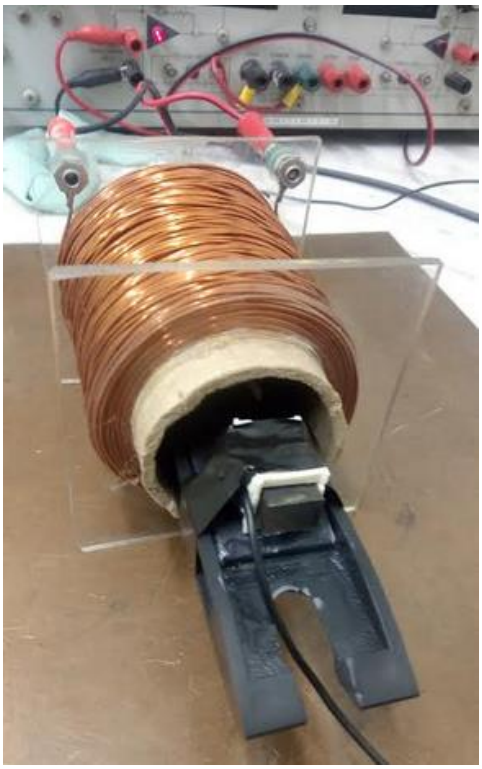


Figura 3.3 – Medição de Ciclos de Histerese locais aplicando uma variação de fluxo magnético, realizada no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) da UFF.

3.4.3 Ruído Magnético de Barkhausen (RMB)

As medidas por Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) foram realizadas em todas as amostras deste estudo no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) da UFF, empregando-se um equipamento portátil denominado *"BarkTech"* (DENG *et al.*, 2018; NORIS *et al.*, 2019). A Figura 3.4 esboça os principais componentes deste equipamento. Com destaque para a bobina leitora que é responsável por detectar o sinal do RMB e por captar as descontinuidades da densidade de fluxo (B). Estas são constituídas por um enrolamento com grande número de voltas de fio condutor elétrico. Cabe destacar também o yoke eletromagnético, o qual produz o campo magnético alternado sobre a amostra. Estes componentes formam uma sonda que é a base para a medição do RMB (GRIJALBA, 2010).

As medições foram realizadas a partir da geração de uma onda magnética senoidal de 40Hz com amplitude de excitação de 3,5A. Destaca-se que a bobina leitora foi responsável pela detecção do sinal de RMB e que a saída do sensor de RMB foi amplificada e filtrada por meio de filtro passa-banda (1 a 150kHz). Com o intuito de

reduzir o ruído ambiente, foram colocados em uma caixa de fio de cobre (aterrada) o yoke de magnetização, a bobina leitora e as amostras. Construída por um fio de enrolamento ao redor de uma pequena bobina cilíndrica de plástico, a bobina leitora mediu a componente normal do sinal de RMB (NORIS *et al.*, 2019; HARTER; GRIJALBA, 2013). É relevante especificar que duas bobinas leitoras de 200 voltas foram usadas.

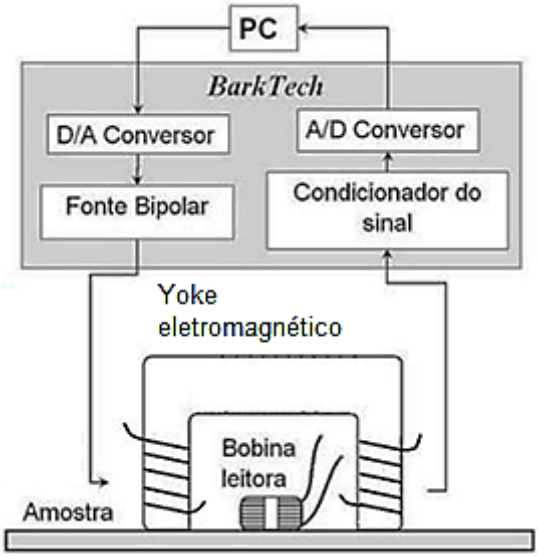


Figura 3.4 – Configuração experimental para aquisição de RMB (NORIS *et al.*, 2019).

CAPÍTULO 4
RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Ensaio de Dureza de Campo (*UCI*)

A Tabela 4.1 apresenta as durezas médias obtidas por meio do ensaio de dureza Vickers baseado no princípio da impedância ultrassônica de contato (*Ultrasonic Contact Impedance – UCI*). Nesta tabela é possível observar a ocorrência dos maiores picos de dureza nas condições E43, E52 e E64.

Constata-se uma gradual elevação do desvio padrão entre as amostras CR, E42, E43, E44, E52, respectivamente nesta sequência. Entretanto, este aumento é interrompido e nas amostras subsequentes, mas especificamente a E53 e a E54, ocorrem duas quedas consecutivas. Sendo assim, compreende-se que quanto menor o valor do desvio padrão tanto menor será a dispersão dos dados em torno da média aritmética (FRANCISCO, 2013). Logo, estas amostras apresentaram o resultado mais homogêneo e uniforme de seus conjuntos de dados, com destaque para a amostra E54. Na condição de envelhecimento a 650ºC por 200 horas (E62) foi verificado um aumento significativo do desvio padrão. Nesta amostra ocorreu o pico do desvio padrão resultando a maior dispersão dos dados dentre todas as amostras. Ao comparar a amostra E62 às amostras E63 e E64, notam-se decréscimos consecutivos para os valores de desvio padrão.

Tabela 4.1 – Valores de dureza Vickers (HV) e desvio padrão das amostras.

CONDIÇÃO	DUREZA ± (HV)
CR	188 ± 6,7
E42	175 ± 9,6
E43	206 ± 11,2
E44	193 ± 12,0
E52	178 ± 12,0
E53	178 ± 7,8
E54	176 ± 7,1
E62	204 ± 13,0
E63	201 ± 12,0
E64	211 ± 9,6

A Figura 4.1 apresenta um comparativo entre os valores médios de dureza obtidos nos ensaios não destrutivos realizados e os destrutivos efetuados por Farneze (2016). Levando em conta a faixa de erro calculado, é possível considerar que os valores médios encontrados estão próximos dos resultados de microdureza apresentados no trabalho de Farneze (2016).

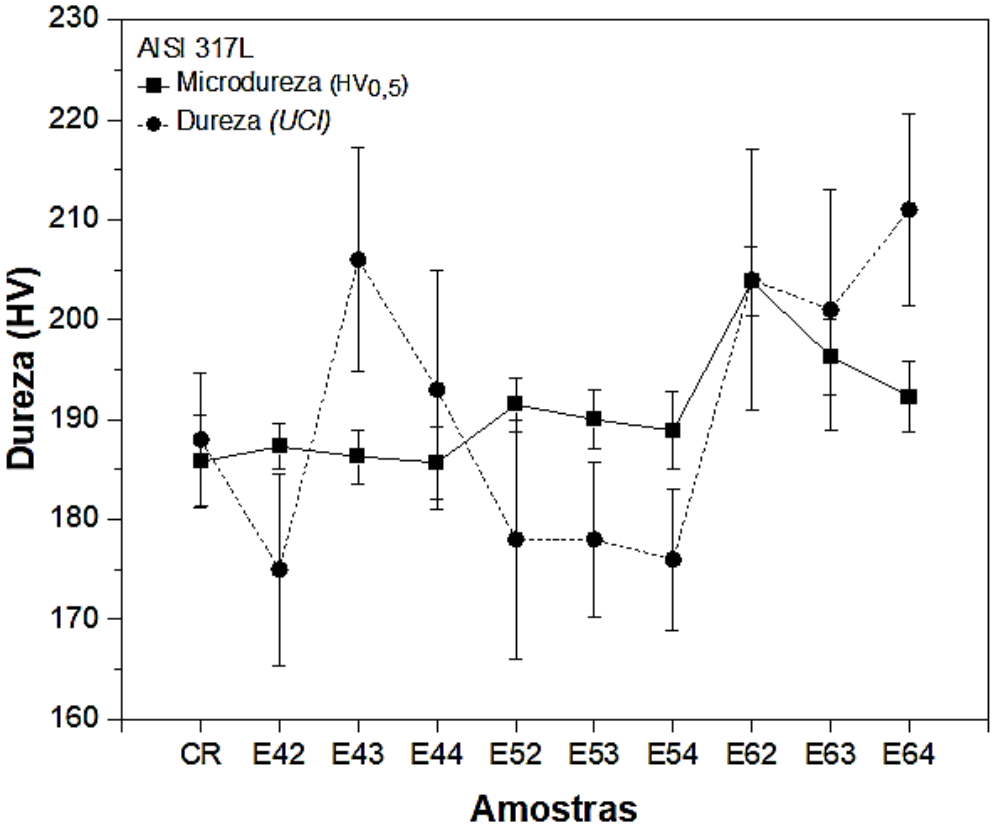


Figura 4.1 – Valores médios de microdureza Vickers e dureza de campo (*UCI*) para cada amostra.

Observa-se na Figura 4.2 que os resultados obtidos pelos ensaios de dureza de campo (*UCI*) indicam uma dureza mais elevada na amostra CR, em relação às amostras submetidas a 450ºC e 550ºC ambas no tempo de envelhecimento de 200 horas, estas se referem respectivamente às condições E42 e E52. A exceção foi a condição submetida à temperatura de 650ºC sob o mesmo tempo de exposição (E62), em que ocorreu um aumento da dureza. No período referente à 200 horas pode ser verificado que quanto maior a temperatura mais elevada é a dureza exibida pelas amostras, todavia, este comportamento não foi apresentado quando as amostras foram sujeitas aos demais tempos de exposição. De um modo geral, no que concerne às condições de tratamento térmico E42, E52 e E62, é possível notar a elevação da dureza em função do aumento

da temperatura, porém, entre as amostras E42 e E52 este comportamento ocorre de modo bastante sutil.

Ressalta-se que a composição química do aço AISI 317L favorece a presença da fase chi (χ). Logo, o aumento da dureza à temperatura de 650ºC no tempo de envelhecimento de 200 horas pode estar relacionado à precipitação da fase chi (χ), sendo esta uma fase metaestável que é rica em Cr e Mo (PARDAL, 2009).

Com relação às amostras envelhecidas no período de 300 horas, nota-se um salto significativo da dureza apresentada pela amostra submetida a 450ºC (E43) quando comparada à sua condição anterior (E42). Logo, observa-se que a esta temperatura a maior medida de dureza é verificada no período de 300 horas (E43). Sendo assim, acredita-se que este fato esteja relacionado à possível precipitação de fases intermetálicas como alfa linha (α'), chi (χ) e sigma (σ). A precipitação da fase alfa linha (α') é atribuída à decomposição espinodal da ferrita (δ) na fase alfa linha (α') e em uma fase rica em Fe (α"). A presença da fase alfa linha (α') sugere a ocorrência do fenômeno conhecido como fragilização a 475ºC, devido à cinética de precipitação desta fase ser muito mais rápida a 475°C e por apresentar um efeito pronunciado a esta temperatura (TAVARES *et al.*, 2005; LO *et al.*, 2009; SAHU *et al.*, 2009). Supõe-se ainda um crescimento do percentual volumétrico da fase sigma (σ) em decorrência da decomposição da ferrita (δ), neste caso, em virtude do aumento do tempo de envelhecimento de 200 horas para 300 horas, o que também poderia explicar a elevação da dureza da amostra E43 em relação à E42 (CAMERINI *et al.*, 2015; MAGNABOSCO, 2009).

Apesar do aumento do tempo de envelhecimento, neste caso para 300 horas, a amostra submetida à temperatura de 550ºC (E53) não exibiu elevação ou redução quanto à sua dureza, mantendo a mesma medida de 178 HV assim como a amostra E52. Deste modo, presume-se que o aumento do tempo de envelhecimento sob esta temperatura de 550ºC não tenha promovido mudanças significativas na microestrutura, bem como, na composição química das fases presentes na condição E53 em comparação à E52.

Nas amostras submetidas ao tempo de envelhecimento de 400 horas, nota-se uma perceptível redução na dureza da amostra E44 em relação à E43. Pressupõe-se que, diante deste contexto, a diminuição da dureza esteja relacionada à redução da fase alfa linha (α'), uma vez que, a maior medida da dureza na temperatura de 450ºC ocorreu na amostra envelhecida por 300 horas.

A menor dureza medida no tempo de envelhecimento de 400 horas é observada à temperatura de 550ºC. Pode ser ressaltado que a amostra E54 apresentou um decréscimo da dureza em comparação à E53. No entanto, é válido destacar que não houve diferença tão significativa na diminuição da dureza da amostra E53 para E54, tal como foi observada a redução na dureza da E43 para E44. Contudo, nota-se uma elevação na dureza da amostra E64 em relação à E63, nesta primeira a medida de dureza obtida foi de 211 HV, já nesta última a medida de dureza apresentada foi de 201 HV. Ressalta-se ainda que a amostra submetida a 650ºC por 400 horas (E64) apresentou maior dureza quando associada às demais condições, ou seja, ocorreu o pico de dureza dentre todas as condições de envelhecimento térmico deste estudo. Tal fato destaca a influência da temperatura e do tempo de envelhecimento, cujas amostras foram expostas, sobre a variação das medidas de dureza do material.

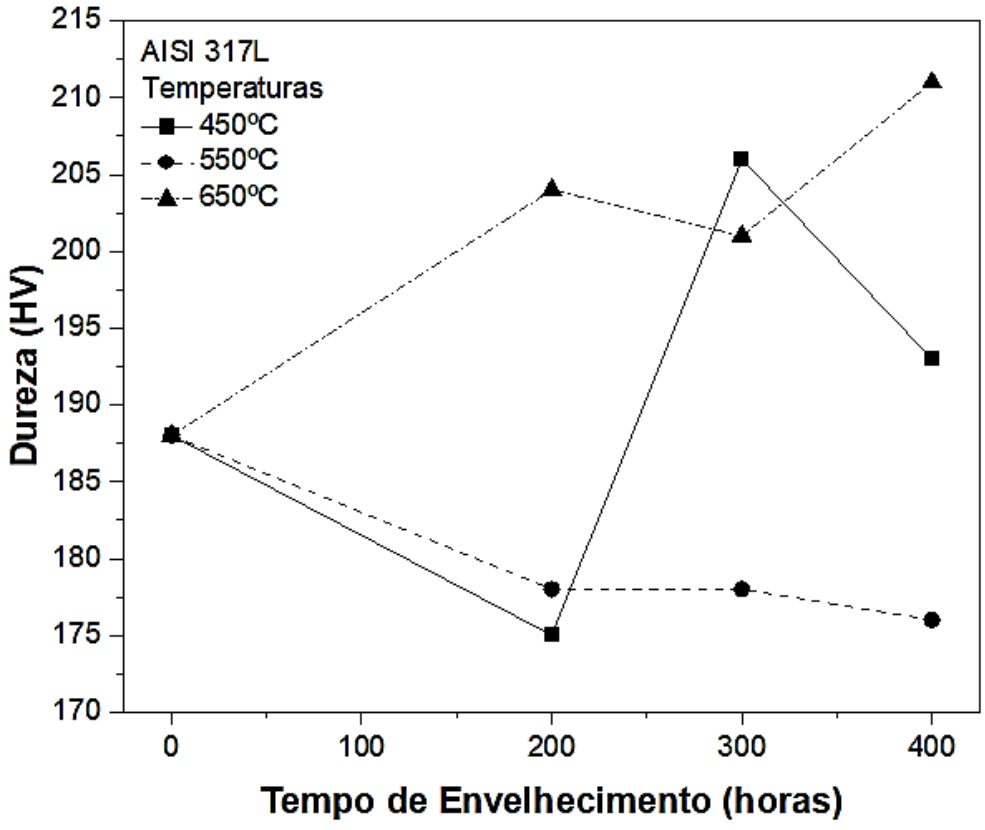


Figura 4.2 – Variação das medidas de dureza (HV) pelo método da impedância ultrassônica de contato (*UCI*) em função do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 450ºC, 550ºC e 650ºC.

A Figura 4.3 e a Tabela 4.2, de Farneze (2016), exibem respectivamente a microestrutura do AISI 317L envelhecido a 650ºC por 400 horas, bem como, a composição química das fases identificadas por *EDS* sob esta condição de

envelhecimento. Observa-se no ponto 2 uma notável evolução de fases intermetálicas (FI) na ferrita (δ) e no ponto 3 é verificada uma drástica redução de regiões ferríticas. Neste sentido, presume-se que este pico esteja atribuído à formação de fases intermetálicas tais como chi (χ), sigma (σ) ou laves (η).

Pode ser observado em Farneze (2016) as microdurezas Vickers (HV) médias deste material. Constatou-se que no período de 200 horas foram verificados os maiores valores de dureza exibidos pelas amostras expostas a três diferentes temperaturas empregadas, estas de 450ºC, 550ºC e 650ºC, quando comparados aos tempos de envelhecimento de 300 horas e 400 horas também utilizados em seu trabalho. Contudo, nota-se que à temperatura de 650ºC por 200 horas ocorreu a maior dureza do AISI 317L e, portanto, o pico.

Farneze (2016) explicou que este fenômeno foi também percebido por outros pesquisadores que averiguaram um pico na dureza do aço inoxidável duplex UNS S31803 sob a temperatura de 550ºC por 300 horas. Tais autores relacionaram o pico da dureza do aço UNS S31803 à precipitação da fase chi (χ) rica em Cr e Mo e assim como em Farneze (2016) a diminuição da dureza em tempos de envelhecimento mais elevados foi relatada.

Entretanto, neste vigente estudo, salienta-se que a amostra envelhecida a 650ºC por 400 horas (E64), em relação às demais condições, exibiu a dureza mais elevada dentre todas as amostras. Sendo assim, observou-se a ocorrência do pico de dureza para esta condição de envelhecimento térmico (Figura 4.2). Neste caso em particular, no que concerne à variação das medidas de dureza do material, pode ser destacada a ação da temperatura e do tempo de envelhecimento sob a evolução de fases intermetálicas (FI) na ferrita (δ), ocasionando uma diminuição abrupta de regiões ferríticas. Logo, acredita-se que este pico possa estar associado à fase intermetálica sigma (σ), bem como, chi (χ) e/ou laves (η) (PARDAL, 2009; VITEK; DAVID, 1984).

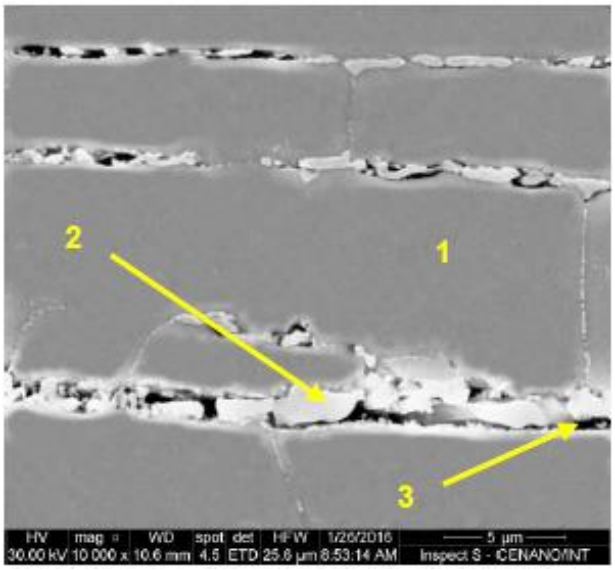


Figura 4.3 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L envelhecido termicamente por 400 horas a 650ºC. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016).

Tabela 4.2 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao aço AISI 317L envelhecido a 650ºC por 400 horas – % em peso (FARNEZE, 2016).

Pontos	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fase
1	66,53	18,34	10,18	3,01	1,40	0,54	γ
2	59,63	27,32	3,90	7,21	1,00	0,93	FI
3	63,25	26,77	4,41	3,63	1,68	0,26	δ

4.2 Permeametria

4.2.1 Ciclo de Histerese Magnética

As Figuras 4.4(a-c) exibem o comportamento das curvas de histerese magnética obtidas, através da relação B *x* H, para amostra como recebida (CR) e para aquelas envelhecidas à temperatura de 450ºC, 550ºC e 650ºC nos períodos de 200 horas, 300 horas e 400 horas, respectivamente. Ressalta-se que no eixo das abscissas são apresentados os valores do campo magnético (H) e no eixo das ordenadas estão representados os valores do densidade de fluxo magnético (B), ambos em unidades relativas [u.r].

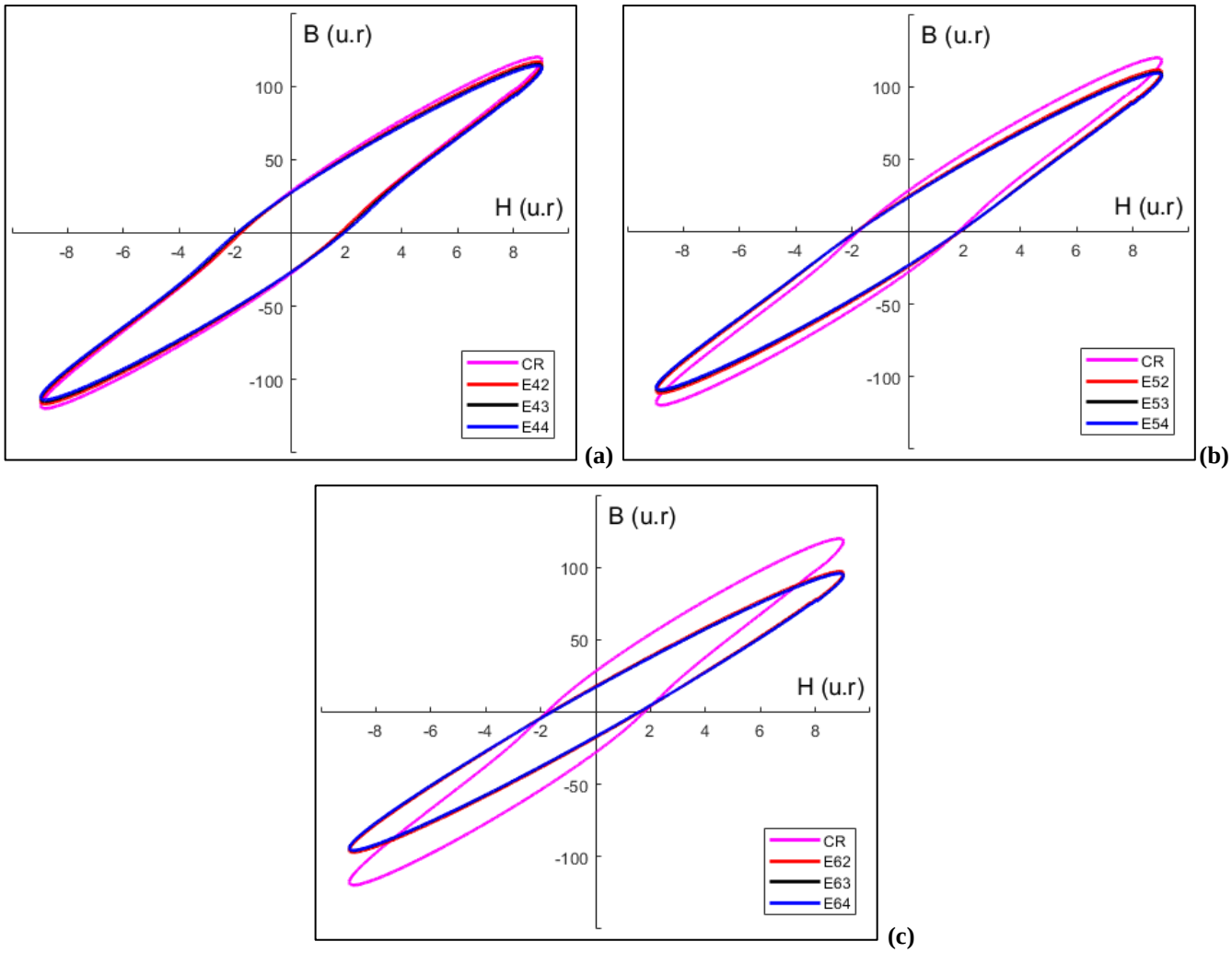


Figura 4.4 – Ciclo de histerese das amostras envelhecidas a 450ºC (a), 550ºC (b), 650ºC (c) por períodos de 200 horas, 300 horas e 400 horas.

Com base no gráfico da Figura 2.30, apresentado na seção 2.3.2.7.4, 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 2.30), a densidade de fluxo (B) não é nula. É chamado de indução de remanência, campo remanente ou retentividade (B_r) o ponto em que a curva corta o eixo de B, no quadrante superior esquerdo. A indução de remanência (B_r) 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 $H_{máx}$ até H=0 (BARBOSA; SCHAEFFER *et al.*, 2008; MORGAN, 2013; GRIJALBA, 2010).

É importante salientar que a indução de remanência (B_r) expressa quão magneticamente mole ou duro é o material. Logo, a partir da análise da Figura 4.5 é

possível verificar que com o aumento da temperatura os valores da indução de remanência (B_r) diminuíram, apresentando uma brusca queda a 650ºC. Entretanto, constata-se que a 450ºC o aumento do tempo de envelhecimento promoveu elevações da indução de remanência (B_r). Neste sentido, Tavares *et al.* (2000) mostraram resultados obtidos a partir de estudos de outros pesquisadores em que foi verificada uma elevação significativa da indução de remanência (B_r) com o aumento do tempo de envelhecimento na temperatura de 475ºC em aços inoxidáveis duplex. Notou-se devido ao envelhecimento a 475ºC, o aumento do campo coercitivo (H_c) e ainda da área da curva de histerese (ocasionando maior a perda por histerese). O aumento da indução de remanência (B_r) também foi atribuído à decomposição espinodal da ferrita (δ) que impede o movimento da parede de domínio e, portanto, a indução de remanência (B_r) e a força coercitiva (H_c) aumentam com o tempo de envelhecimento (TAVARES *et al.*, 2000).

Sutis e sucessivas reduções da indução de remanência (B_r) foram observadas a 550ºC. Segundo Tavares *et al.* (2000), os valores das propriedades magnéticas diminuem devido ao aumento da fração volumétrica da austenita (γ) e da fase sigma (σ) (paramagnéticas). Diferente comportamento é também percebido à temperatura de 650ºC em que o tempo de envelhecimento acarretou oscilações da indução de remanência (B_r). Contudo, percebe-se que a amostra CR apresenta maior indução de remanência (B_r) quando comparada às amostras envelhecidas.

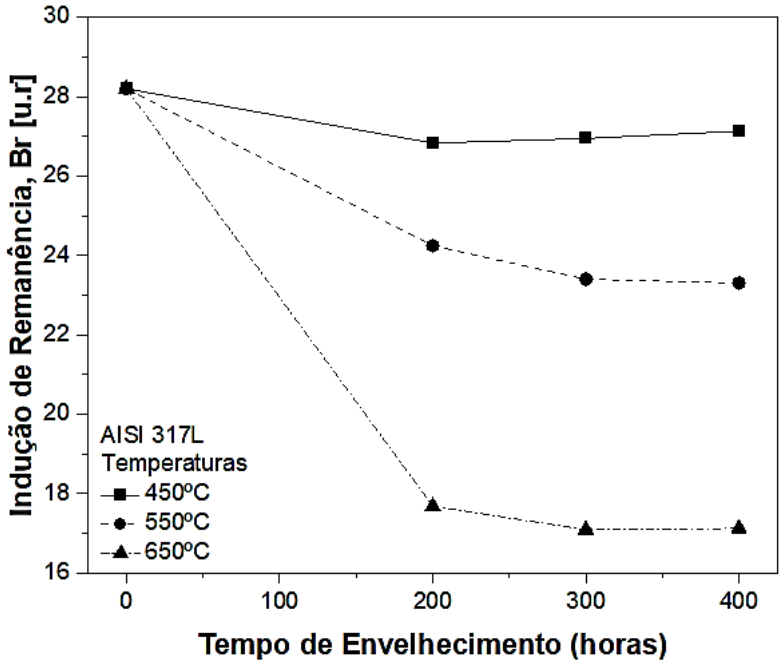


Figura 4.5 – Variação da indução de remanência (B_r) do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.

Conforme mencionado na seção 2.3.2.7.4 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 (H_c). 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 4.6 pode ser observado o comportamento do campo coercitivo (H_c) para amostras submetidas às temperaturas de 450ºC, 550ºC e de 650ºC em 200 horas, 300 horas e 400 horas.

Nota-se que à temperatura de 450ºC o campo coercitivo (H_c) cresce com o aumento do tempo de envelhecimento. Entretanto, o campo coercitivo (H_c) é maior quando o material é submetido à 400 horas. Com relação às amostras envelhecidas a 550ºC a coercitividade (H_c) apresenta reduções contínuas conforme o material é exposto a maiores tempos de envelhecimento. Os valores do campo coercitivo (H_c) 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 (H_c) 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 ($B_{máx}$). Sendo assim, quanto mais elevada a coercividade (H_c) mais largo é o ciclo de histerese, então, maior a dificuldade do material se desmagnetizar (CULLITY; GRAHAM, 2009). E quanto maior a indução de remanência (B_r) mais alto o ciclo de histerese e a magnetização que ele retém depois de ser submetido a um campo magnético externo. Neste sentido, é possível observar que a 450ºC sob o tempo de envelhecimento de 400 horas o material apresenta um pico do campo coercitivo (H_c), a ser detalhado no tópico 4.2.4.

Contudo, os resultados obtidos a partir deste estudo demonstraram que a 650ºC o campo coercitivo (H_c) é mais estreito, bem como, a área da curva de histerese. Ressalta-se que esta última por apresentar tal característica acarreta menores perdas por energia. É válido destacar que a área do laço de histerese mostra a energia necessária para atingir um ciclo completo de magnetização e desmagnetização, representando a energia perdida durante esse processo. A perda por histerese magnética refere-se à energia dissipada quando o material é magnetizado e desmagnetizado ciclicamente (ALMEIDA *et al.*, 2014). Durante um ciclo de magnetização, uma quantidade de energia proporcional à

área do ciclo de histerese não é devolvida sendo gasta no trabalho de orientação dos domínios magnéticos. Esta energia é dissipada sob a forma de calor, constituindo as chamadas perdas por histerese. Sendo assim, a partir da Figura 4.7 pode ser melhor observado que a 650ºC ocorrem as menores perdas por histerese e a 450ºC o oposto disso.

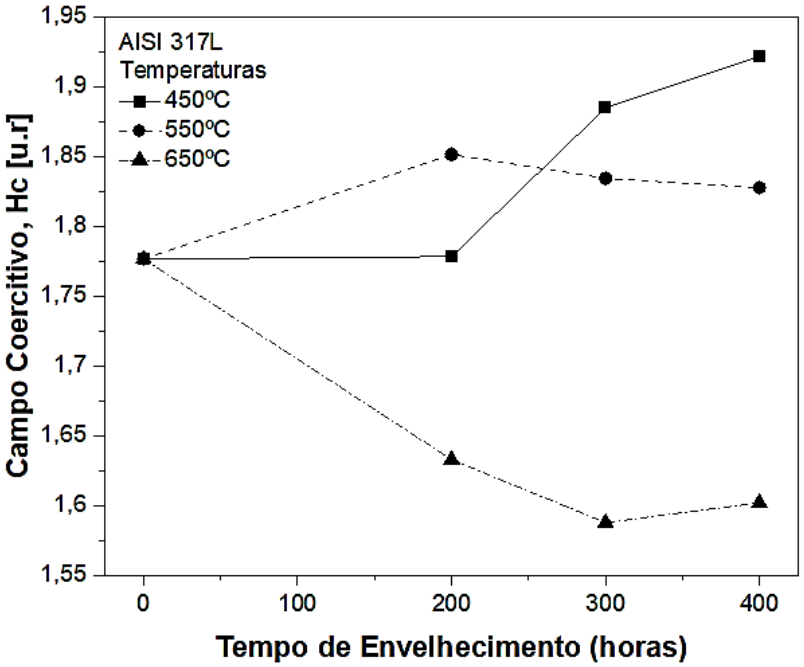


Figura 4.6 – Variação do campo coercitivo (H_c) do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.

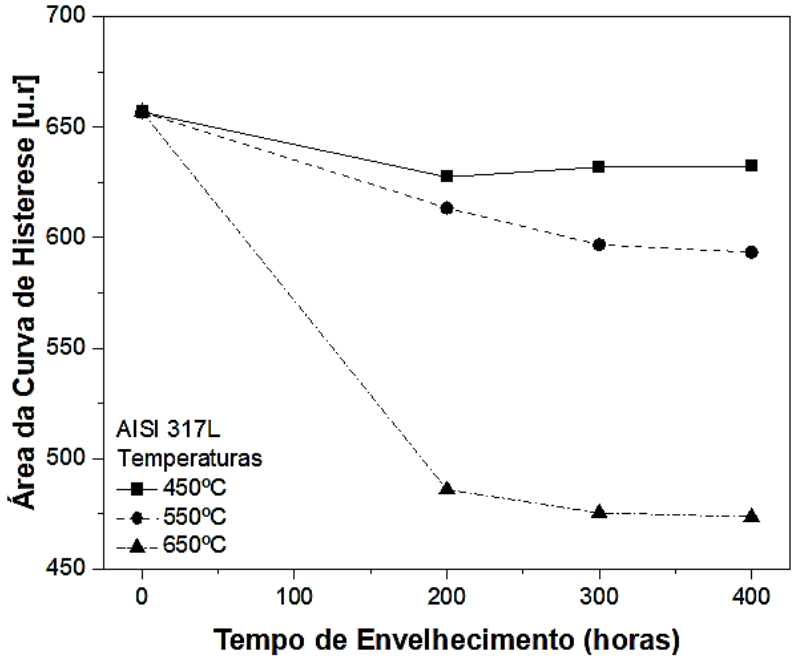


Figura 4.7 – Variação da área da curva de histerese do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.

4.2.2 Permeabilidade magnética (μ) x Ferrita (δ)

A Figura 4.8 estabelece, a partir do uso de um software específico, uma correlação entre os teores de ferrita (δ) levantados por meio do ferritoscópio, no trabalho de Farneze (2016), e valores de permeabilidade magnética (μ) obtidos através da utilização de um permeâmetro. Observou-se que o modelo de ajuste de curvas que caracterizou a relação entre tais variáveis, de forma mais conveniente, foi o de ajuste exponencial. Ao traçar o gráfico, obteve-se uma equação que matematicamente representou a relação entre as variáveis destacadas na Figura 4.8. Além disso, estão indicadas no gráfico de dispersão as condições de envelhecimento térmico em que amostras foram submetidas.

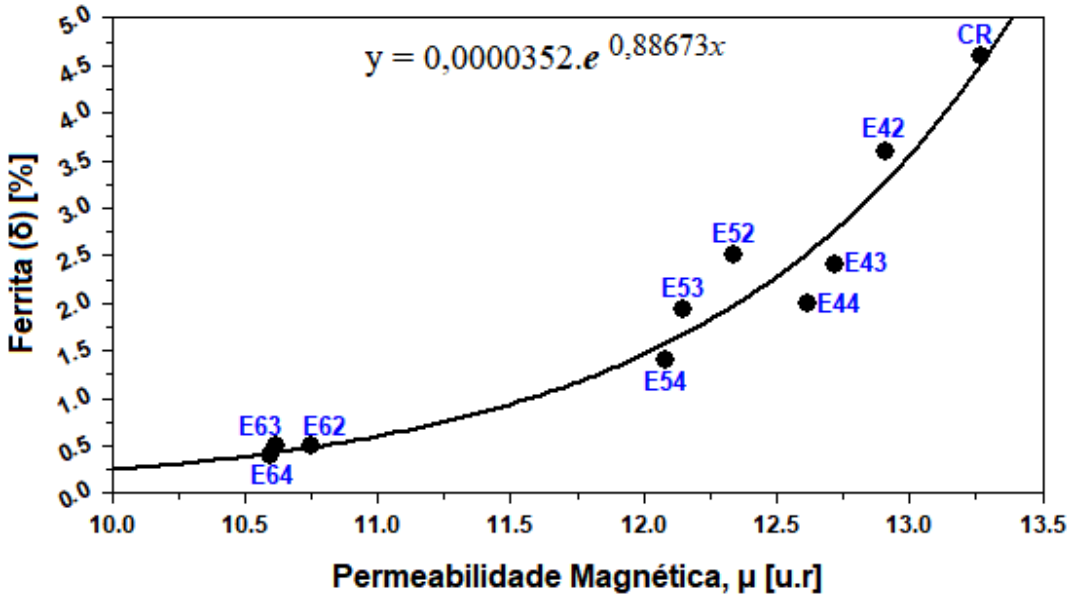


Figura 4.8 – Correlação entre teor de ferrita (δ) e permeabilidade magnética (μ), ajuste exponencial.

Pela análise da Figura 4.8, observa-se que a permeabilidade magnética (μ) do AIA AISI 317L reduziu com o aumento da temperatura, assim como ocorreu com a indução de remanência (B_r), e ainda que de modo sutil com o tempo de envelhecimento. É possível notar uma diminuição nos valores de permeabilidade magnética (μ) já no tempo de envelhecimento de 200 horas na temperatura de 450°C (E42). Efeito similar ocorreu para a temperatura de 550ºC e mais acentuado a 650ºC, ambas sob o mesmo período de 200 horas, referindo-se respectivamente às amostras E52 e E62.

Conforme verificado no gráfico da Figura 4.8 e de acordo com os gráficos apresentados nas Figuras 4.9(a-c), pressupõe-se que tenha ocorrido um aumento na

fração volumétrica de fases intermetálicas em decorrência da diminuição do percentual de ferrita (δ) observado em função do aumento da temperatura e do tempo de envelhecimento e a consequente redução da permeabilidade magnética (μ), resultando em um comportamento ferromagnético inferior deste material (MAGNABOSCO, 2009). 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).

Tavares *et al.* (2010) e Camerini *et al.* (2015) mostraram ser possível identificar as alterações sofridas pela permeabilidade magnética (μ) das amostras através das curvas de magnetização. Tavares *et al.* (2010) estudaram o AID UNS S31803 utilizando medidas de um ferritoscópio, observando que as leituras de permeabilidade (μ) mostradas no aparelho foram influenciadas pela formação da fase sigma (σ). Camerini *et al.* (2015) ao analisar o AISD UNS S32750 utilizando a técnica de correntes parasitas, identificaram que a formação da fase sigma (σ) provocou uma redução na permeabilidade magnética (μ).

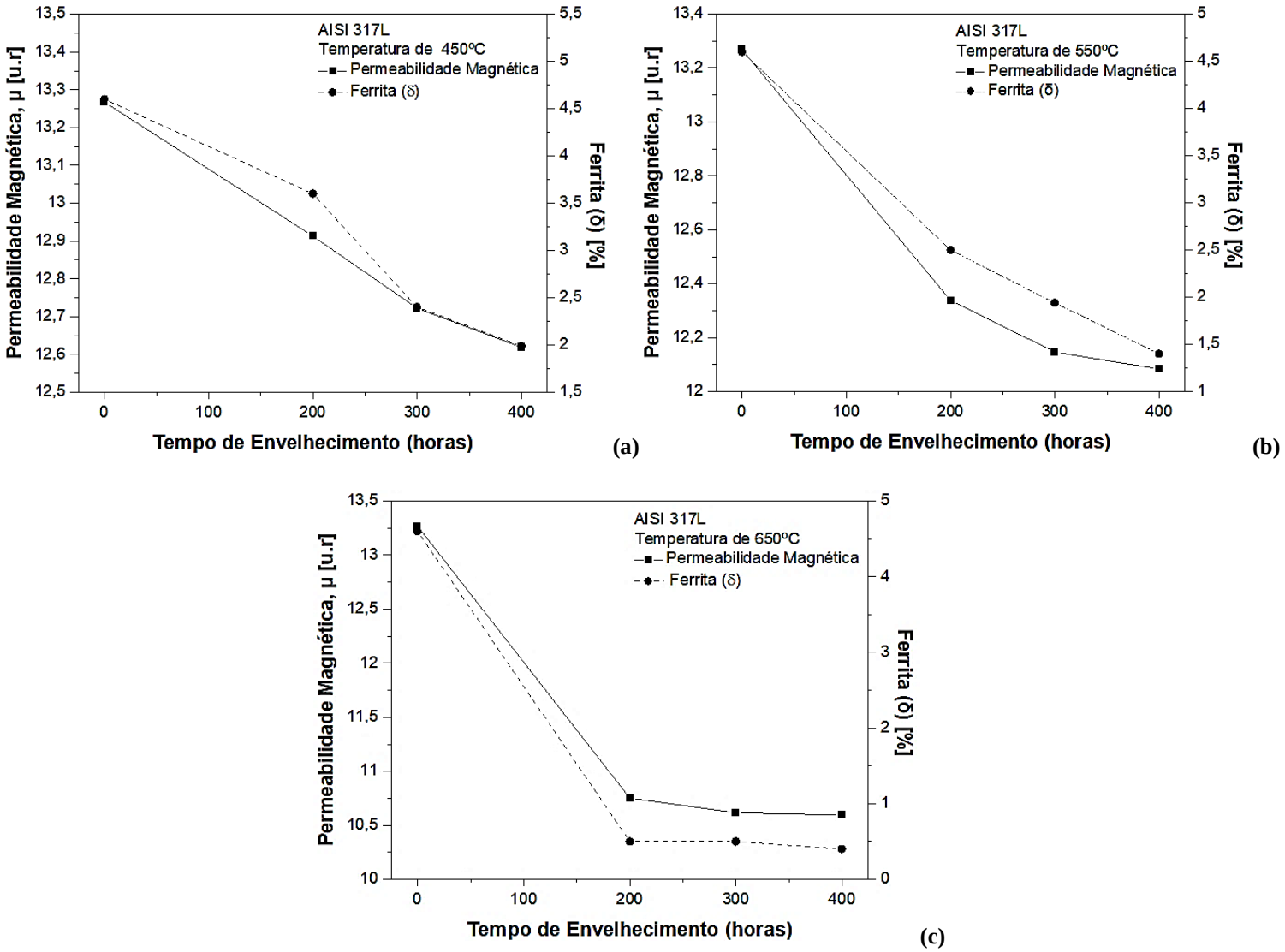


Figura 4.9 – Permeabilidade magnética (μ) e ferrita (δ) em função do tempo de envelhecimento. (a) 450°C, (b) 550°C e (c) 650°C.

A partir do gráfico da Figura 4.10, nota-se que a permeabilidade magnética (μ) exibe um perfil bastante similar ao do ângulo de inclinação magnética (θ). Pode ser observado que a permeabilidade magnética (μ) diminui consideravelmente com o aumento da temperatura e em menor proporção com o tempo de envelhecimento. Tal fato, como foi explicado, pode estar associado à redução do teor de ferrita (δ) (fase ferromagnética), decompondo-se e originando a fase sigma (σ) (fase paramagnética). As variações apresentadas pelo ângulo de inclinação magnética (θ) são diretamente proporcionais àquelas ocorridas para permeabilidade magnética (μ). Logo, acredita-se que os fatores que contribuíram para este comportamento da permeabilidade magnética (μ) estejam relacionados às variações apresentadas pelo ângulo de inclinação magnética (θ). Sendo assim, foi observado que quanto mais severa a condição de envelhecimento

(relativo às temperaturas e tempos mais elevados cujas amostras foram submetidas) menor a permeabilidade (μ) do material e do ângulo (θ), bem como, verificou-se comportamento semelhante ao observar as variações do teor de ferrita (δ) (Figura 4.8) sob tais condições de envelhecimento (TAVARES *et al.*, 2000; MAGNABOSCO, 2009; CAMERINI *et al.*, 2018).

Deste modo, ressalta-se que os valores exibidos pelo ângulo de inclinação magnética (θ) e permeabilidade magnética (μ) apresentaram um comportamento bastante similar, posto que, seus valores reduziram à medida que o teor de ferrita (δ) também decrescia, convergindo, desta forma, com os resultados encontrados por Farneze (2016).

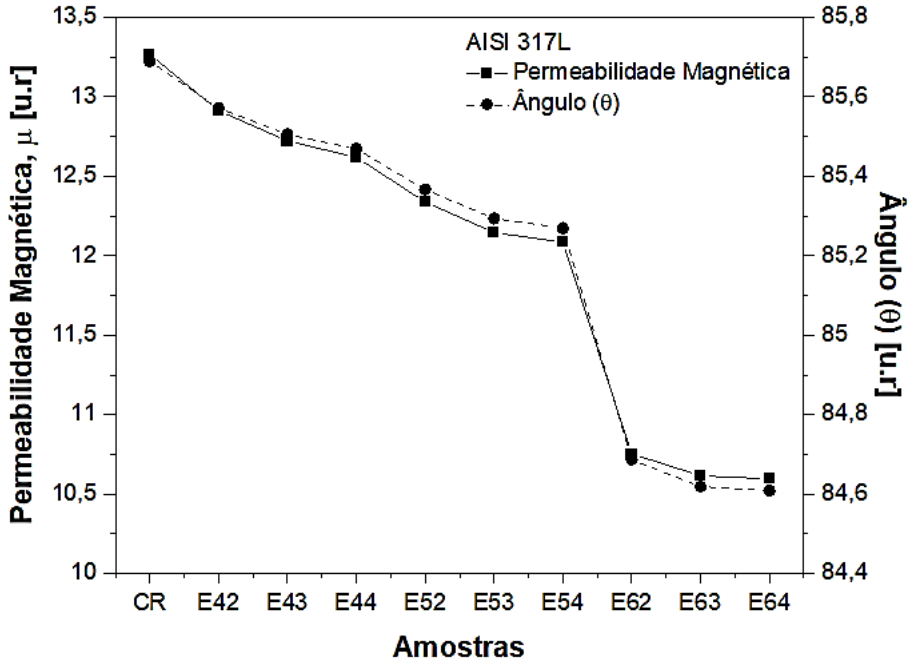


Figura 4.10 – Permeabilidade magnética (μ) e ângulo de inclinação magnética (θ) em função das condições de envelhecimento térmico das amostras.

4.2.3 Permeabilidade magnética (μ) x Dureza (HV)

As Figuras 4.11(a-c) exibem os valores de permeabilidade magnética (μ) e dureza (HV) para as temperaturas de 450°C, 550ºC e 650ºC nos tempos de envelhecimento de 200 horas, 300 horas e 400 horas. O eixo das abscissas mostra os tempos de envelhecimento. No eixo das ordenadas à esquerda são apresentados os valores de permeabilidade magnética (μ), em unidades relativas [u.r], e no eixo das ordenadas à direita estão os valores de dureza (HV).

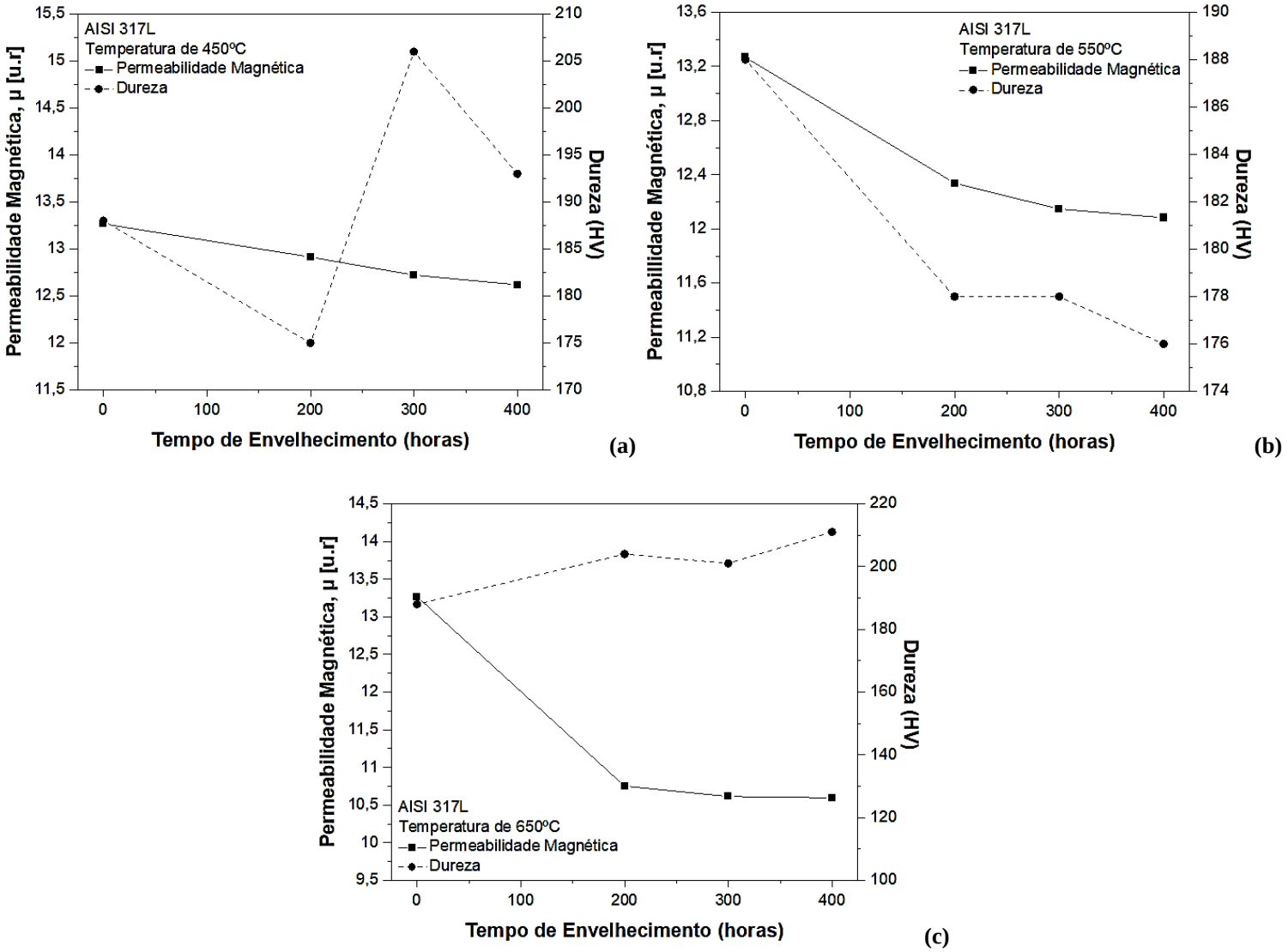


Figura 4.11 – Permeabilidade magnética (μ) e dureza em função do tempo de envelhecimento. (a) 450°C, (b) 550°C e (c) 650°C.

Pela análise da Figura 4.11(a), verifica-se que a 450ºC os valores de permeabilidade magnética (μ) apresentam reduções contínuas com o aumento do tempo de envelhecimento. Este fato pode estar associado à precicipação da fase alfa linha (α').

Segundo Pardal (2009) a fase alfa linha (α') dificulta a movimentação das paredes dos domínios magnéticos durante a aplicação de um campo magnético externo, resultando consequentemente, em uma redução da permeabilidade (μ). Silva *et al.* (2014) também conseguiram relacionar a precipitação da fase alfa linha (α') com a dificuldade de movimentação dos domínios magnéticos devido à formação desses precipitados fisicamente dispersos dentro do material. Esta fase provocou redução nos

valores de permeabilidade magnética (μ) do aço AID UNS S31803 por dificultar o movimento das paredes dos domínios.

Com relação à dureza, ocorreu um salto verificado para o tempo de envelhecimento de 300 horas sob esta temperatura, o que poderia estar relacionado à precipitação da fase alfa linha (α'), assim como, ao aumento da coercividade (H_c) em 300 horas e 400 horas (vide Figura 4.6). Cullity e Graham (2009) destacam que quanto maior a coercividade (H_c), a dureza do material também aumenta. De acordo com Tavares *et al.* (2000), a precipitação da fase alfa linha (α') pode induzir um endurecimento progressivo do material.

Observa-se na Figura 4.11(b) que, à temperatura de 550ºC, os valores de permeabilidade magnética (μ) reduziram com o aumento do tempo de envelhecimento. Já os valores de dureza se mantiveram constantes entre 200 horas e 300 horas, todavia, houve uma diminuição da dureza no tempo de envelhecimento de 400 horas nesta temperatura. Pode ser destacado, ainda, uma queda nos valores de dureza da amostra E44 (450ºC-400h) para E54 (550ºC-400h). Pressupõe-se que este fato tenha ocorrido devido à redução da fração volumétrica da fase alfa linha (α'), provocando diminuição dos valores da dureza a 550ºC em relação a 450ºC no período de 400 horas.

Na Figura 4.11(c) são apresentados os valores de dureza e permeabiliade magnética (μ) para a temperatura de 650°C. Pela análise da Figura 4.11(c) é possível verificar que os valores de permeabilidade magnética (μ) caíram sucessivamente, ainda que de forma sutil, com o aumento do tempo de envelhecimento. A amostra envelhecida por 400 horas exibiu maior dureza, todavia, à esta temperatura ocorreu a menor permeabilidade magnética (μ). De um modo geral, ressalta-se que os valores de permeabilidade magnética (μ) foram mais baixos na temperatura de 650ºC quando comparado às amostras expostas a 450ºC e 550ºC. Portanto, salienta-se que a redução do teor ferrita (δ) e o consequente aumento da fase sigma (σ) pode ter ocasionado este comportamento em que é observada uma elevação da dureza, verificando-se um salto (pico) no tempo de envelhecimento de 400 horas, diferentemente do que ocorre com a permeabilidade magnética (μ) onde esta apresenta seu valor mais baixo dentre todas as condições de envelhecimento deste estudo (TAVARES *et al.*, 2000; MAGNABOSCO, 2009; CAMERINI *et al.*, 2018).

4.2.4 Campo Coercitivo (H_c) x Dureza (HV)

Uma análise particular também foi realizada em torno do campo coercitivo (H_c). Os gráficos das Figuras 4.12(a-c) exibem o comportamento desta propriedade magnética em função da dureza apresentada pelas amostras submetidas às temperaturas de 450ºC, 550ºC e de 650ºC em 200 horas, 300 horas e 400 horas.

Nota-se que à temperatura de 450ºC o campo coercitivo (H_c) cresce com o aumento do tempo de envelhecimento. Sob esta temperatura, a maior medida de dureza é verificada no tempo de envelhecimento de 300 horas. Este comportamento pode estar associado à precipitação da fase alfa linha (α') acarretando o aumento do campo coercitivo (H_c), bem como, da dureza. Entretanto, o campo coercitivo (H_c) atinge seu pico quando o material é submetido à 400 horas. Assim, é relevante destacar que a partir de outros estudos foi constatado que a precipitação da fase alfa linha (α'), no aço inoxidável duplex UNS S31803, aumentou a coercitividade (H_c) e a dureza do material após tratamento térmico a 475ºC (PEDROSA; TEODÓSIO *et al.*, 2001; MÉSZÁROS; SZABÓ, 2005).

Com relação às amostras submetidas a 550ºC o campo coercitivo (H_c) apresenta reduções contínuas conforme o material é submetido a maiores tempos de envelhecimento. Observa-se que a menor dureza exibida nesta temperatura é referente à amostra exposta à 400 horas, assim como, é exibido o menor valor para o campo coercitivo (H_c). Tal fato estaria relacionado à ausência ou uma menor fração volumétrica da fase alfa linha (α') a 550ºC e sob esta temperatura a fragilização do material, promovida pela precipitação da fase alfa linha (α'), é menor em relação a 450ºC. Pode ser pressuposto que uma maior fração volumétrica da austenita (γ), quando comparada às amostras submetidas a 450ºC, e a precipitação do carbeto de cromo ($M_{23}C_6$) sob esta condição de envelhecimento também poderiam explicar o decréscimo do campo coercitivo (H_c) (TAVARES; PARDAL *et al.*, 2010; FARNEZE, 2016).

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 (H_c), todavia, também apresentaram maiores valores de dureza. Neste caso, acredita-se que a redução brusca do campo coercitivo (H_c) seja em virtude da decomposição da ferrita (δ) e precipitação de fases intermetálicas paramagnéticas. O aumento da fração volumétrica da austenita (γ), em relação às condições de envelhecimento anteriores, e a precipitação do carbeto de cromo ($M_{23}C_6$) nas amostras envelhecidas a 650ºC seriam outros fatores a

associar à redução do campo coercitivo (H_c), visto que, ambas fases são paramagnéticas (TAVARES; PARDAL *et al.*, 2010; FARNEZE, 2016).

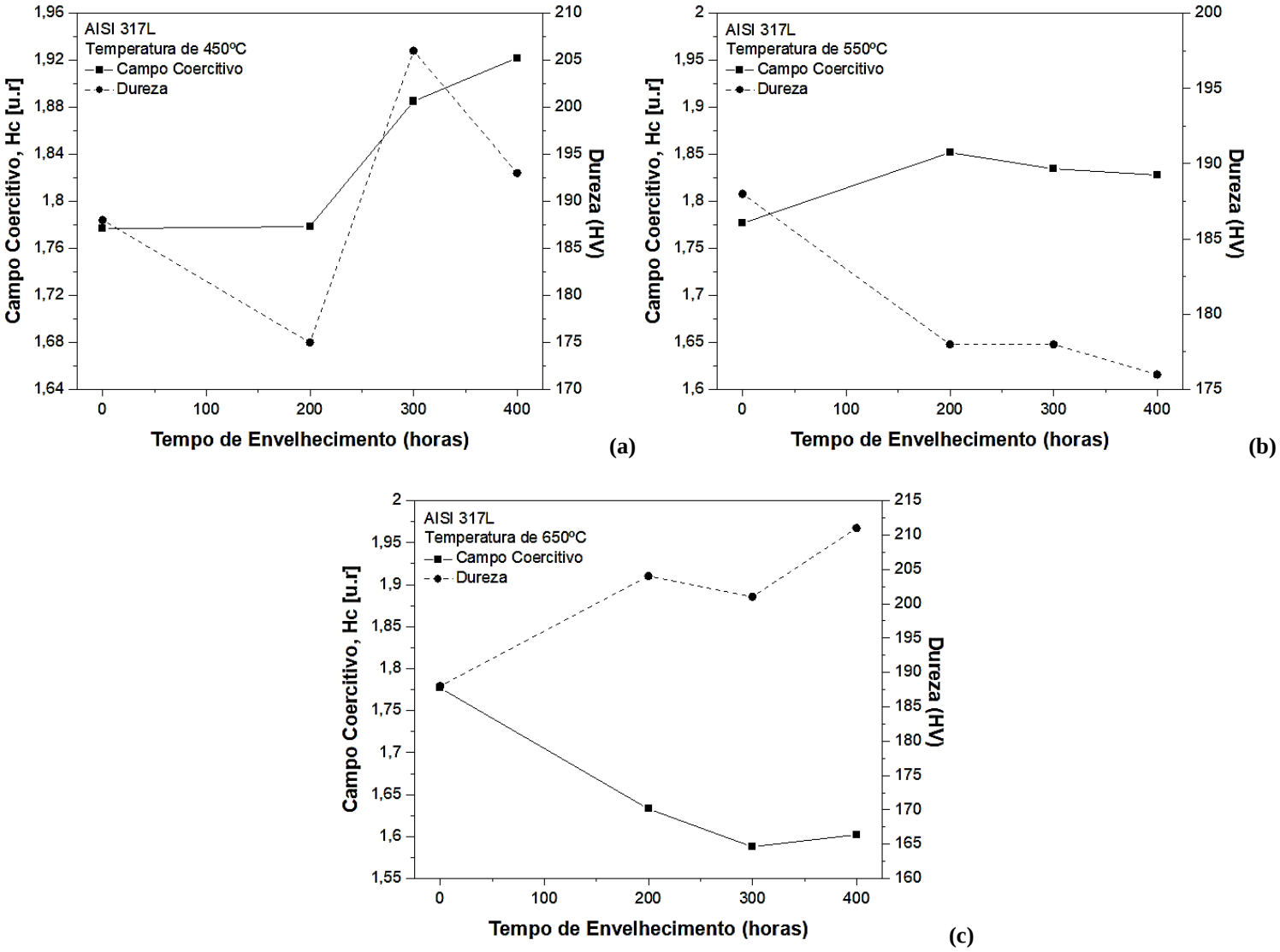


Figura 4.12 – Campo coercitivo (H_c) e dureza em função do tempo de envelhecimento.
(a) 450°C, (b) 550°C e (c) 650ºC.

A partir do uso de ferramentas computacionais é possível elaborar inúmeros tipos de gráficos. Deste modo, utilizou-se um software específico a fim de representar o comportamento entre os valores de dureza (HV) e campo coercitivo (H_c), ilustrado na Figura 4.13, objetivando realizar uma aproximação geométrica de maior acurácia com base nos dados coletados.

Este software relacionou o ajuste de dados experimentais a uma curva e dentre os vários modelos de ajuste de curvas (também chamado de regressão) aquele que retratou os dados de maneira mais conveniente, ou seja, que melhor caracterizou a relação entre as

variáveis dureza (HV) em função do campo corecitivo (H_c) foi o de ajuste quadrático. Destaca-se que, ao traçar o gráfico, foi obtida uma equação que exprimiu matematicamente a relação entre as variáveis estudadas. Cabe mencionar que cada ponto do gráfico de dispersão é relativo às condições em que as amostras foram analisadas neste estudo, conforme indicado na Figura 4.13.

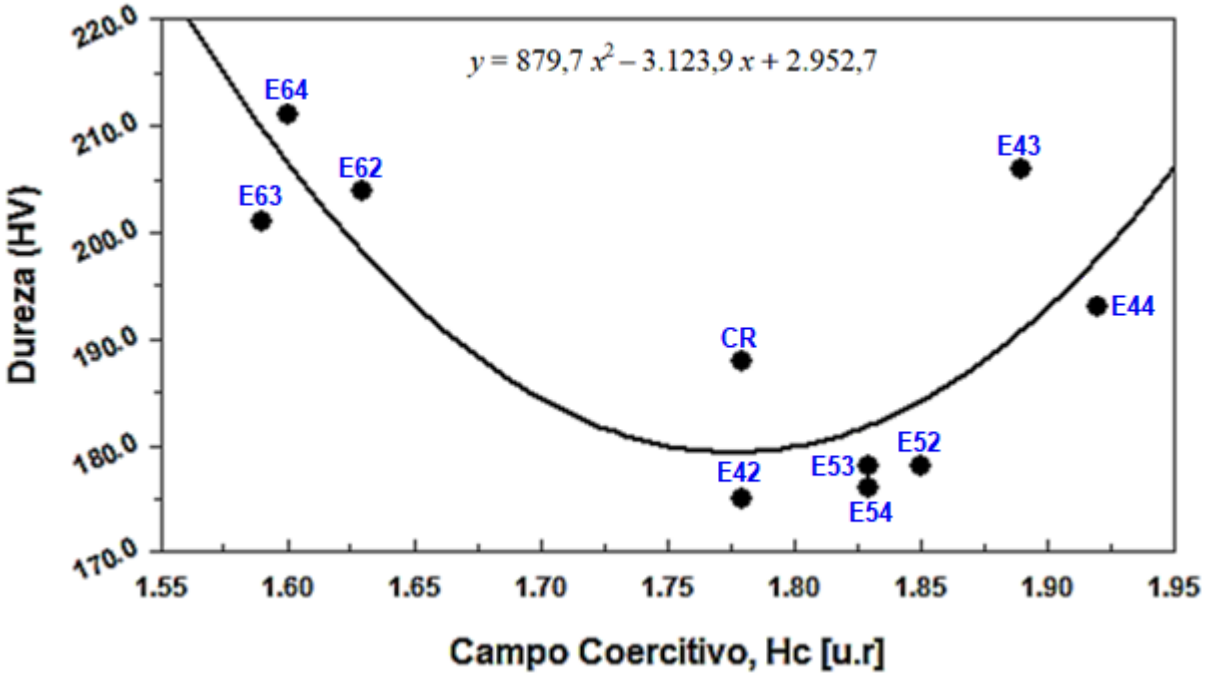


Figura 4.13 – Correlação entre dureza (HV) e campo coercitivo (H_c), ajuste quadrático.

Sendo assim, no que concerne à relação entre o campo coercitivo (H_c) e dureza (HV) das amostras envelhecidas, observa-se à medida que o campo coercitivo (H_c) aumenta, a partir de 1,78 [u.r], a dureza (HV) também aumenta. Entretanto, para valores de campo coercitivo (H_c) abaixo de 1,78 [u.r], foi verificada mais uma vez a elevação da dureza (HV). Este comportamento pode ser explicado segundo às condições de temperatura e tempo no qual o material foi submetido, bem como, devido à microestrutura formada em decorrência de tais condições de envelhecimento. Os valores de dureza (HV) e campo coercitivo (H_c) exibidos pelas amostras sugerem que a microestrutura apresentada por estas amostras é um fator relevante sobre as propriedades mecânicas e magnéticas.

Neste sentido, a correlação entre as variáveis presentes no gráfico da Figura 4.13 assinala que embora as amostras CR e E42 possuam iguais valores de campo coercitivo (H_c), a dureza desta primeira é maior em relação à E42. Logo, o tratamento térmico pode

ter sido responsável por reduzir a dureza da amostra envelhecida em virtude de alterações microestruturais. Ressalta-se que sob 450ºC, o período de 200 horas não tenha sido suficiente para promover o aumento da dureza como ocorreu com as amostras submetidas ao tempo de envelhecimento de 300 horas e 400 horas nesta mesma temperatura.

Por conseguinte, no que se refere ao estudo de Farneze (2016) acerca do aço inoxidável austenítico AISI 317L, o aspecto microestrutural e a composição química das fases identificadas por *EDS* para a condição CR são apresentados, nesta ordem, na Figura 4.14 e Tabela 4.3 onde é verificado nos pontos analisados apenas austenita (γ) e ferrita (δ). Com relação à amostra E42, a Tabela 4.4 mostra que os pontos destacados na Figura 4.15 revelaram austenita (γ) e fases intermetálicas (FI). Evidencia-se que em nenhum ponto exibido nesta tabela foi identificada a presença de ferrita (δ). Deste modo, o aparecimento de fases intermetálicas (FI) com percentuais de Cr e Mo mais altos que da matriz austenítica (γ) podem indicar a precipitação das fases alfa linha (α') e chi (χ).

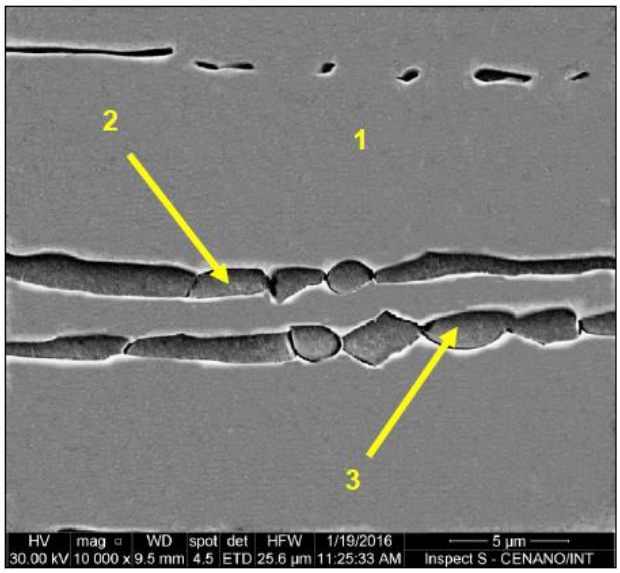


Figura 4.14 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L na condição CR. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016).

Tabela 4.3 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao aço AISI 317L na condição CR – % em peso (FARNEZE, 2016).

Pontos	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fase
1	64,84	18,49	10,56	3,75	1,54	0,82	γ
2	63,90	19,92	9,13	4,85	1,52	0,68	δ
3	63,20	23,58	6,53	3,94	1,31	1,40	δ

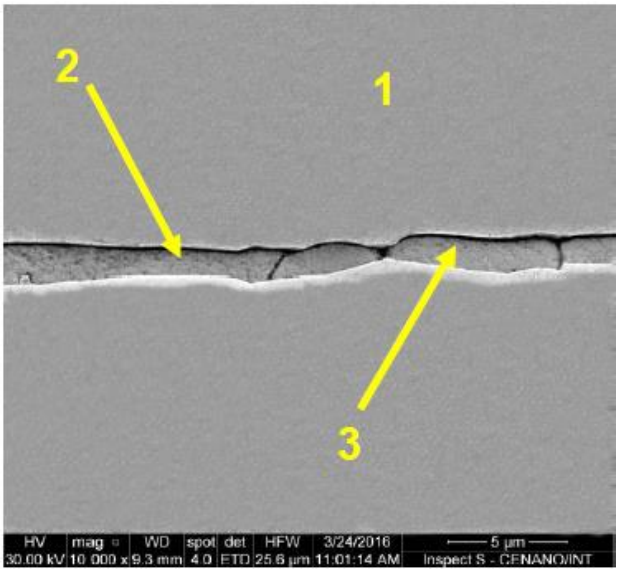


Figura 4.15 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L envelhecido termicamente por 200 horas a 450ºC. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016).

Tabela 4.4 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao aço AISI 317L envelhecido a 450ºC por 200 horas – % em peso (FARNEZE, 2016).

Pontos	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fase
1	65,13	18,08	11,54	3,23	1,30	0,72	γ
2	62,69	22,99	6,01	6,30	1,17	0,56	FI
3	62,50	23,15	6,50	6.08	1,23	0,49	FI

As amostras E44 e E43, nesta ordem, apresentaram os valores mais elevados de campo coercitivo (H_c). O aspecto microestrutural da amostra submetida a 450ºC no tempo de envelhecimento de 400 horas (E44) e análise por *EDS* são apresentados, respectivamente, pela Figura 4.16 e Tabela 4.5, resultantes do trabalho de Farneze (2016). A partir desta figura, é possível notar a ferrita (δ) em precipitados muito finos (ponto 3). Neste sentido, pressupõe-se que tais valores de campo coercitivo (H_c) estejam relacionados à precipitação da fase alfa linha (α'), visto que, a precipitação desta fase cúbica de corpo centrado (CCC), rica em Cr e que possui o mesmo parâmetro de rede da ferrita (δ) é atribuída à decomposição espinodal da ferrita (δ), podendo ser considerada uma possível causa do endurecimento do material (TAVARES; TERRA *et al.*, 2005; LO *et al.*, 2009; SAHU *et al.*, 2009).

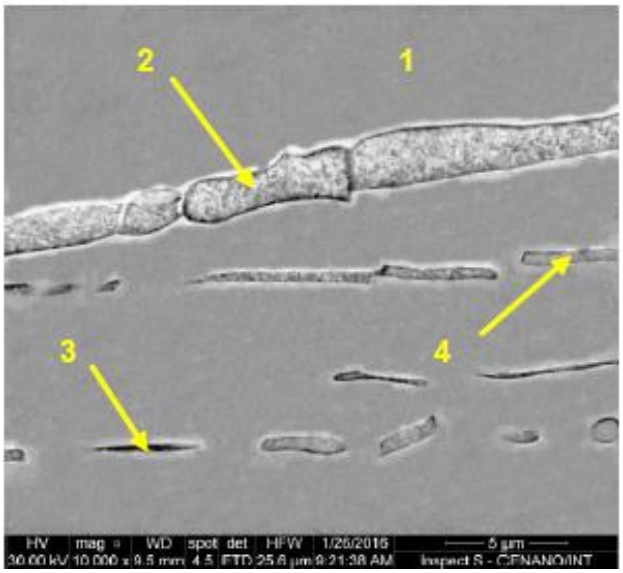


Figura 4.16 – Imagem obtida por MEV da microestrutura do aço AISI 317L envelhecido termicamente por 400 horas a 450ºC. Ataque: Behara (FARNEZE, 2016).

Tabela 4.5 – Composição química das fases identificadas por *EDS* referente ao aço AISI 317L envelhecido a 450ºC por 400 horas – % em peso (FARNEZE, 2016).

Pontos	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Fase
1	65,62	18,29	10,25	3,65	1,40	0,79	γ
2	62,52	23,23	6,09	6,09	1,19	0,88	FI
3	64,04	20,49	8,25	4,86	1,47	0,89	δ
4	64,41	21,62	7,00	5,08	1,33	0,58	FI

Contudo, as amostras expostas a 550ºC exibiram valores de dureza mais baixos em comparação às demais amostras, exceto em relação à E42. Entretanto, observam-se significativos valores de campo coercitivo (H_c), porém, abaixo somente daqueles expostos pelas amostras E44 e E43. Presume-se que sob a temperatura de 550ºC as amostras ainda contenham considerável fração volumétrica da fase alfa linha (α') em razão dos valores de campo coercitivo (H_c) apresentados.

As amostras submetidas a 650ºC revelaram elevada dureza, todavia, exibiram os mais baixos valores de campo coercitivo (H_c). Acredita-se que o aumento da dureza seja promovido pelas fases sigma (σ) e chi (χ) (PARDAL, 2009). Tais fases são paramagnéticas, deste modo, acarretam a redução do campo coercitivo (H_c). No entanto, o aumento da fração volumétrica da austenita (γ) em relação às condições de envelhecimento anteriores e a precipitação do carbeto de cromo ($M_{23}C_6$) nas amostras

envelhecidas a 650ºC também seriam fatores importantes associados à redução do campo coercitivo (H_c), visto que, ambas fases são paramagnéticas (TAVARES; PARDAL *et al.*, 2010; FARNEZE, 2016; HUALLPA *et al.*, 2016). Sendo assim, sob esta condição de envelhecimento, dureza (HV) e coercitividade (H_c) mostraram uma correlação inversamente proporcional.

4.3 Ruído Magnético de Barkhausen (RMB)

Verificam-se, na Figura 4.17, os resultados a partir de medições pelo Ruído Magnético de Barkhausen (RMB), estabelecendo uma relação entre RMS_{RMB} (V) e as condições de envelhecimento térmico.

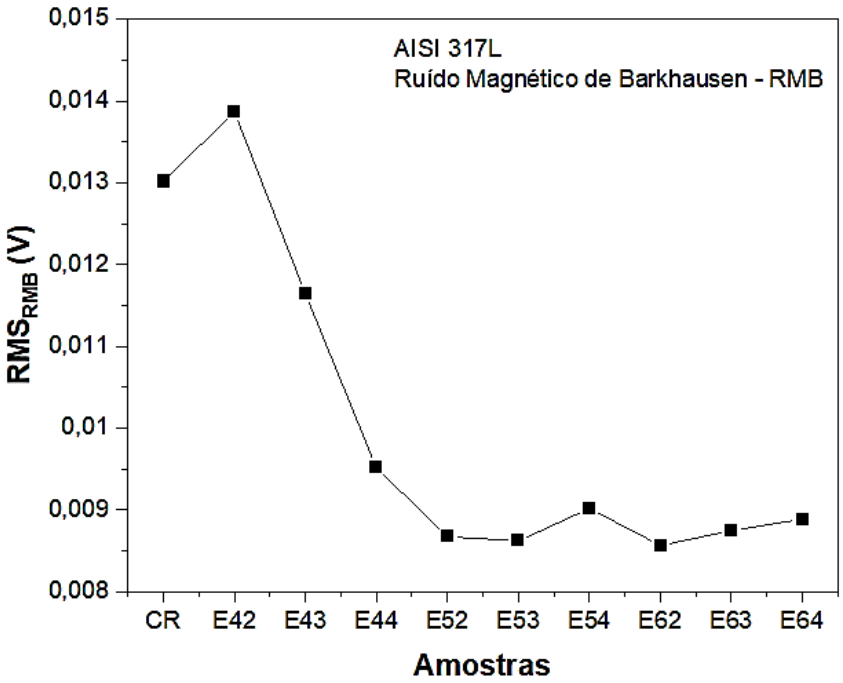


Figura 4.17 – Valores do RMS_{RMB} (V) das amostras analisadas.

É possível notar, em um âmbito geral, a queda do sinal RMS_{RMB} (V) com a elevação da temperatura, todavia, são observadas sucessivas reduções a 450ºC relativas ao aumento do tempo de envelhecimento. Tal ocorrência está associada à possível decomposição da ferrita (δ) e à precipitação de fases intermetálicas paramagnéticas, podendo corresponder às fases sigma (σ), chi (χ) e carbeto $M_{23}C_6$ (HUALLPA *et al.*,

2016), convergindo com os resultados apresentados por Farneze (2016) nas medidas realizadas através do ferritoscópio. Uma pequena ascensão do sinal RMS_{RMB} (V) da amostra E42 em relação à amostra CR é verificada. Nesta condição em que a amostra foi submetida a um envelhecimento térmico a 450ºC por 200 horas, nota-se um pico do valor RMS_{RMB} (V) que pode estar relacionado à precipitação da fase alfa linha (α'), que é ferromagnética.

No gráfico da Figura 4.18, observam-se os perfis do RMS_{RMB} (V) referentes às diferentes temperaturas cujo aço AISI 317L foi submetido. Logo, pode ser verificada uma redução significativa do sinal do Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) com o aumento do tempo de tratamento térmico a 450ºC, indicando uma possível diminuição nos teores de fases ferromagnéticas. Os valores do RMS_{RMB} (V) reduziram bastante a 550ºC e 650ºC, pressupõe-se a existência de uma menor fração volumétrica de ferrita (δ), bem como, ao decréscimo acentuado ou ausência da fase alfa linha (α') em temperaturas superiores a 450ºC (HUALLPA *et al.*, 2016).

A correspondência entre microestrutura e a resposta magnética de aços inoxidáveis foi objeto de alguns estudos desenvolvidos por Tavares e colaboradores. No trabalho de Tavares *et al*. (2003) sobre um aço inoxidável duplex, propriedades magnéticas como magnetização de saturação ($B_{máx}$), indução de remanência (B_r) e coercitividade (H_c) foram analisadas com o propósito de correlacioná-las à microestrutura do material de estudo, considerando a resposta magnética obtida em função da proporção δ/γ. Em Tavares *et al*. (2010) dois métodos magnéticos foram utilizados a fim de detectar a fase sigma (σ), precipitada a partir de tratamentos térmicos cujo aço inoxidável duplex UNS S31803 foi submetido, sendo eles: medições de saturação magnética (M_s) e uso do ferritoscópio. Os autores observaram que ambos os métodos foram considerados sensíveis à pequenas porcentagens de fase sigma (σ) na microestrutura. E conforme Tavares *et al*. (2000), alterações nas propriedades magnéticas do aço UNS S31803 foram usadas para investigar a decomposição da ferrita (δ) em função de altas (800ºC) e baixas temperaturas (475ºC).

Mészáros e Szabó (2005) também relataram a mudança dos parâmetros magnéticos que ocorre com a alteração na fração volumétrica da fase ferromagnética. Os autores, no entanto, não tentaram associar uma variação na fração de ferrita (δ) com a resposta magnética medida. Neste caso, a mudança foi medida em função da temperatura do tratamento térmico.

Por outro lado, a fase sigma (σ) formada por uma reação de decomposição da ferrita (δ) causa uma redução na quantidade de constituintes ferromagnéticos. Tal fato poderia explicar a brusca queda no sinal do RMS_{RMB} (V) para as temperaturas mais elevadas deste estudo. Nota-se a partir do gráfico exibido na Figura 4.8 que à medida que a temperatura aumenta, o teor de ferrita (δ) diminui consideravelmente. Como resultado, observou-se também na Figura 4.18 um decréscimo na intensidade do RMS_{RMB} (V) com o aumento da temperatura. Ressalta-se que a diminuição na fração volumétrica de ferrita (δ) pode ser atribuída não apenas à fase sigma (σ) mas também à outras fases paramagnéticas ou ainda à fases menos ferromagnéticas (HUALLPA *et al.*, 2016).

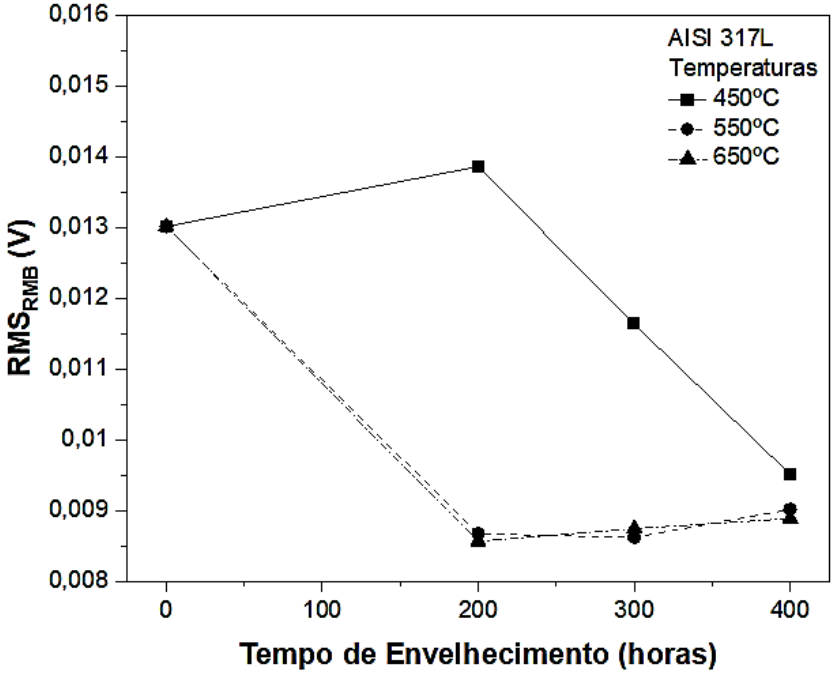


Figura 4.18 – Variação do RMS_{RMB} (V) do aço AISI 317L com o tempo de envelhecimento a 450ºC, 550ºC e 650ºC.

CAPÍTULO 5
CONCLUSÕES

Este estudo, que objetivou avaliar os efeitos das alterações microestruturais produzidas no aço inoxidável austenítico AISI 317L quando envelhecido a 450°C, 550°C e 650°C por períodos de até 400 horas utilizando técnicas não destrutivas através da dureza (*UCI*) e medições eletromagnéticas, revelou que:

1. A amostra submetida a 650ºC por 400 horas (E64) apresentou o pico de dureza dentre todas as condições de envelhecimento térmico deste estudo. Acredita-se que este pico da dureza possa estar associado à fase intermetálica sigma (σ), bem como, chi (χ) e/ou laves (η). Entretanto, a amostra E43 exibiu a segunda maior medida de dureza mas, neste caso, a elevada dureza poderia ser atribuída à precipitação da fase alfa linha (α') a partir da ferrita (δ) por decomposição espinodal (sugerindo a ocorrência do fenômeno de fragilização a 475ºC).

2. Com relação ao ciclo de histerese, verificou-se que a 450ºC o campo coercitivo (H_c) cresceu com o aumento do tempo de envelhecimento. Nesta mesma temperatura e sob o tempo de envelhecimento de 400 horas (E44) o material apresentou um pico do campo coercitivo (H_c), este fato pode estar associado à precipitação da fase alfa linha (α').

3. Os valores do campo coercitivo (H_c) para as amostras submetidas a 650ºC foram mais baixos quando comparados às amostras envelhecidas a 450ºC e 550ºC, todavia, também apresentaram maiores valores de dureza. Neste caso, pressupõe-se que a redução brusca do campo coercitivo (H_c) seja em virtude da diminuição ou ausência da fase alfa linha (α') e que nesta temperatura tenha ocorrido a precipitação da fase sigma (σ) formada a partir da ferrita (δ).

4. A permeabilidade magnética (μ) do AIA AISI 317L reduziu com o aumento da temperatura, assim como ocorreu com a indução de remanência (B_r), e ainda que de modo sutil com o tempo de envelhecimento. Acredita-se que este fato tenha ocorrido devido ao aumento na fração volumétrica da fase sigma (σ) em

decorrência da diminuição do percentual de ferrita (δ), bem como, em virtude das alterações nas proporções entre δ/γ.

5. À temperatura de 450ºC os valores de permeabilidade magnética (μ) apresentaram reduções contínuas com o aumento do tempo de envelhecimento. Este fato pode estar associado à precicipação da fase alfa linha (α') que dificulta a movimentação das paredes dos domínios magnéticos durante a aplicação de um campo magnético externo, resultando consequentemente, em uma redução da permeabilidade magnética (μ).

6. A permeabilidade magnética (μ) exibiu um perfil bastante similar ao do ângulo de inclinação magnética (θ). Tal fato, como foi explicado, pode estar relacionado à redução do teor de ferrita (δ) (fase ferromagnética), decompondo-se e originando a fase sigma (σ) (fase paramagnética). Sendo assim, observou-se que as variações apresentadas pelo ângulo de inclinação magnética (θ) são diretamente proporcionais àquelas ocorridas para permeabilidade magnética (μ).

7. O decréscimo no valor do RMS_{RMB} (V) está relacionado ao menor teor de ferrita (δ), a diminuição estaria também associada à precipitação de fases secundárias (FS) paramagnéticas, tais como sigma (σ), chi (χ) e carbeto $M_{23}C_6$.

8. O pico do RMS_{RMB} (V), observado na amostra E42, pode ser referente à possível precipitação da fase alfa linha (α') que é ferromagnética.

9. As medições magnéticas através do uso das técnicas de Permeametria e Ruído Magnético de Barkhausen, e o ensaio de dureza Vickers baseado no princípio da impedância ultrassônica de contato (*Ultrasonic Contact Impedance – UCI*), como avaliações não destrutivas, foram relevantes como análise complementar da microestrutura do material de estudo, convergindo com resultados apresentados nas técnicas convencionais.

CAPÍTULO 6
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Validar a aplicação da técnica de Polarização Eletroquímica de Reativação Cíclica (PERC) pelo uso de célula portátil no aço AISI 317L, realizando-se uma análise comparativa com o ensaio de PERC convencional.

2. Efetuar, adicionalmente, o uso de réplicas metalográficas na superfície avaliada a fim de comparar os resultados obtidos com as técnicas abordadas neste trabalho.

3. Realizar ensaios de polarização cíclica anódica e de *CPT* nas condições de envelhecimento deste estudo, com o intuito de analisar o potencial e a temperatura crítica na formação de pites.

4. Executar estudos através da microscopia eletrônica de transmissão (MET), nas condições de tratamento térmico da vigente pesquisa, com o propósito de melhor caracterizar as fases intermetálicas precipitadas.

5. Realizar a caracterização do tamanho de grão, das amostras deste trabalho, através de métodos não destrutivos como Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) e/ou correntes parasitas.

6. Analisar as envolventes do sinal RMS_{RMB} (V), em função do tempo, para a amostra CR correlacionando-a à amostra envelhecida que apresentou o maior valor do sinal RMS_{RMB} (V). Estabelecer uma comparação entre os picos (menor e o maior) de tais amostras, objetivando verificar a presença de fase ferromagnética dura e mole aos picos exibidos pelas amostras, bem como, a relação da área das envolventes com o teor de ferrita (δ).

CAPÍTULO 7
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALHEGAGI, F. A. 475°C Embrittlement in Stainless Steels. *International Journal of Scientific & Engineering Research*, Volume 6, Issue 9. 2015.

ALMEIDA, A. A., RODRIGUES-JR, D. L., PERASSA, L. S. P., LEICHT, J., & LANDGRAF, F. J. G. Anomalous loss hysteresis loop. *Materials Research*, 17(2), 494–497. 2014. doi:10.1590/s1516-14392014005000020.

APERAM. AISI 317L – *Aço Inoxidável Austenítico ao Molibdênio*. Disponível em: <https://brasil.aperam.com/wp-content/uploads/2015/11/AISI-317L-A%C3%A7o-Inoxid%C3%A1vel-Austen%C3%ADtico-ao-Molibd%C3%AAnio.pdf>. Acesso em: Jun. 2019.

ASM HANDBOOK. *Corrosion,* v.13. 9 ed. ASM International. 1987.

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

DAVIS. J.R. *ASM Specialty Handbook: Stainless Steels*. ASM International. 1994.

ASTM INTERNATIONAL. *A 240: Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications*, 2011.

AZOM. *Stainless Steel – Grade 316* (UNS S31600). Disponível em: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=863>. Acesso em: Jun. 2019.

BARBOSA, J. S., SCHAEFFER, L., ESSWEIN, J. A. L. JR., CERVA, L. L., DIAS, M. M. *Influência da variação do teor de resina nas propriedades magnéticas de compósitos magnéticos macios aplicados a núcleos de máquinas elétricas*. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS - CBECIMAT, 18. Anais. Porto de Galinhas – PE, 2008.

BOHN, F. *Propriedades estatísticas do ruído Barkhausen em materiais magnéticos artificialmente estruturados.* Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2009.

CALDAS-MORGAN, M.; PADOVESE, L. R. Fast detection of the magnetic easy axis on steel sheet using the continuous rotational Barkhausen method. *NDT & E International*, 45(1), p. 148–155. 2012. doi:10.1016/j.ndteint.2011.10.003.

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

CAMERINI, C. G., SILVA, V. M. A., SOARES, I. A., SANTOS, R. W. F., RAMOS, J. E., SANTOS, J. M. C., & PEREIRA, G. R. Ferrite content meter analysis for delta ferrite evaluation in superduplex stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*. 2018. doi:10.1016/j.jmrt.2018.06.005.

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.

CAMPOS, M.F; FRANCO, F.A; SANTOS, R.; SILVA, F.S.; S B RIBEIRO; LINS, J.F.C; PADOVESE, L.R. *Avaliação de superficie cementada de aços com efeito Barkhausen*, In: 19º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS – CBECiMat, Campos do Jordão, SP, Brasil. 2010.

CARBÓ, H.M. *Aços Inoxidáveis: aplicações e especificações*. ArcelorMittal Inox Brasil. 2008.

CLAPHAM, L; KRAUSE, T.W.; OLSEN, H.; MA, B.; ATHERTON, D L.; CLARK, P.; HOLDEN, T. M. Characterization of texture and residual stress in a section of 610 turn pipeline steel. *NDT & E International*, Vol. 28, No. 2, p. 73-82, 1995.

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

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.

DUCHARNE, B.; LE, M. Q.;SEBALD, G.; COTTINET, P. J.; GUYOMAR, D.; HEBRARD, Y. Characterization and modeling of magnetic domain wall dynamics using reconstituted hysteresis loops from Barkhausen noise. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials,* 432, p.231–238. 2017. doi:10.1016/j.jmmm.2017.01.096.

ECKSTEIN, C. B.; MATSUO, T.T.;BEKER, H.A.; JATKOSKI, E.; NAPOLEÃO, M.E. *Envelhecimento de Tubos de Aço Inoxidável 317L em Ambiente de Temperatura Elevada*. In: 11ª CONFERÊNCIA SOBRE TECNOLOGIA DE EQUIPAMENTOS, Ipojuca, PE, Maio, 2011.

ESAB BR. *Apostila de Metalurgia da Soldagem*. 2005.

ESCRIBA, D.M; PADILHA, A.F.; MATERNA-MORRIS, E.;RIETH, M.; KLIMENKOV, M. Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years. *Journal of Nuclear Materials*. n. 362, pp. 132–138, 2007.

FANG, Z.; XIE, N. An analysis of various methods for computing the envelope of a random signal. *Applied Ocean Research*, 17(1),p. 9–19. 1995. doi:10.1016/0141-1187(94)00024-h.

FARIA, R. N; LIMA, L. F. C. P. *Introdução ao Magnetismo dos Materiais*. Editora Livraria da Física, 2005.

FARNEZE, H. N.; TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; BARBOSA, C.; PEREIRA, O. C.; CUNHA, R. P. C. Effects of Aging at 450°C on the Pitting Corrosion Resistance and Toughness of AISI 317L Steel Welded by GTAW and FSW. *Materials Research*, 20(suppl 2), 621–629. 2017. doi:10.1590/1980-5373-mr-2016-1007.

FARNEZE, H.F; TAVARES, S.S.M; PARDAL, J.M; LONDOÑO, A.J.R; PEREIRA, V.F; BARBOSA, C. Effects of Thermal Aging on Microstructure and Corrosion Resistance of AISI 317L Steel Weld Metal in the FSW Process. *Materials Research*, 18(suppl 2), p.98–103. 2015. doi:10.1590/1516-1439.345414.

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.

FARNEZE, Humberto N., TAVARES, Sérgio S. M., PARDAL, Juan M., & SOUZA, Guttemberg C. de. Efeitos do envelhecimento térmico na microestrutura e na resistência à corrosão do metal de solda de aço AISI 317L. *Soldagem & Inspeção*, 19(3), 231-237. 2014. https://doi.org/10.1590/0104-9224/SI1903.05.

FARRAR, J. C. M. *The alloy tree: a guide to low-alloy steels, stainless steels and nockel-base alloys.* New York: Woodhead Publishing Limited, 2004.

FERRANDINI, P. L., RIOS, C. T., DUTRA, A. T., JAIME, M. A., MEI, P. R., & CARAM, R. Solute segregation and microstructure of directionally solidified austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering*: A, 435-436, 139–144. 2006. doi:10.1016/j.msea.2006.07.024.

FERREIRA, R.C. *Estudo da formação da fase sigma em aços inoxidáveis austeníticos – Foco nas ligas 317, 317L e 317LN.* Dissertação de Mestrado em Engenharia de Inspeção de Equipamentos. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre – RS. 2009.

FOLKHARD, E. *Welding Metallurgy of Stainless Steels*. Springer-Verlag Wien New York. 1988.

FRANCISCO, S. L. *Abordagem do ensino de desvio padrão em livros didáticos*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São Carlos. São Carlos. 2013.

FRANCO GRIJALBA, F. A.; PADOVESE, L. R. Non-destructive scanning for applied stress by the continuous magnetic Barkhausen noise method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 446, p. 231–238. 2018. doi:10.1016/j.jmmm.2017.09.036.

FRANK, S. *Mobile Hardness Testing Application Guide for Hardness Testers,* GE Inspection Technologies, USA. 2006.

FRANK, S. TIV (Through-Indenter Viewing) - *New Possibilities of Mobile Hardness Testing,* Agfa NDT GmbH. 2011. Disponível em: <https://www.ndt.net/article/v08n01/frank/frank.htm>. Acesso em: Jun. 2019.

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.

HARTER, I.I.; GRIJALBA, F.F. *Utilização do Ruído Magnético de Barkhausen no Estudo da Influência de Parâmetros de Fresamento no Aço H13*. In: 7º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO. Penedo, RJ, 2013.

HERCULANO, L. F. G. *Desenvolvimento de uma metodologia de ensaio eletroquímico não destrutivo para avaliação da sensitização nos aços inoxidáveis austeníticos*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Ceará, 2004.

HOLMBERG, B. *Stainless Steels: Their properties and their suitability for welding*. 2002.

HSIEH, C.C.; WU, W. (2012). Overview of Intermetallic Sigma (σ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *ISRN Metallurgy*, 1–16. 2012. doi:10.5402/2012/732471.

HUALLPA, E. A.; MONLEVADE, E. F. DE; CAPÓ SÁNCHEZ, J *et al*. Use of Magnetic Barkhausen Noise (MBN) to Follow Up the Formation of Sigma Phase in Saf2205 (UNS S31803) Duplex Stainless Steel. *Materials Research*, 19(5), p.1008–1016. 2016. doi:10.1590/1980-5373-mr-2015-0722.

INTERNATIONAL MOLYBDENUM ASSOCIATION – IMOA. *Practical guidelines for the Fabrication of High Performance Austenitic Stainless Steels*. 2010.

ISHIDA, M.A. *Avaliação comparativa de barras laminadas do aço AISI 316L com e sem tratamento térmico de solubilização*. Dissertação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre – RS. 2009.

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

JUUTI, T., ROVATTI, L., MÄKELÄ, A., KARJALAINEN, L. P., & PORTER, D. Influence of long heat treatments on the laves phase nucleation in a type 444 ferritic stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 616, 250–256. 2014. doi:10.1016/j.jallcom.2014.06.201.

KANEKO, K.; FUKUNAGA,T.; YAMADA, K.; NAKADA, N.; KIKUCHI, M; SAGHI, Z.; BARNARD, J.S.; MIDGLEY, P. A. Formation of $M_{23}C_6$: type precipitates and chromium-depleted zones in austenite stainless steel. *Scripta Materialia*, 65(6), 509–512. 2011. doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.06.010.

KHATAK, H.S. e RAJ, B. *Corrosion of Austenitic Stainless Steels Mechanism, Mitigation and Monitoring*. UK: Woodhead Publishing Limited, 2002.

KOBAYASHI, D.Y.; WOLYNEC, S. Evaluation of the low corrosion resistant phase formed during the sigma phase precipitation in duplex stainless steels. *Materials Research*, 2(4), 239–247. 1999. doi:10.1590/s1516-14391999000400002.

KRAUSE, T. W., CLAPHAM, L., & ATHERTON, D. L. Characterization of the magnetic easy axis in pipeline steel using magnetic Barkhausen noise. *Journal of Applied Physics*, 75(12), p.7983–7988. 1994. doi:10.1063/1.356561.

KUJANP, V.; SUUTALA, N.; TAKALO, T.K.; MOISIO, T.J.I. *Solidification cracking - estimation of the susceptibility of austenitic and austenitic-ferritic stainless steel welds*. 12. 282-285. 1980.

LAI, J. K. L. A review of precipitation behaviour in AISI type 316 stainless steel. *Materials Science and Engineering*, 61(2), 101–109. 1983. doi:10.1016/0025-5416(83)90191-x.

LE MANH, T.; CALEYO, F.; HALLEN, J. M.; ESPINA-HERNÁNDEZ, J. H.; PÉREZ-BENITEZ, J. A. Model for the correlation between magnetocrystalline energy and Barkhausen noise in ferromagnetic materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 454, p.155–164. 2018. doi:10.1016/j.jmmm.2018.01.066.

LEFFLER, B. *Stainless Steel and their properties*. 2010.

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*: R: Reports, 65(4-6), 39–104. 2009. doi:10.1016/j.mser.2009.03.001.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of sigma phase formation in a Duplex Stainless Steel. *Materials Research*, 12(3), 321–327. 2009. doi:10.1590/s1516-14392009000300012.

MCGUIRE, M. F. *Stainless steels for design engineers*. Ohio: ASM International, 2008.

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.

MOORTHY, V., SHAW, B. A., & HOPKINS, P. Surface and subsurface stress evaluation in case-carburised steel using high and low frequency magnetic barkhausen emission measurements. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 299(2), p. 362–375. 2006. doi:10.1016/j.jmmm.2005.04.028.

MOREIRA, E.D. *Avaliação da susceptibilidade à sensitização e à corrosão intergranular em aços inoxidáveis austeníticos para aplicação em biomateriais*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de São João Del-Rei, São João del Rei, 2016.

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

NAGE, D.; MHAISKAR, A. G.; RAMAN, R.; RAJA, V. S. Effect of 0.1 wt% N on the pitting and SCC behaviour of as-welded and post weld heat treated austenitic stainless steel weld. *Trans. Indian Inst. Met*. Vol.57, No. 2, pp. 123-132, 2004.

NESLUŠAN, M., ČÍŽEK, J., ZGÚTOVÁ, K., KEJZLAR, P., ŠRAMEK, J., ČAPEK, J.,… MELIKHOVA, O. Microstructural transformation of a rail surface induced by severe thermoplastic deformation and its non-destructive monitoring via Barkhausen noise. *Wear*, 402-403, p.38–48. 2018. doi:10.1016/j.wear.2018.01.014.

NORIS, L. F. *Técnica de Escaneamento Contínuo com Ruído Magnético de Barkhausen para chapas aços carbono*. Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2017.

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.

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.

PADILHA, A. F., & GUEDES, L. C. *Aços inoxidaveis austeníticos: microestrutura e propriedades.* São Paulo: Hemus. 1994.

PADILHA, A. F., & RIOS, P. R.. Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels. *ISIJ International*, 42(4), 325–327. 2002. doi:10.2355/isijinternational.42.325.

PADILHA, A. F., ESCRIBA, D. M., MATERNA-MORRIS, E., RIETH, M., & KLIMENKOV, M. Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years. *Journal of Nuclear Materials*, 362(1), 132–138. 2007. doi:10.1016/j.jnucmat.2006.12.027.

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

PARVATHAVARTHINI, N. *Sensitization and Testing for Intergranular Corrosion*. In: KHATAK, H.S. e RAJ, B. Corrosion of Austenitic Stainless Steels Mechanism, Mitigation and Monitoring. 2002.

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.

PÉREZ-BENÍTEZ, J. A., ESPINA-HERNÁNDEZ, J. H., MARTÍNEZ-ORTIZ, P., CHÁVEZ-GONZÁLEZ, A. F., & DE LA ROSA, J. M. Analysis of the influence of some magnetizing parameters on magnetic Barkhausen noise using a microscopic model. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 347, p.51–60. 2013. doi:10.1016/j.jmmm.2013.07.034.

PESSANHA, E. C. *Quantificação da ferrita delta e avaliação da relação microestrutura/ propriedades de um aço inoxidável austenítico 347 soldado*. Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro Campos dos Goytacazes – RJ. 2011.

PLAUT, R. L.; HERRERA, C.; ESCRIBA, D. M.; RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. A Short Review on Wrought Austenitic Stainless Steels at High Temperatures: Processing, Microstructure, Properties and Performance. *Materials Research*, 10(4), p.453-460. 2007. doi:10.1590/s1516-14392007000400021.

POHL, M., STORZ, O., & GLOGOWSKI, T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*, 58(1), 65–71. 2007. doi:10.1016/j.matchar.2006.03.015.

RUBINSTEIN, H. *Switching Properties of Ferrites and Garnets*. Harvard University. Cambridge, Massachusetts. 1962.

SAHU, J. K., KRUPP, U., GHOSH, R. N., & CHRIST, H.-J. Effect of 475°C embrittlement on the mechanical properties of duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering*: A, 508(1-2), 1–14. 2009. doi:10.1016/j.msea.2009.01.039.

SALUJA, R.; MOEED, K. M. The emphasis of phase transformations and alloying constituents on hot cracking susceptibility of type 304L and 316L stainless steel welds. *International Journal of Engineering Science and Technology*. v. 4, n. 5, p. 2206-2216, 2012.

SERNA-GIRALDO, C. P., & PADOVESE, L. R. Monitoring of carbon steels welded joints by magnetic Barkhausen noise. *Ingeniare. Revista Chilena de Ingeniería*, 23(3), p. 413–420. 2015. doi:10.4067/s0718-33052015000300010.

SHARON, T. E., & TSUEI, C.C. Mössbauer-Effect Study of the Laves Phases$(Fe_{1-x}Mn_x)_2Ti$. *Physical Review B*, 2(7), 2302–2308. 1970. doi:10.1103/physrevb.2.2302.

SILVA, A. L. V. C.; MEI, P.R. *Aços e Ligas Especiais*. 2. ed. São Paulo: Eletrometal Metais Especiais, 1988.

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, 2016.

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

STUPAKOV, O.; PAL'A, J.; TOMÁŠ, I.; BYDŽOVSKÝ, J.; NOVÁK, V. Investigation of magnetic response to plastic deformation of low-carbon steel. *Materials Science and Engineering*: A, v. 462, n. 1–2, p. 351–354, jul. 2007. doi:10.1016/j.msea.2006.02.475.

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*, 313(1-2), 168–173. 2000. doi:10.1016/s0925-8388(00)01062-8.

TAVARES, S. S. M., PARDAL, J. M., GUERREIRO, J. L., GOMES, A. M., & DA SILVA, M. R. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322(17), L29–L33. 2010. doi:10.1016/j.jmmm.2010.02.055.

TAVARES, S. S. M., TERRA, V. F., LIMA NETO, P. D., & 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*, 40(15), 4025–4028. 2005. doi:10.1007/s10853-005-1993-9.

TAVARES, S. S. M.; NORONHA, R. F. DE; SILVA, M. R. DA, NETO; J. M; PAIRIS, S. 475°C Embrittlement in a duplex stainless steel UNS S31803. *Materials Research*, 4(4), 237–240. 2001. doi:10.1590/s1516-14392001000400003.

TAVARES, S.S.M; FEIJÓ, G.F; FARNEZE, H.F; SANDIM, M.J.R; FILHO, I.R.S. Influence of Microstructure on the Corrosion Resistance of AISI 317L (UNS S31703). *Materials Research*, 20(suppl 2), 108–114. 2017. doi:10.1590/1980-5373-mr-2016-1107.

TELLES, P.C.S. *Materiais para equipamentos de processo*. 6.ed. – Rio de Janeiro: Interciência, 2003.

THIAGO, V. L. *Avaliação de integridade em dutos com danos de deformação plástica causados por sobrecarga do solo*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro. 2011.

VACH, M.; KUNÍKOVÁ, T.; DOMÁNKOVÁ, M.; ŠEVC, P.; ČAPLOVIČ, Ľ.; GOGOLA, P.; JANOVEC, J. Evolution of secondary phases in austenitic stainless steels during long-term exposures at 600, 650 and 800°C. *Materials Characterization*, 59(12), p. 1792–1798. 2008. doi:10.1016/j.matchar.2008.04.009.

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.

VITEK, J.M AND DAVID, S.A. *The Sigma Phase Transformation in Austenitic Stainless Steels*. 65th Annual AWS Convention in Dallas, Tex., April 8-13, 1984.

WELDING HANDBOOK. *Materials and Applications*, part 1. v.4. 9 ed. American Welding Society. 2011.

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

YAE KINA, A; SOUZA,V.M.; TAVARES, S.S.M.; SOUZA, J.A.; ABREU, H.F.G. Influence of Heat Treatment on the Intergranular Corrosion Resistance of the AISI 347 Cast and Weld Metal for High Temperature Services. *Journal of Material Processing Technology*, n. 199, pp. 391-395, 2008.

ANEXO

Artigo Referente à Dissertação

IBP1292_19

CHARACTERIZATION BY NON-DESTRUCTIVE TECHNIQUES OF AISI 317L AUSTENITIC STAINLESS STEEL AGED AT DIFFERENT TEMPERATURES

Moacir C. da Silva[1], Humberto N. Farneze [2], Juan M. Pardal[3], Leosdan F. Noris[4], Sérgio S. M. Tavares[5]

Copyright 2019, Brazilian Petroleum, Gas and Biofuels Institute - IBP
This Technical Paper was prepared for presentation at the ***Rio Pipeline Conference and Exhibition 2019***, held between 03 and 05 of September, in Rio de Janeiro. This Technical Paper was selected for presentation by the Technical Committee of the event according to the information contained in the final paper submitted by the author(s). The organizers are not supposed to translate or correct the submitted papers. The material as it is presented, does not necessarily represent Brazilian Petroleum, Gas and Biofuels Institute' opinion, or that of its Members or Representatives. Authors consent to the publication of this Technical Paper in the ***Rio Pipeline Conference and Exhibition 2019.***

Abstract

The austenitic stainless steels are corrosion resistance alloys with good mechanical properties, mainly toughness at low temperatures. In this family stands out the AISI 317L steel due to its greater resistance to localized corrosion when compared to traditional grades AISI 304L and AISI 316L. Some applications of AISI 317L steel in oil refineries are clads, vessels, tubes, valves and accessories whose service temperature can reach 450°C or higher. However, microstructural changes in prolonged exposure above 450°C, promote the progressive formation of intermetallic phases, causing embrittlement and deterioration of corrosion resistance of metal. Thus, there will be a considerable decrease of the above-mentioned properties, making attractive the application of non-destructive techniques that aim to characterize the microstructure of these materials. In this context, the present work evaluated the effects of the microstructural changes produced these material, when thermal aged at 450°C, 550°C and 650°C for periods up to 400 hours, using non-destructive techniques of electromagnetic measurements by use of feritscope and magnetic Barkhausen noise conventional, being performed a comparative characterization of these inspection techniques in order to correlate with the microstructural changes. Therefore, this work intends to contribute to the consolidation of the non-destructive microstructural characterization of this family of stainless steels, so that these techniques can be used in the quality control and inspection of pipes and process equipments.

Keywords: AISI 317L, Non-destructive testing, Microstructural characterization.

[1]Mechanical Engineer - Master student of the Program in Mechanical Engineering and Materials Technology of CEFET / RJ
[2]Doctor of Mechanical Engineering – DEMEC / CEFET / RJ
[3]Doctor of Mechanical Engineering – TEM / UFF
[4]Doctoral student in Mechanical Engineering – PGMEC / UFF
[5]Doctor of Materials and Metallurgical Engineering – TEM / UFF

1. Introduction

Austenitic stainless steels form the largest group of stainless steels in use, accounting for about 65 to 70% of the total produced. Stand out due to their satisfactory mechanical strength and corrosion at elevated temperatures, which allows them to be used at considerably higher temperatures than low alloy steels or martensitic and ferritic stainless steels. These characteristics are mainly achieved in austenitic stainless steels alloyed with Mo or Si (Mcguide, 2008).

AISI 317L austenitic steel, which has a carbon content limited to 0.03% and Mo content between 3.00 and 4.00%, is required due to its better resistance to creep and naphthenic corrosion when compared to other classes of austenitic stainless steels (Yae Kina et al., 2008). Currently, AISI 317L is being used extensively in petroleum refineries, having wide application in the manufacture of tubes, pressure vessels, valves and clad coatings. For some of these applications, the service temperature can reach 450°C or higher.

Despite of the inherent qualities of AISI 317L steel, its use in the process industry encounters metallurgical problems, due to changes in microstructure caused by high temperatures, together with the precipitation of deleterious intermetallic phases, such as sigma (σ) and chi (χ), leading to the degradation of the properties of this material, especially in applications exposed to high service temperatures (Villanueva et al., 2006, Eckstein et al., 2011).

The use of non-destructive characterization, determining the presence of deleterious phases, is of great use for the evaluation of the integrity of this material, since the results of the segregation and precipitation processes, mainly the submicroscopic phases can be detected by such techniques (O'Sullivan et al., 2004; Vértesy et al., 2005).

Thus, is relevant to seek a better orientation on the integrity of AISI 317L steel when subjected to high temperatures, through the application of non-destructive techniques such as electromagnetic measurements and to correlate them with analysis by microscopy techniques, contributing to a better consolidation of the use of this steel in equipment and components applied in the petroleum industry.

2. Materials and Methods

For the development of this research, samples of AISI 317L austenitic stainless steel were used. Table 1 shows the chemical composition of the stainless steel studied, according to the manufacturer's data.

Table 1. Chemical composition of AISI 317L steel (wt.%).

Material	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo
AISI 317L	0.024	1.34	0.47	0.003	0.031	18.13	11.41	3.02

The thermal aging was carried out in a muffle furnace at temperatures of 450°C (E4), 550°C (E5) and 650°C (E6), for periods of 200 hours (E42, E52, E53), 300 hours (E43, E53, E63) and 400 hours (E44, E54, E64) for each temperature condition, with subsequent cooling in water. It is emphasized that these conditions were compared to the condition of the "as-received" (AR) sample, that is, without aging treatment. Aging was carried out at these temperatures because they can be achieved in some applications of AISI 317L steel.

Scanning Electron Microscopy (SEM) was used as micrographic analysis method. The preparation of the surface of the samples also followed the conventional technique of sanding and polishing, with subsequent chemical etching using the Behara reagent, obtaining images by secondary electrons (SE). Due to the small dimensions of the intermetallic phases present, the results obtained by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) are considered as qualitative. Non-destructive characterizations based on electromagnetic measurements were performed using the Helmut Fisher® feritscope, which is based on the magnetic permeability of the ferritic phase, and by measurements of Magnetic Barkhausen Noise (MBN), using a portable device called *"BarkTech"* (Helmut Fisher, 2018; DENG et al., 2018; Noris et al. 2018). Fig. 1 sketches the main components of this equipment. The measurements were made by using a sinusoidal magnetic wave of 40Hz, an excitation amplitude of 3.5 A. The reel reader was responsible for the detection of the MBN signal. The MBN sensor output was amplified and band pass filtered (1 to 150 kHz). In order to reduce environmental noise, the magnetizing yoke, reel reader and samples were placed in a grounded copper box. Constructed by winding wire around a small cylindrical plastic bobbin, the reel reader measured the normal component of the MBN signal (Noris et al., 2018; Harter and Grijalba, 2013). It is relevant to specify that two reels reader with number of 200 turns were used.

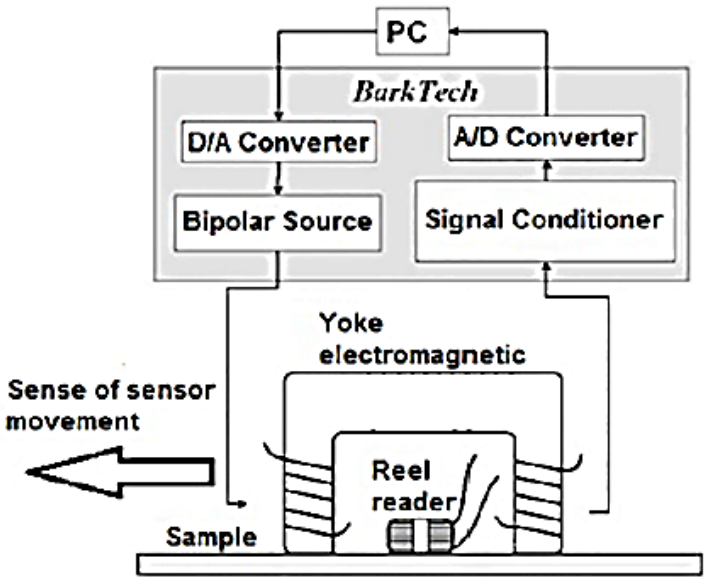


Figure 1. Experimental setup for acquisition of MBN. (Noris, et al., 2019).

3. Results and Discussion

Figure 2 shows the microstructural aspect of the AISI 317L, observed by scanning electron microscopy (SEM), in the "as-received" (AR) condition, in the mode of secondary electrons (SE), using the Behara reagent to reveal the δ-ferrite and γ-austenite. Table 2 shows the chemical composition, obtained qualitatively by microanalysis, through EDS, from the reference points indicated in Figure 2. It is observed that in the "as-received" condition, the microstructure of the base metal consists of γ-austenite and δ-ferrite, free from the precipitation of intermetallic phases (IP).

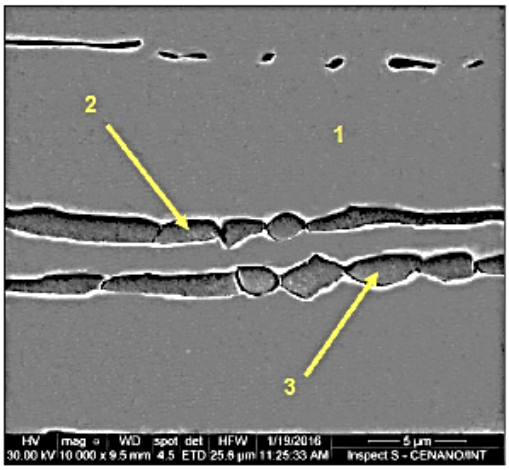


Figure 2. Microstructural aspect of the study material in the AR condition observed by SEM. Attack: Behara.

Table 2. Chemical composition of the phases identified by EDS in Figure 3 (wt.%).

Points	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Phase
1	64.84	18.49	10.56	3.75	1.54	0.82	γ
2	63.90	19.92	9.13	4.85	1.52	0.68	δ
3	63.20	23.58	6.53	3.94	1.31	1.40	δ

Microstructural aspects obtained by SEM of the samples aged at 450°C, 550°C and 650°C during the 400h period are shown in Figures 3 (a-c), respectively. Tables 3, 4 and 5 show the chemical composition, obtained qualitatively by microanalysis, through EDS, from the reference points indicated in Figures 4 (a-c).

In the sample aged at 450°C, the γ-austenite and δ-ferrite phases (points 1 and 3), and the presence of intermetallic phases (IP) inside the δ-ferrite are observed. The analysis by EDS, presented in Table 3, indicates the possible existence of differentiated regions, considering the presence of higher levels of Cr and Mo (points 2 and 4) in relation to the matrix γ. It is also visible the decomposition of δ-ferrite in very fine precipitates. The analysis of the sample treated at 550°C shows a growth of the intermetallic phase inside the δ-ferrite (point 3), occurring an increase of the Mo content (Table 4) in relation to the results found in the sample aged by 450°C. This fact is due to the effect of temperature increase, leading to the growth of the diffusion rate of Mo in δ-ferrite (Villanueva et al., 2006, Escriba et al., 2007).

The microstructure observed in the sample aged at 650°C shows a great evolution of the intermetallic phases (IP) in δ-ferrite (point 2), leading to an almost complete decomposition of δ-ferrite, by virtue of a drastic reduction of the ferritic regions (point 3).

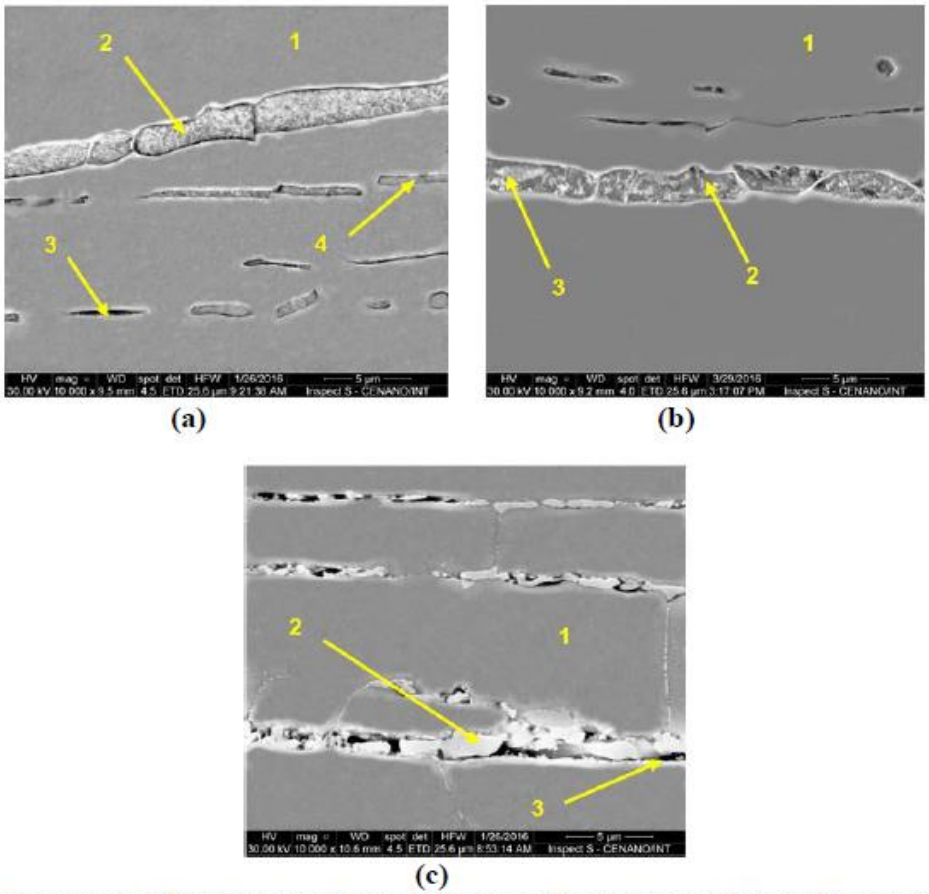


Figure 3. Images obtained by MEV from the microstructure of the study material thermally aged for 400 h. (a) 450°C, (b) 550°C and (c) 650°C. Attack: Behara.

Table 3. Chemical composition of the phases identified by EDS in Figure 3 (a) (wt.%).

Points	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Phase
1	65.62	18.29	10.25	3.65	1.40	0.79	γ
2	62.52	23.23	6.09	6.09	1.19	0.88	IP
3	64.04	20.49	8.25	4.86	1.47	0.89	δ
4	64.41	21.62	7.00	5.08	1.33	0.58	IP

Table 4. Chemical composition of the phases identified by EDS in Figure 3 (b) (wt.%).

Points	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Phase
1	66.19	18.01	11.20	2.54	1.32	0.74	γ
2	63.97	23.69	5.84	4.86	1.18	0.46	δ
3	60.16	22.47	6.12	8.94	1.27	1.05	IP

Table 5. Chemical composition of the phases identified by EDS in Figure 3 (c) (wt.%).

Points	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Phase
1	66.53	18.34	10.18	3.01	1.40	0.54	γ
2	59.63	27.32	3.90	7.21	1.00	0.93	IP
3	63.25	26.77	4.41	3.63	1.68	0.26	δ

Figure 4 shows the variation of the δ-ferrite content of the base metal with the aging time at the temperatures of 450°C, 550°C and 650°C as measured by the feritscope. It is observed the reduction of δ-ferrite content due to the precipitation of intermetallic phases with increasing temperature and aging time. These phases are paramagnetic and modify the magnetic permeability of the material. The highest variation is observed at the temperature of 650°C, in agreement with the microstructural aspect presented in Figure 3 (c).

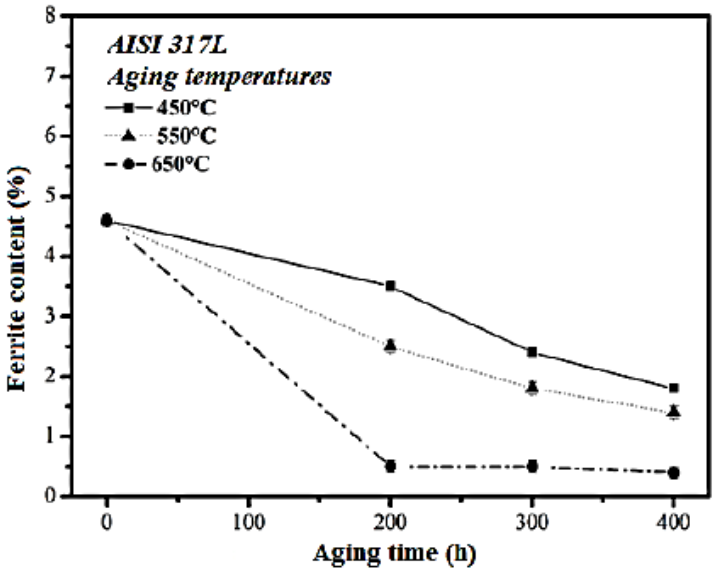


Figure 4. Variation of the δ-ferrite content of the AISI317L steel with aging time at 450°C, 550°C and 650°C.

It is observed in Figure 5 the results of the measurements found from the Magnetic Barkhausen Noise (MBN) measurements, establishing a relation between RMS (V) and the thermal aging conditions. It is possible to verify the drop of the RMS signal of Magnetic Barkhausen Noise (RMS_{MBN}) with the increase of the temperature and time of aging. This occurrence is associated to the possible decomposition of δ-ferrite and the precipitation of paramagnetic intermetallic phases, which may correspond to sigma (σ), chi (χ) and $M_{23}C_6$ carbide, converging with the results presented by the measurements performed with the feritscope (Hualpa et al., 2016).

A small rise of the RMS (V) signal of E42 sample in relation to AR sample is observed, the peak value of RMS (V) may be associated with the possible precipitation of the α' phase, which is ferromagnetic. The presence of α' phase suggests the occurrence of the embrittlement phenomenon at 475°C, which is more common in duplex stainless steels and ferritic steels, in the temperature range between 300°C and 550°C (Lo et al., 2009).

Microstructural aspect by SEM of the sample aged at 450°C during the 200h period is shown in Figure 6. Table 6 shows the chemical composition, obtained qualitatively by microanalysis, through EDS, from the reference points indicated in Figure. It is observed that the intermetallic phases (IP), compared to the EDS results of Figure 6, have higher levels of Cr and Mo, indicating that these phases can correspond to the α' e and chi (χ) phases (Farneze et al., 2017).

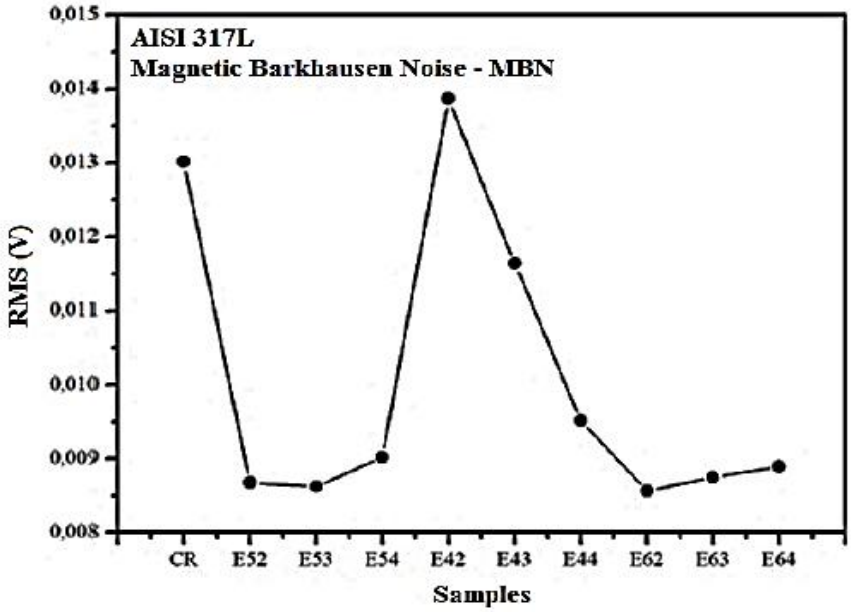


Figure 5. RMS values of the samples analyzed.

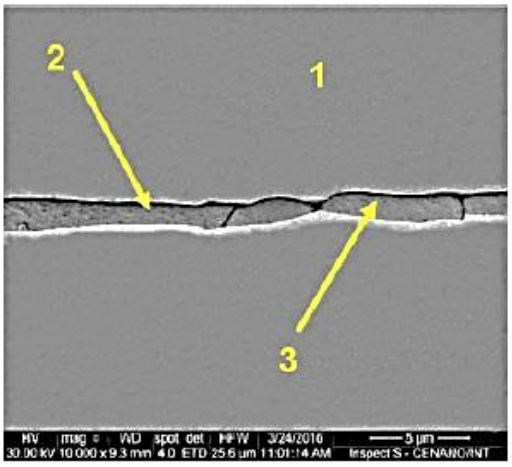


Figure 6. Images obtained by MEV of the microstructure of the study material thermally aged at 450°C for 200h. Attack: Behara.

Table 6. Chemical composition of the phases identified by EDS in Figure 6 (wt.%).

Points	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Phase
1	65.13	18.08	11.54	3.23	1.30	0.72	γ
2	62.69	22.99	6.01	6.30	1.17	0.56	IP
3	62.50	23.15	6.50	6.08	1.23	0.49	IP

4. Conclusions

The aim of the present study was to evaluate the effects of microstructural changes produced on AISI 317L stainless steel when aged at 450°C, 550°C and 650°C for periods of up to 400 hours using non-destructive techniques through electromagnetic measurements, revealed that:

- The variations of the δ-ferrite contents, measured in the feritscope, indicate the percentage reduction of δ-ferrite due to the precipitation of intermetallic phases (IP) with increasing temperature and aging time.
- The decrease in the value of RMS (V) is related to the lower δ-ferrite content, the reduction would also be associated to the precipitation of paramagnetic intermetallic phases (IP), such as chi (χ), sigma (σ) and $M_{23}C_6$ carbide.
- The peak value of RMS (V), observed in E42 sample, may be associated with the possible precipitation of the α' phase which is ferromagnetic.
- Magnetic measurements were performed using Magnetic Barkhausen Noise technique and by the feritscope. Such methods of non-destructive evaluation were relevant as complementary analysis of the microstructure of the study material.

5. Acknowledgments

The authors thank the Institutions for the support provided in the execution of this work: To the INT - National Institute of Technology for the experimental support; CAPES, CNPq for financial support.

6. References

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.

ECKSTEIN, C. B.; MATSUO, T.T.;BEKER, H.A.; JATKOSKI, E.; NAPOLEÃO, M.E. Envelhecimento de Tubos de Aço Inoxidável 317L em Ambiente de Temperatura Elevada. In: *11ª Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, Ipojuca, PE, Maio, 2011.

ESCRIBA, D.M; PADILHA, A.F.; MATERNA-MORRIS, E.;RIETH, M.; KLIMENKOV, M. Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years. *Journal of Nuclear Materials*. n. 362, pp. 132–138, 2007.

FARNEZE, H. N.; TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; BARBOSA, C.; PEREIRA, O. C.; DA CUNHA, R. P. C. Effects of Aging at 450°C on the Pitting Corrosion Resistance and Toughness of AISI 317L Steel Welded by GTAW and FSW. *Materials Research*, v.20, suppl. 2, pp.621-629, 2017.

HARTER, I.I.; GRIJALBA, F.F.Utilização do Ruído Magnético de Barkhausen no Estudo da Influência de Parâmetros de Fresamento no Aço H13. In: *7º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação*. Penedo, RJ, 2013.

HELMUT FISHER. Measurement of the ferrite content in austenitic and duplex steel. Helmut Fischer – Germany. Catálogo do Ferritoscope MP30. Disponível em: <http://www.helmut-fischer.com/globalfiles/DE MP30Fe EN 0902.pdf>. Acesso em: 06 Jul. 2018.

HUALLPA, E. A.; MONLEVADE, E. F.; CAPÓ SÁNCHEZ, J.; CAMPOS, M. A.; PADOVESE, L.; GOLDENSTEIN, H.Use of Magnetic Barkhausen Noise (MBN) to Follow Up the Formation of Sigma Phase in Saf2205 (UNS S31803) Duplex Stainless Steel. *Materials Research*, 19(5), pp.1008–1016, 2016.

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

MCGUIDE, M. F. Stainless steels for design engineers. *Ohio: ASM International*, 2008.

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). doi:10.1590/1980-5373-mr-2018-0366.

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.

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.

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*. v. 22, n. 9, 2006.

YAE KINA, A; SOUZA,V.M.; TAVARES, S.S.M.; SOUZA, J.A.; ABREU, H.F.G. Influence of Heat Treatment on the Intergranular Corrosion Resistance of the AISI 347 Cast and Weld Metal for High Temperature Services. *Journal of Material Processing Technology*, n. 199, pp. 391-395, 2008.