

# AVALIAÇÃO DO FERRITOSCÓPIO PARA QUANTIFICAÇÃO DE FERRITA DELTA EM AÇOS INOXIDÁVEIS SUPERDUPLEX\*

*Cesar Giron Camerini<sup>1</sup>*

*Vitor Manoel de Araújo Silva<sup>2</sup>*

*Iane de Araújo Soares<sup>3</sup>*

*Rafael Wagner Florêncio dos Santos<sup>4</sup>*

*Julio Endress Ramos<sup>5</sup>*

*João Marcio de Castilho Santos<sup>6</sup>*

*Gabriela Ribeiro Pereira<sup>7</sup>*

## Resumo

Os aços inoxidáveis bifásicos superduplex estão presentes em diversos setores da engenharia devido a versatilidade oferecida em termos de propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Para garantir a qualidade destes aços, avaliar o teor de ferrita presente na microestrutura é de grande relevância para indústria uma vez que diversas propriedades do material dependem do controle deste teor. Durante a fabricação de equipamentos ou inspeções de campo uma das formas mais viáveis de monitorar o teor de ferrita é através do ferritoscópio, dada sua portabilidade e fácil interpretação. No entanto, observou-se que a forma usual de calibração do ferritoscópio pode levar a medidas imprecisas, principalmente na avaliação dos aços superduplex. A fim de analisar esta influência, foram realizados diferentes testes de caracterização microestrutural através de microscopia ótica, difração de raio-x e o magnetômetro de amostra vibrante, para confrontar com medidas obtidas com ferritoscópio. Conclui-se que para elevados teores de ferrita, a calibração do ferritoscópio realizada a partir dos padrões fornecidos pelos fabricantes apresentam desvios significativos dos teores encontrados a partir da caracterização com equipamentos de laboratório. O presente trabalho apresenta uma solução para utilização do ferritoscópio para uma quantificação mais acurada do teor de ferrita nos aços inoxidáveis superduplex.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável superduplex; Ferritoscópio; procedimentos de calibração; Difração de raio-x.

## FERRITE CONTENT METER ANALYSIS FOR DELTA FERRITE EVALUATION ON SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL

### Abstract

Superduplex stainless steel are widely used in many industry areas, mainly due to the associated versatility in terms of mechanical properties and corrosion resistance. In order to guarantee the quality of these steels the ferrite evaluation is an important analysis, since many properties depend on the control of the ferrite content. During equipment manufacturing or field inspections, the most conventional way to evaluate the ferrite content is through the ferritoscope, due its portability and easy interpretation. However, it has been observed that the standard ferritoscope calibration samples can lead to inaccurate ferrite results on superduplex inspection. In order to analyze this influence, several characterization tests were performed such as, optical microscopy, X-ray diffraction and the vibrating sample magnetometer, to compare with the measurements obtained by ferritoscope. It was concluded that for high ferrite values, with the calibration made from the standards samples provided by the manufacturers the ferrite values measured by ferritoscope showed significant deviations from the real values. The current work presents a solution for using the ferritoscope for a more accurate quantification of the ferrite content in superduplex stainless steels.

\* Contribuição técnica ao 72º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 17º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 02 a 06 de outubro de 2017, São Paulo, SP, Brasil.

**Keywords:** Superduplex stainless steel; Ferrite content meter; Calibration procedures; X-ray diffraction.

- <sup>1</sup> Engenharia de Controle e Automação, M.Sc., Engenheiro Pesquisador, LNDC, COPPE/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>2</sup> Engenharia de Materiais, M.Sc., Doutorando, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>3</sup> Engenharia Mecânica, Mestrando, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>4</sup> Engenharia Metalúrgica, Engenheiro Pesquisador, CENPES, PETROBRAS, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>5</sup> Engenharia Metalúrgica, Engenheiro Pesquisador, CENPES, PETROBRAS, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>6</sup> Engenharia Metalúrgica, Engenheiro Pesquisador, CENPES, PETROBRAS, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- <sup>7</sup> Engenharia Nuclear, D.Sc., Professora, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

## 1 INTRODUÇÃO

A quantificação do teor de ferrita em aços inoxidáveis é uma etapa importante no processo de fabricação de equipamentos para os mais variados setores da engenharia. Uma avaliação precisa contribui para garantia do alcance da vida útil estabelecida em projeto, evitando falhas prematuras ou paradas não programadas. Com essa preocupação, normas internacionais estabelecem limites para teores de ferrita nos aços inoxidáveis, como por exemplo, a norma NORSOK M-630 [1], define entre 35-55% o teor de ferrita aceitável para o metal de base dos aços bifásicos, duplex e superduplex, e, entre 35-65% para o metal de solda. Para os aços austeníticos espera-se um valor de 2 a 5% de ferrita em juntas soldadas [2], que é benéfica sob o ponto de vista de resistência à corrosão sob tensão e diminuição do risco de surgimento de trincas de solidificação [2-3]. Diversas técnicas de caracterização microestrutural são comumente aplicadas para avaliar o teor de ferrita em aços inoxidáveis, onde pode-se destacar: microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, difração de raio-x, réplica metalográfica, magnetômetro de amostra vibrante e ferritoscópio [4-7]. Dentre as técnicas listadas podemos destacar o ferritoscópio como a técnica mais apropriada para quantificação do teor de ferrita em ambientes industriais, pois além de ser portátil, é de fácil operação e fornece uma medida não destrutiva para diversos tipos de aços inoxidáveis [8]. Para realizar medidas com o ferritoscópio, é necessário realizar calibrações com padrões definidos segundo a norma AWS A 4.2 [9]. Este documento define um procedimento para a confecção de padrões em termos do número de ferrita (FN), que é um parâmetro adotado internacionalmente e tem como objetivo minimizar os erros de quantificação, dado que não há consenso a respeito do melhor método para se estimar a porcentagem de ferrita em aços inoxidáveis [9]. Posteriormente, os valores de FN podem ser convertidos em fração volumétrica de ferrita através de curva de calibração específica do equipamento [10]. Um ponto que merece atenção, ainda segundo [9], é o fato de se utilizar amostras de calibração que foram fabricadas através de processos distintos das amostras que serão inspecionadas. Isto porque o tamanho, a forma e a orientação da ferrita podem modificar de maneira significativa a resposta magnética desta fase. Em outras palavras, diferentes amostras de aço inoxidável, com mesma fração volumétrica de ferrita, que tenham sido soldadas, solubilizadas ou fundidas, podem apresentar valores distintos nos instrumentos que medem o teor de ferrita por indução magnética. Assim, tendo em vista as influências mencionadas na quantificação da ferrita, este trabalho tem como principal objetivo analisar a capacidade de um medidor de ferrita em quantificar esta fase de maneira acurada em aços inoxidáveis superduplex.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

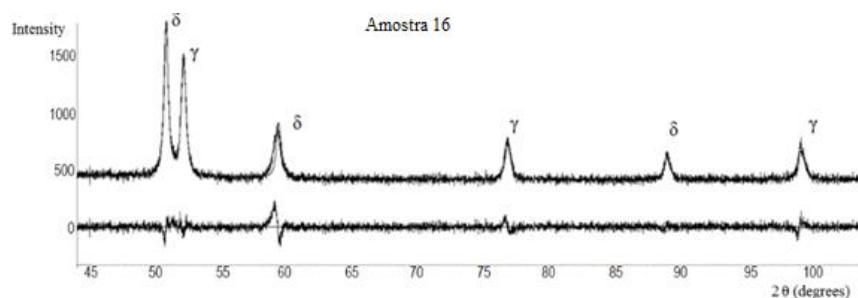
### 2.1 Fabricação das amostras

Foram preparadas 23 amostras de aço inoxidável superduplex da classe S32750 com composição química apresentada pela tabela 1. Diferentes tratamentos térmicos foram realizados nas amostras com o objetivo de produzir variados teores de ferrita. As amostras possuem dimensões de 90x45x5,5 mm, e tiveram a fração volumétrica de ferrita quantificada por difração de raio-x (DRX).

**Tabela 1.** Composição química do aço inoxidável superduplex S32750.

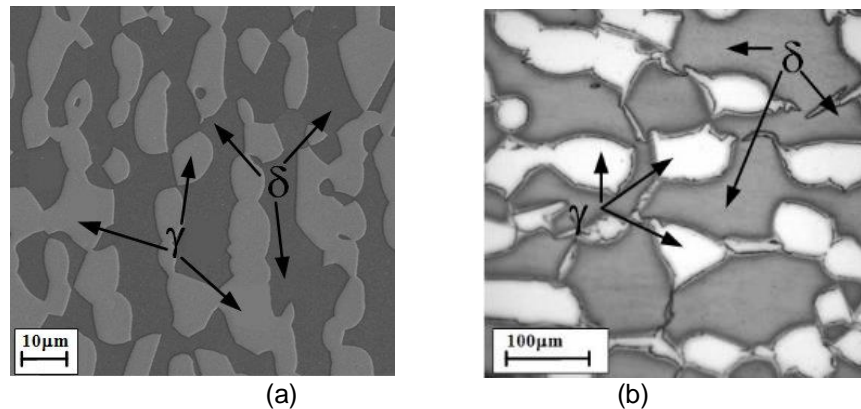
Elemento	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	N
UNS S 32750 (Peso %)	0,022 ± 0,003	0,79 ± 0,01	0,25 ± 0,01	24,80 ± 0,2	7,2 ± 0,2	3,85 ± 0,04	0,32 ± 0,005

O equipamento de DRX utilizado foi o *D8 Discover* da *Bruker AXS*, com uma fonte de radiação de Cobalto Co  $K_{\alpha}$  ( $\lambda = 1,789\text{\AA}$ ), equipada com o detector *Lynx Eye PS*. Os valores de tensão e corrente foram de 35 kV e 40 mA, respectivamente. Os dados foram obtidos em  $2\theta$  de  $45^{\circ}$  a  $105^{\circ}$ , com passo aplicado de  $0,001^{\circ}$  e velocidade de varredura de 0,5s/passos. A fração volumétrica de ferrita foi obtida pelo método *Rietveld* [11], através do *software Diffrac PlusTOPAS®*, onde nove diferentes regiões em cada amostra foram analisadas e a média do teor de ferrita calculada. A figura 1 apresenta um espectro das fases presentes na amostra 16 que teve a fração volumétrica média de ferrita ( $\delta$ ) e austenita ( $\gamma$ ) quantificada em 49,7% e 50,3%, respectivamente. Os resultados com a média e o desvio padrão do teor de ferrita encontrado nas 23 amostras estão apresentados pela tabela 2. A técnica de DRX tem sido amplamente utilizada para análise quantitativa de diferentes fases em materiais multifásicos [12], por esse motivo foi a técnica selecionada para quantificação da ferrita delta no presente trabalho.

**Figura 1.** Espectro de DRX para amostra 16 com 49,7% de ferrita.**Tabela 2.** Amostras de superduplex fabricadas com a quantificação metalográfica da fase ferrítica ( $\delta$ ) por difração de raio-x.

Amostra	Teor de ferrita (%)	Amostra	Teor de ferrita (%)
01	32.5 ± 2.7	13	52.2 ± 2.0
02	47.5 ± 3.5	14	55.7 ± 4.9
03	34.8 ± 4.1	15	52.8 ± 1.6
04	45.1 ± 11.5	16	49.7 ± 7.7
05	31.7 ± 7.8	17	43.1 ± 5.1
06	29.6 ± 8.2	18	45.7 ± 5.7
07	36.6 ± 4.9	19	61.1 ± 2.9
08	33.4 ± 4.5	20	71.6 ± 5.0
09	41.2 ± 6.9	21	55.1 ± 3.0
10	40.4 ± 5.3	22	58.2 ± 6.9
11	39.0 ± 7.1	23	65.7 ± 6.3
12	29.9 ± 3.6		

Em algumas amostras foram realizadas análises por microscopia ótica visando corroborar os resultados do DRX. As amostras foram lixadas, polidas e submetidas à um ataque eletrolítico com solução de NaOH 20%, 3 volts por 15 segundos para revelar a microestrutura. A figura 2 apresenta a imagem metalográfica das amostras 16 e 20, com 49,7% e 71,6% de ferrita respectivamente.



**Figura 2.** (a) amostra 16 com  $\delta/\gamma \approx 50/50$ ; (b) amostra 20 com  $\delta/\gamma \approx 70/30$ .

O medidor de ferrita por indução magnética utilizado no trabalho foi o equipamento FERITSCOPE® FMP30 da Helmut Fischer® e o padrão %Fe – WRC 0,3/80, que contém amostras com 0,52; 3,05; 10,2; 30,4; 55,1%Fe e uma amostra de base ferrítica (100% ferrita). Adicionalmente para análises destes padrões foram utilizados os seguintes equipamentos: fluorescência de raio-x para análise da composição química, com o equipamento TRACER III-SD da Bruker; o magnetômetro de amostra vibrante (VSM) da fabricante Lake Shore, para análise da curva de magnetização dos materiais; e o Elcometer® 456 da fabricante Elcometer, para análise da presença de revestimentos metálicos.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir do ferritoscópio calibrado com padrão de amostras do equipamento foram realizados ensaios para quantificação de ferrita nas amostras de superduplex, tabela 2. Os valores de ferrita indicados pelo ferritoscópio nas 23 amostras fabricadas foram contrastados com os valores encontrados por DRX. A figura 3 apresenta o teor de ferrita medido pelo ferritoscópio em função do valor medido pelo DRX. A reta no gráfico indica a projeção do valor esperado do teor de ferrita. Como pode-se observar pelo gráfico o teor de ferrita nos aços superduplex é subestimado pelo ferritoscópio, entretanto, nota-se que as amostras com menor percentual de ferrita apresentam uma boa correlação com as medidas do ferritoscópio, enquanto que para teores elevados de ferrita a correlação é prejudicada.

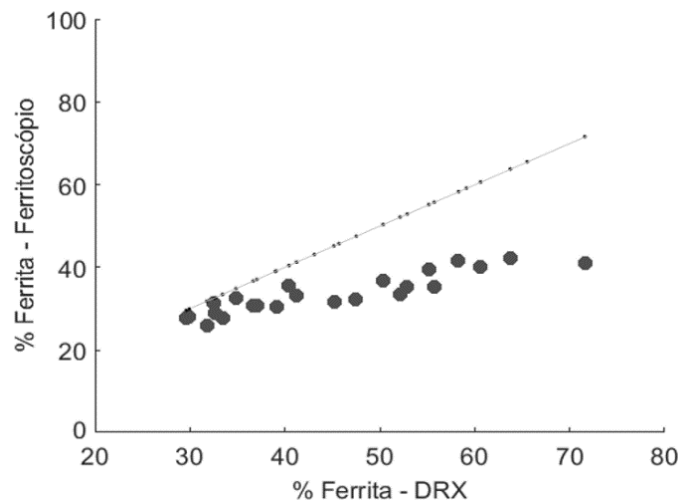


Figura 3: Teor de ferrita medido pelo ferritoscópio em função do teor de ferrita medido pelo DRX.

O comportamento do resultado apresentado pela figura 3 levanta a hipótese da curva de calibração ter tido um bom ajuste somente para valores de baixa ferrita. Portanto, para validar tal proposição e visando entender o motivo da baixa correlação com as amostras com alto teor de ferrita, foi realizado uma análise detalhada dos padrões utilizados na calibração do ferritoscópio. A partir da técnica de fluorescência de raio-x foi avaliada a composição química dos materiais onde os teores de cromo, níquel, molibdênio e ferro estão apresentados na tabela 4.

**Tabela 4.** Composição química dos padrões utilizados para calibração do ferritoscópio.

% ferrita	Cr	Ni	Mo	Fe
<b>0,52%</b>	19,5	10,3	0,03	68,1
<b>3,05%</b>	20,9	10,9	0,1	65,3
<b>9,20%</b>	22,6	11,7	0,1	62,2
<b>30,40%</b>	21,7	55,5	2,9	68,0
<b>55,10%</b>	96,7	0,02	-	2,4
<b>100%</b>	-	38,5	-	61,0

Dentre os corpos de prova utilizados para calibração do ferritoscópio podemos destacar três que apresentaram características inesperadas numa primeira análise. O padrão descrito como 55,10% de ferrita apresentou um teor de Cromo de 96,76% no resultado de composição química, e, devido a este alto percentual levantou-se a suspeita de se tratar de um revestimento metálico. Foi realizado então uma avaliação do revestimento a partir do equipamento Elcometer 456, confirmando a presença de um revestimento de Cromo na ordem de 25,5  $\mu\text{m}$  de espessura. Um polimento mecânico retirou o revestimento e uma nova medida da composição química foi realizada, revelando um aço carbono com 0,095% Cr, 0,07% Ni, 0,39 Mo e 96,96% Fe. A metodologia de revestir o aço carbono com uma camada uniforme de material anticorrosivo nos padrões de calibração é aceita e está descrito no procedimento para calibração de instrumentos magnéticos [9]. O corpo de prova de ferrita base, que corresponde a 100% de ferrita, também possui um revestimento anticorrosivo. O terceiro corpo de prova que se destacou foi o com 30,40% de ferrita, pois dada sua composição química trata-se do aço bifásico duplex 2205, que, em seu estado solubilizado, apresenta uma microestrutura balanceada com aproximadamente 50/50% de ferrita/austenita [13, 14]. A primeira análise para

confirmar a microestrutura presente no corpo de prova de calibração foi microscopia ótica, onde foi realizado lixamento e polimento mecânico, seguido de ataque eletrolítico. A figura 4 apresenta a microestrutura do aço duplex 2205 do corpo de prova de calibração do equipamento, onde foi realizado a contagem de fases seguindo a norma ASTM E562 [15], revelando assim um percentual de 51,4% de ferrita, ou seja, diferente dos 30,40% descritos no padrão de calibração.

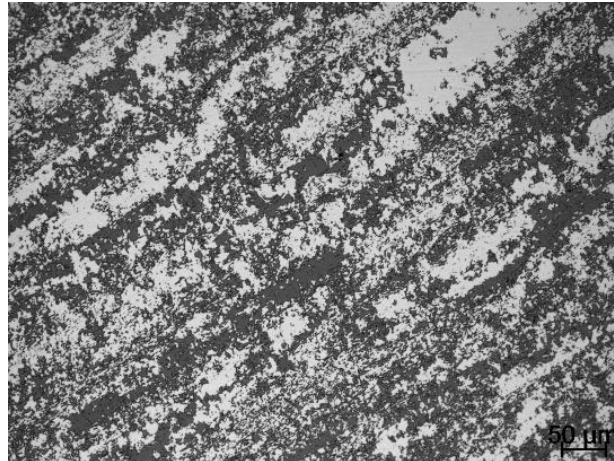


Figura 4: Microestrutura da amostra de calibração do equipamento de medição de ferrita por indução magnética. O padrão de calibração indica 30,40% de ferrita mas pela quantificação metalográfica com microscopia ótica encontrou-se 51,4% de ferrita.

Além da análise metalográfica, visando confirmar o teor de ferrita encontrado na amostra, foi traçado a curva de magnetização, que, segundo Hamilton *et.al.* [16] e Silva *et.al.* [17], a partir do nível de saturação magnética é possível estabelecer o teor da fase ferromagnética presente no material. Com o auxílio do magnetômetro de amostra vibrante foram confrontadas as curvas de magnetização do padrão de calibração que indicava 30,4% de ferrita com a amostra 16, solubilizada, com 49,7% de ferrita. Como pode-se observar pela figura 5, o patamar de saturação entre os materiais analisados é muito próximo, o que indica um percentual de ferrita semelhante. É importante mencionar, que a diferença no início das curvas de magnetização se deve ao fato das amostras terem geometrias desiguais e, por conta disso, precisam de fatores de magnetização diferentes os quais não foram contemplados nas curvas. Todavia, para análise do teor da fase ferromagnética o patamar de saturação é suficiente, o qual não depende da geometria dos corpos de prova [18], validando assim o teor de ferrita semelhante entre as amostras.

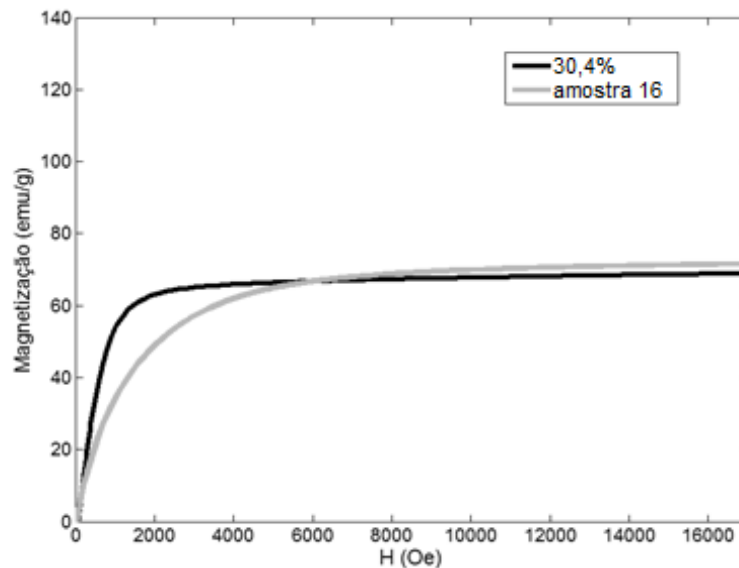


Figura 5: Comparação entre as curvas de magnetização. Em cinza a curva da amostra 16, solubilizada, e em preta a curva de magnetização do padrão de calibração usado no ferritoscópio.

A partir das análises de composição química, microscopia ótica e do patamar de saturação magnética, é possível concluir que a amostra de calibração indicada com 30,4% de ferrita, na verdade possui uma fração volumétrica de ferrita próxima da solubilizada, ou seja, com aproximadamente 50%. Essa diferença na quantificação pode ser um dos motivos dos resultados subdimensionados alcançados pelo ferritoscópio apresentados pela figura 3. A avaliação do teor de ferrita é um tema polêmico, inclusive bastante discutido e detalhado por [9] onde o número de ferrita que determina a fração volumétrica é uma função da atração magnética do material. Com o intuito de aprimorar os resultados de quantificação do ferritoscópio foram selecionadas 3 dos 23 corpos de prova fabricados para substituir alguns dos padrões de calibração do ferritoscópio. A tabela 5 apresenta a porcentagem de ferrita e a composição química dos novos padrões utilizados na calibração, os corpos de prova 12, 16 e 20 (tabela 2) que substituíram os padrões de calibração de alta ferrita originais do equipamento. Essa combinação de amostras foi utilizada para calibrar o ferritoscópio e em seguida todas as amostras de superduplex foram novamente inspecionadas.

**Tabela 5.** Composição química dos materiais utilizados para calibração do ferritoscópio. Corpos de prova fabricados no trabalho que substituíram os originais do padrão de calibração do equipamento.

% ferrita	Cr	Ni	Mo	Fe
29,90%	24,8	7,2	3,8	65,7
49,7%	24,8	7,2	3,8	65,7
71,6%	24,8	7,2	3,8	65,7

A figura 6 apresenta o teor de ferrita medido pelo ferritoscópio em função do valor medido pelo DRX, a reta no gráfico indica a projeção do valor esperado do teor de ferrita. Pelo gráfico é possível notar que a calibração com as amostras de superduplex resultou em uma melhor quantificação do teor de ferrita pelo ferritoscópio, em comparação com o gráfico da figura 3. E, demonstra a importância de uma calibração com padrões do mesmo material que se pretende inspecionar. No caso da quantificação de ferrita em aços superduplex com ferritoscópio é necessário



calibrar o equipamento com amostras do mesmo material, o que difere do mencionado por [10].

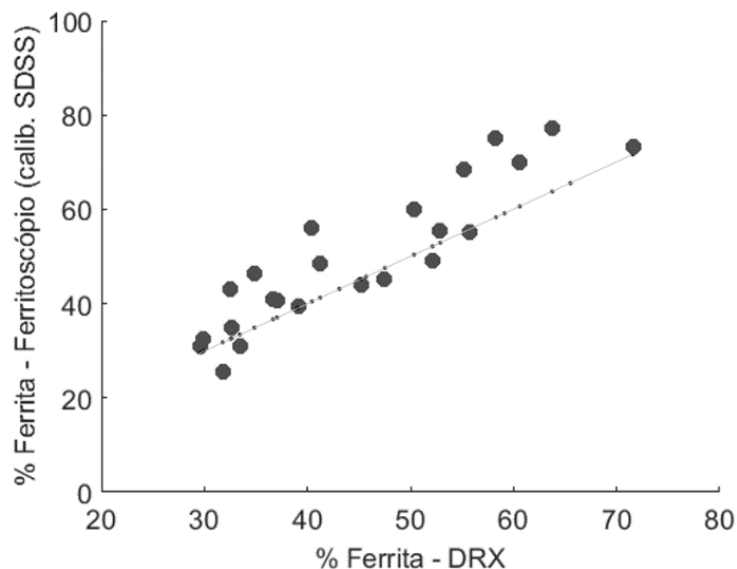


Figura 6: Teor de ferrita medido pelo ferritoscópio em função do teor de ferrita medido pelo DRX. Ferritoscópio calibrado com amostras do mesmo material inspecionado.

#### 4 CONCLUSÃO

Pelos resultados encontrados estima-se que para aços inoxidáveis com teor de ferrita até 35% é possível utilizar os padrões de calibração fornecidos pelos fabricantes dos equipamentos medidores de ferrita por indução magnética, do tipo ferritoscópio. Os padrões de calibração por serem compostos por diversas ligas, subdimensionam o teor de ferrita em aços bifásicos, do tipo superduplex. Os resultados alcançados mostraram que para a quantificação de ferrita em aços inoxidáveis superduplex é necessário a utilização de padrões específicos, com mesmo material e mesmo processo de fabricação, para a calibração do equipamento.

#### Agradecimentos

À CAPES e ao CNPq pelo apoio e incentivo à pesquisa.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Norsok Standard M-630: Material data sheets and element data sheets for piping. Standards Normay, 2010.
- 2 The Welding Institute [página da internet]. Cambridge: TWI, 2017. [acesso em 18 jun. 2017]. Disponível em: <http://www.twi-global.com/technical-knowledge/job-knowledge/>.
- 3 Pessanha EC. Quantificação da ferrita delta e avaliação da relação microestrutura/propriedades de um aço inoxidável austenítico 347 soldado [dissertação

- de mestrado]. Campos dos Goytacazes: Universidade Estadual do Norte Fluminense; 2011.
- 4 Forgas Junior A, Otubo J, Magnabosco R. Ferrite Quantification methodologies for duplex stainless steel. *J. Aerosp. Technol. Manag.*, 2016 [Acesso em 11 jun. 2017]; 8 (3); 357-362, Disponível em: [http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2175-91462016000300357&lng=en&nrm=iso](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2175-91462016000300357&lng=en&nrm=iso)
  - 5 Tavares SSM, Pardal JM, Abreu HFG, Nunes CS, Silva MR. Tensile properties of duplex UNS s32205 and lean duplex UNS S32304 steels and the influence of short duration 475 °C aging. *Materials Research*. 2012; 15(6):859-864.
  - 6 Pardal JM. Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência à corrosão de aços inoxidáveis superduplex [tese de doutorado]. Niterói: Universidade Federal Fluminense; 2009.
  - 7 Stainless steel guide. Stainless steels properties – how to weld them where to use them. Lincoln Electric Company® - USA. *Welding Guide*, 2003.
  - 8 Saluja R, Moeed KM. Formation, quantification and significance of delta ferrite for 300 series stainless steel weldments. *International Journal of Engineering Technology, Management and Applied Sciences*. 2015; 3: 23 -36
  - 9 AWS A4.2M - 06: Standard procedures for calibrating magnetic instruments to measure the delta ferrite content of austenitic and duplex ferritic-austenitic stainless steel weld metal. American Welding Society, 2006.
  - 10 Helmut Fischer®. Measurement of the ferrite content in austenitic and duplex steel. Helmut Fischer – Germany. Catálogo do Feritscope® FMP30, 2012.
  - 11 Rietveld HM. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*. 1969; 2 (2): 65-71.
  - 12 Connolly JR. Introduction to quantitative X-Ray diffraction methods, EPS400, Introduction to X-Ray powder diffraction. Spring, 2012.
  - 13 Martins M, Casteletti LC. Microstructural characterization and corrosion behavior of a super duplex stainless steel casting. *Mater. Charact.* 2009; 60: 150–155.
  - 14 Badjia R, Bouabdallah M, Bacroix B, Kahloun C, Bettahar K, Kherrouba N. Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of r-phase in 2205 duplex stainless steel welds. *Mater. Sci. Eng. A*. 2008; 496(1–2): 447–454.
  - 15 ASTM E562 – 05: Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. ASTM International, 2005
  - 16 Abreu HFG, de Carvalho SS, Neto PL, dos Santos RP, Freire VN, Silva PMO *et al.* Deformation induced martensite in an AISI 301LN stainless steel: characterization and influence on pitting corrosion resistance. *Materials Research*. 2007; 10(4): 359-366.
  - 17 Silva VMA. Caracterização por correntes parasitas de aços inoxidáveis austeníticos deformados a frio [dissertação de mestrado]. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2016

- 18 Shah SAH. Vibrating sample magnetometry: analysis and construction [página da internet]. Syed Babar Ali School of Science and Engineering. Paquistão: 2013 [acesso em 15 jun. 2017]. Disponível em: [http://physlab.org/wp-content/uploads/2016/03/Sproj\\_alamdar1.pdf](http://physlab.org/wp-content/uploads/2016/03/Sproj_alamdar1.pdf).

19