

# AVALIAÇÃO E COMPARAÇÃO DAS TÉCNICAS DE ESTEREOLOGIA QUANTITATIVA E FERRITOSCOPIA PARA A QUANTIFICAÇÃO DA FERRITA EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS S31803 ENVELHECIDO A 850°C\*

*Darlan Vale Bayão<sup>1</sup>  
Geraldo Lúcio de Faria<sup>2</sup>  
Emiliana Cristina Marques Arthuso<sup>3</sup>  
Rogério Felício dos Santos<sup>4</sup>  
Carlos Eduardo dos Santos<sup>5</sup>  
Sidney Nicodemos da Silva<sup>6</sup>  
Ivete Peixoto Pinheiro<sup>7</sup>*

## Resumo

Os aços inoxidáveis duplex (AIDs) são ligas metálicas que possuem uma microestrutura bifásica constituída por frações volumétricas aproximadas de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ). Esta microestrutura proporciona ao material uma combinação atrativa de propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. O desbalanço das frações volumétricas destas fases pode ocorrer quando os AIDs são expostos a temperaturas elevadas, seja durante os processos de produção, soldagem ou até mesmo em condições de serviço e podem provocar alterações indesejadas nas propriedades da liga. Nesse contexto, a utilização de metodologias eficientes que permitam avaliar quantitativamente as frações dessas fases em AIDs é de grande relevância. Diante disso, o objetivo deste trabalho foi avaliar e comparar os resultados da aplicação das técnicas de estereologia quantitativa e ferritoscopia para quantificar as frações de  $\alpha$  em amostras de um aço duplex UNS S31803 (2205) submetidas a um tratamento térmico de solubilização a 1050°C e diferentes intervalos de tempo de envelhecimento a 850°C. Concluiu-se que o ferritoscópio subestima os valores da fração de  $\alpha$ , quando comparado com a estereologia quantitativa. Parâmetros como textura, distorções na rede cristalina, geometria da amostra e padrões de calibração exercem influência em sua medição. Sendo assim, a estereologia quantitativa mostrou-se como a técnica mais adequada para a quantificação de fases nos AIDs.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável duplex; Quantificação de fases; Ferritoscopia; Estereologia quantitativa.

## EVALUATION AND COMPARISON OF QUANTITATIVE STEREOLOGY AND FERRITOSCOPY TECHNIQUES FOR THE FERRITE QUANTIFICATION IN A UNS S31803 DUPLEX STAINLESS STEEL AGED AT 850°C

### Abstract

Duplex stainless steels (DSSs) are metal alloys that have a two-phase microstructure consisting of approximate volumetric fractions of ferrite ( $\alpha$ ) and austenite ( $\gamma$ ). This microstructure provides the material an attractive combination of mechanical properties and corrosion resistance. The unbalance of the volumetric fractions of these phases can occur when the DSSs are exposed to high temperatures, either during production, welding or even under service conditions and may cause undesired changes in the alloy properties. In this context, the use of efficient methodologies that allow quantitatively evaluate the fractions of these phases in DSSs is of great relevance. Therefore, the aim of this work was to evaluate and compare the results of the quantitative stereology and ferritoscopy techniques to quantify the fractions of  $\alpha$  in samples of a UNS S31803 (2205) DSS subjected to a solubilization heat treatment (HT) at 1050°C and different time intervals of aging HT at 850°C. It was concluded that the feritoscope underestimates the fraction values of  $\alpha$  when compared to quantitative stereology. Parameters such as texture, crystal lattice distortions, geometry of the sample and calibration standards influence on its measurement. Thus, quantitative stereology proved to be the most adequate technique for the quantification of phases in the DSSs.

**Keywords:** Duplex stainless steel; Phases quantification; ferritoscopy; Quantitative stereology.

- <sup>1</sup> *Graduação em Engenharia Metalúrgica (Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP), Especialização MBA em Gestão da Qualidade integrada ao Meio Ambiente (Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais - PUC Minas), MSc. em Engenharia de Materiais (Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG), Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- <sup>2</sup> *Graduação em Física aplicada a Ciência dos Materiais (Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP), MSc. e Dr. em Engenharia de Materiais (Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT), Professor adjunto, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMAT), Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.*
- <sup>3</sup> *Graduação em Engenharia de Materiais (Centro Universitário do Leste de Minas Gerais – Unileste), MSc. em Engenharia Metalúrgica e de Materiais (Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG), Metalurgista Inox, PMI - Metalurgia de Inox, APERAM South America, Timóteo, Minas Gerais, Brasil.*
- <sup>4</sup> *Graduação em Licenciatura Plena de Formação Profissional (CEFET/MG), MSc. (PUC Minas) e Dr. em Engenharia Mecânica (Universidade Federal de Uberlândia - UFU) Professor efetivo, Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAT), Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- <sup>5</sup> *Graduação em Engenharia Mecânica (PUC Minas) e em Administração (PUC Minas), MSc. em Engenharia de Materiais (CEFET/MG) e Dr. em Engenharia Mecânica (PUC Minas), Professor efetivo, Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAT), Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- <sup>6</sup> *Graduação em Física Bacharelado (Universidade Federal de Minas Gerais), MSc. e Dr. em Engenharia Metalúrgica e de Minas (UFMG), Professor efetivo, Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAT), Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*
- <sup>7</sup> *Graduação em Engenharia Química (UFMG) e em Engenharia Metalúrgica (UFMG), MSc. e Dr. em Engenharia Metalúrgica e de Minas (UFMG), Professora titular, Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAT), Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET/MG, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.*

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AIDs) são ligas metálicas contendo Fe-Cr-Ni-Mo que pertencem a uma das classes dos aços inoxidáveis. Estas ligas possuem uma microestrutura bifásica constituída por frações volumétricas aproximadas de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ) [1]. Esta razão de 1:1 entre a  $\alpha$  e  $\gamma$  proporciona uma combinação atrativa de propriedades mecânicas e de resistência à corrosão aos AIDs [2, 3]. A resistência à corrosão e a alta resistência mecânica são provenientes da  $\alpha$ , enquanto a  $\gamma$  melhora a ductilidade e a resistência à corrosão uniforme da liga [2, 4]. Além do mais, sabe-se que, em relação às propriedades magnéticas, a  $\alpha$  é uma fase ferromagnética enquanto a  $\gamma$  é paramagnética [5].

Dessa forma, dentre as ligas resistentes a ambientes agressivos, os AIDs tornaram-se uma interessante alternativa para utilização em diversas aplicações, em especial na indústria petroquímica, especificamente nas plataformas *offshore*, por exemplo, na forma de componentes estruturais dos tubos flexíveis utilizados na extração de petróleo em águas profundas [1, 6, 7].

Porém, quando expostos ao calor, ou seja, durante os processos de produção (laminação, fundição, forjamento), soldagem ou até mesmo em condições de serviço, os AIDs se tornam susceptíveis a transformações de fases que podem resultar na precipitação de fases secundárias (deletérias) promovendo um desbalanço entre as fases  $\alpha$  e  $\gamma$  [8]. Dessa forma, manter uma proporção equilibrada entre as fases primárias é um dos maiores desafios durante os processos de produção e de soldagem dos AIDs.

Uma microestrutura desbalanceada pode resultar na perda de propriedades mecânicas e de resistência à corrosão da liga [3]. Sabe-se que as propriedades desejáveis são provenientes de microestruturas constituídas por aproximadamente 50% de  $\alpha$  [9]. Tendo em vista a relevância desse balanço, normas internacionais como a NORSOK M-630 [10] estabelecem limites para a fração de  $\alpha$  para os AIDs na qual deve se situar entre 35-55%.

Durante processos de soldagem, uma fração excessiva de  $\alpha$  pode induzir a precipitação de nitretos de cromo do tipo  $\text{Cr}_2\text{N}$  nesta fase, provocando uma queda na resistência à corrosão do material, além de um decréscimo na tenacidade. Em contrapartida, frações inferiores a 30%, devido às baixas velocidades de resfriamento durante a soldagem, podem provocar a precipitação de fases intermetálicas tais como as fases sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ) e a austenita secundária ( $\gamma_2$ ), que deterioram as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão da junta soldada [11].

O aumento da demanda por AIDs nas suas diversas aplicações fez com que o controle dos processos de produção e a necessidade de se conhecer com precisão as frações das fases antes da aplicação final da liga duplex se tornassem rigorosos e obrigatórios [9].

Atualmente, duas técnicas distintas de quantificação de fases vêm sendo amplamente utilizadas para a determinação da fração de  $\alpha$  nos AIDs, sendo elas: ferritoscopia utilizando-se o ferritoscópio e a estereologia quantitativa (metalografia quantitativa ou metalografia estereométrica) utilizando *softwares* analisadores de imagens aplicados em fotomicrografias geradas pela microscopia óptica após ataques metalográficos com reativos que permitem diferenciar a  $\alpha$  e a  $\gamma$  de forma nítida [8].

Em condições industriais, o ferritoscópio é utilizado com frequência para a quantificação da proporção das fases primárias. Esses instrumentos calculam a fração da fase ferromagnética ( $\alpha$  no caso dos AIDs) em um determinado volume. Uma quantificação mais detalhada é obtida a partir da metalografia quantitativa [3]. Infelizmente, a quantificação de fases pode ser influenciada por uma série de fatores a partir das técnicas de quantificação existentes [9].

Diante disso, o presente trabalho teve como objetivo avaliar e comparar os resultados de duas técnicas de quantificação mais utilizadas para quantificar a fração volumétrica da  $\alpha$ , sendo elas a estereologia quantitativa e a ferritoscopia, em um AID UNS S31803, a partir de análises realizadas em amostras solubilizadas e envelhecidas a 850°C por diferentes intervalos de tempo.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado no presente estudo trata-se de um aço inoxidável duplex da classe UNS S31803 (2205) que foi fornecido pela empresa APERAM *South America* em forma de chapas (espessura nominal de 4mm), laminadas a quente, recozidas e decapadas. A composição química (CQ) da liga foi fornecida pelo fabricante e é exibida na Tabela 1 juntamente com a especificação química da liga, conforme determina a norma A240/A240M – 18 da *American Society for Testing and Materials* (ASTM) [12].

**Tabela 1.** Comparação da CQ (% em peso) do AID UNS S31803 utilizado no trabalho com a norma A240/A240M – 18 da ASTM.  
Fonte: Adaptado de [13].

Aço/Norma	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	W	N* (ppm)
UNS S31803 (2205)	0,01	1,81	0,26	0,02	0,00	22,42	5,43	3,01	0,19	0,02	1527
ASTM A240/A240M – 18	0,03 (máx.)	2,00 (máx.)	1,00 (máx.)	0,03 (máx.)	0,02 (máx.)	21,00-23,00	4,50-6,50	2,50-3,50	-	-	800-2000

Verifica-se, a partir da Tabela 1, que os elementos químicos da CQ do material estão todos dentro da tolerância determinada pela norma da ASTM para os AIDs da classe UNS S31803. Sabe-se que este AID possui um alto teor de Mo, quando comparado com os aços inoxidáveis tradicionais, o que melhora substancialmente a resistência à corrosão da liga.

Após o recebimento do material, as chapas foram cortadas longitudinalmente em forma de tiras e, em seguida, transversalmente em 6 amostras com dimensões aproximadas de 25mm x 15mm x 4mm.

Após seccionadas, todas as amostras foram submetidas ao tratamento térmico (TT) de solubilização à temperatura de 1050°C por 30min, seguido de resfriamento em água à temperatura ambiente com o propósito de dissolver as fases secundárias (fases intermetálicas, carbonetos, nitretos, etc.) que, por ventura, tenham se precipitado durante o processamento termomecânico da liga em seu estágio de produção e, ainda, tornar a proporção das fases primárias ( $\alpha$  e  $\gamma$ ) mais equilibrada possível (50% de  $\alpha$  e 50% de  $\gamma$ ) [13].

Posteriormente, cinco das seis amostras cortadas foram submetidas aos TTs de envelhecimento isotérmico a 850°C por diferentes intervalos de tempo (10min, 30min, 1h, 2h e 4h de encharque), seguidos de resfriamento em água à temperatura ambiente, com o objetivo de se produzir frações distintas de  $\alpha$ . Após os TTs, as

amostras passaram pelo processo de preparação metalográfica. Destaca-se que anteriormente ao ataque químico a superfície da amostra foi polida utilizando-se pastas de diamante com granulometria de até 1 $\mu$ m.

Em seu trabalho, Bayão et al. (2018) [14] concluíram que, dentre os reativos comumente utilizados para atacar os AIDs, o Beraha modificado se apresentou como o mais eficiente na geração de contraste que permita identificar e diferenciar com confiança as fases  $\alpha$  e  $\gamma$ , assim como as fases secundárias, tal como a fase  $\sigma$ .

Bayão (2019) [15] destacou, dentre as principais vantagens do referido reativo, o excelente contraste e a boa homogeneidade de ataque entre as fases presentes na microestrutura do AID UNS S31803, a fácil identificação de fases (gerando resultados confiáveis na etapa de quantificação) e a clara diferenciação entre as fases primárias ( $\alpha$  e  $\gamma$ ) das intermetálicas. Devido a isso, o Beraha modificado foi considerado pelos autores [14, 15] como o reativo mais indicado, tanto para o ataque de amostras na condição solubilizada quanto na condição envelhecida e, dessa forma, foi selecionado para realização das quantificações de fases por meio da técnica de estereologia quantitativa. As principais informações sobre o ataque químico utilizando-se o Beraha modificado são exibidas na Tabela 2.

**Tabela 2.** Principais informações sobre o ataque realizado com o reativo Beraha modificado  
Fonte: Adaptado de [1, 14, 15, 16]

Reativo	Composição química	Natureza do ataque	Método de ataque	Tempo de ataque
Beraha modificado	20mL de HCl 80mL de H <sub>2</sub> O 1g de K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 2g de (NH <sub>4</sub> ) HF <sub>2</sub>	Ataque químico	Imersão	25-30s

É importante mencionar que, no momento da realização dos ataques, foi adicionada uma quantidade proporcional à 2g de bifluoreto de amônio ((NH<sub>4</sub>) HF<sub>2</sub>) por 100mL da solução de estoque (20mL de ácido clorídrico (HCl), 80mL de água destilada e 1g de metabissulfito de potássio (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)).

Posteriormente aos ataques, para se ter representatividade, foram obtidas 20 fotomicrografias com ampliação de 400x a partir de diferentes áreas de cada uma das amostras utilizando-se um microscópio óptico metalográfico platina invertida da marca Kontrol modelo IM713.

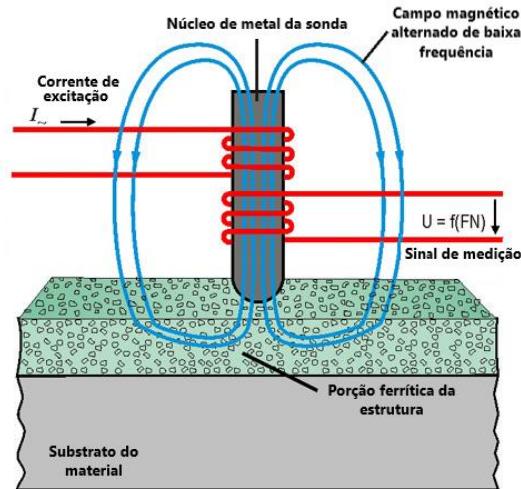
É importante ressaltar que a direção escolhida para a quantificação da fase ferrítica foi o plano de laminação da chapa, considerando que em estudos anteriores [8] foi comprovado que, independentemente da direção escolhida (longitudinal, transversal ou no plano de laminação), não há diferenças estatísticas nos resultados da quantificação de fases.

Para a realização da quantificação da fase ferrítica foram utilizadas duas técnicas distintas. Sendo elas:

#### a) Ferritoscopia

O objetivo da utilização do dispositivo foi realizar medições da fração da fase ferromagnética ( $\alpha$  no caso dos AIDs). O método de medição é baseado na indução magnética na qual um campo magnético é gerado por uma bobina que interage com a fase magnética da amostra. As mudanças no campo magnético induzem uma tensão proporcional ao conteúdo da fase ferromagnética em uma segunda bobina. Então, esta tensão é medida e exibida no visor do ferritoscópio [17]. Este método é

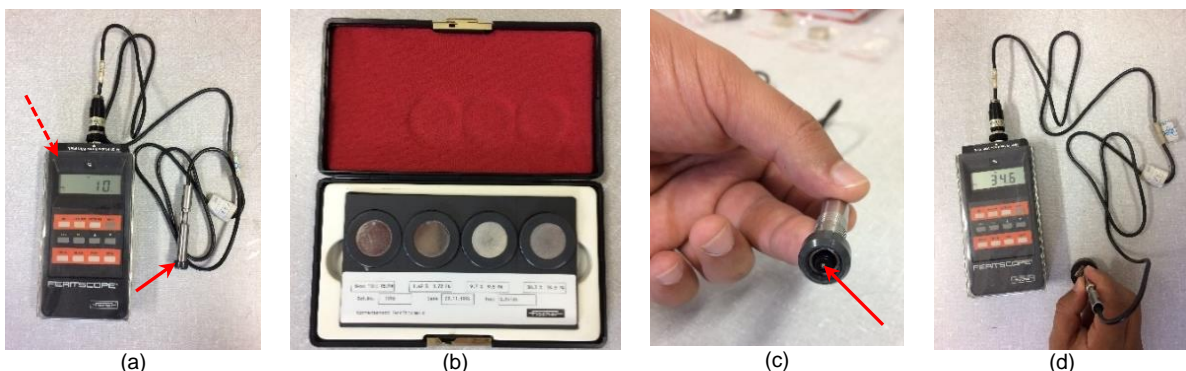
não destrutivo, indireto, simples, barato, rápido e fácil de ser executado. O princípio de funcionamento do ferritoscópio é exibido no diagrama esquemático da Figura 1.



**Figura 1.** Princípio de funcionamento do ferritoscópio em um AID de acordo com o método da indução magnética  
Fonte: Adaptado de [17]

Para a quantificação da  $\alpha$  a partir da ferritoscopia, utilizou-se um equipamento denominado ferritoscópio, ou ferritômetro, da marca Fischer modelo MP30E (Figura 2 (a)). O dispositivo possui um limite inferior de detecção de 0,1% de  $\alpha$  e foi calibrado com auxílio de padrões de calibração (Figura 2 (b)) disponibilizados pelo fabricante. Para a obtenção da fração média de  $\alpha$  foram realizadas 10 medições em cada uma das amostras.

O ferritoscópio é um equipamento composto por uma unidade de controle e exibição da medição (seta tracejada vermelha na Figura 2 (a)), uma sonda portátil (seta “cheia” vermelha na Figura 2 (a)). Na sonda, há um núcleo de metal macio, indicado pela seta vermelha da Figura 2 (c), com duas bobinas em torno do núcleo. Além disso, o equipamento possui a capacidade de transferir dados das medidas realizadas para um computador para realização das análises dos resultados. Para se realizar a medição, é necessário que a sonda seja mantida em contato com a superfície da amostra, conforme mostrado na Figura 2 (d) [18].



**Figura 2.** Ferritoscópio utilizado para realizar as medições magnéticas da liga estudada. (a) Visão geral do ferritoscópio (b) Padrões de calibração (c) Detalhe do núcleo metálico da sonda (d) Medição sendo realizada em uma das amostras

## b) Estereologia quantitativa (metalografia quantitativa)

O objetivo da utilização desta técnica foi medir a fração da fase ferrítica a partir das fotomicrografias geradas pela microscopia óptica.

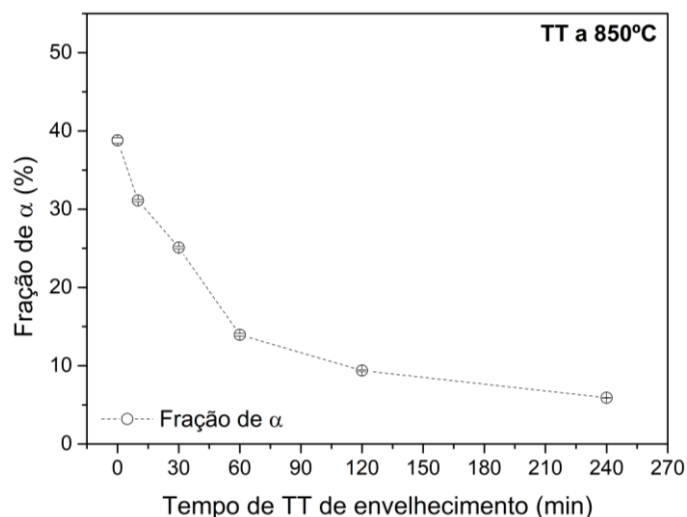
A estereologia quantitativa trata da relação quantitativa entre as medidas bidimensionais realizadas no plano de polimento de uma amostra metálica, com medidas características dos elementos da microestrutura do espaço tridimensional ocupado pela liga [19, 20].

As quantificações das frações de  $\alpha$  foram conduzidas com auxílio do *software* analisador de imagens ImageJ® versão 1.52. O princípio de funcionamento dos *softwares* analisadores de imagens se baseia basicamente na identificação, processamento e diferenciação de contrastes entre as cores presentes em uma imagem. Dessa maneira, é extremamente importante que o reativo utilizado para os ataques químicos revele de maneira mais eficiente e claramente possível o contraste entre as fases, para que a quantificação seja realizada com menor probabilidade de erros de medição. O aumento de 400x foi padronizado durante a aquisição das 20 fotomicrografias das amostras para a realização do procedimento de quantificação da  $\alpha$ .

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1. Ferritoscopia

As amostras tiveram os percentuais volumétricos de  $\alpha$  determinados a partir das medições magnéticas realizadas pelo ferritoscópio e os resultados obtidos (média aritmética e desvio padrão) foram plotados no gráfico exibido pela Figura 3, considerando-se como tempo 0min o material apenas solubilizado, onde teoricamente estavam presentes somente as fases primárias ( $\alpha$  e  $\gamma$ ).



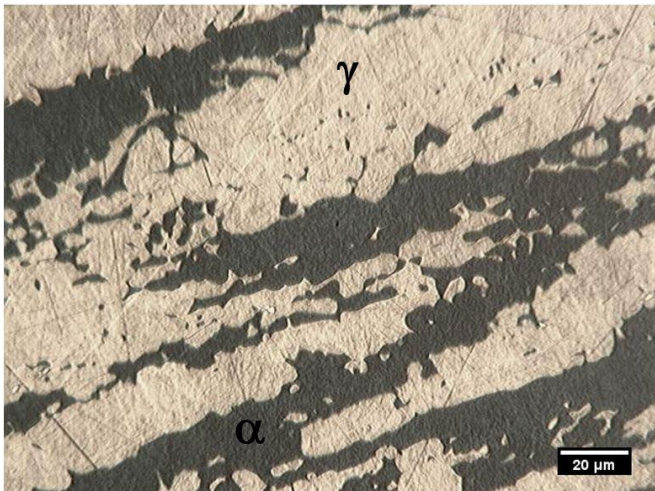
**Figura 3.** Médias das frações de  $\alpha$  em função do tempo de TT a 850°C (ferritoscópio)

Analisando a Figura 3, nota-se uma diminuição acentuada na fração de  $\alpha$  principalmente durante os estágios iniciais do TT a 850°C. Segundo diversos autores [1, 13, 21], nessa temperatura de tratamento, a  $\gamma$  é favorecida termodinamicamente, assim sendo, caso o tempo de exposição da amostra seja significativo, haverá uma decomposição da  $\alpha$  em austenita secundária e fase  $\sigma$  ( $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ ). Por essa transformação ser controlada por difusão, a fração de  $\alpha$  é estreitamente dependente

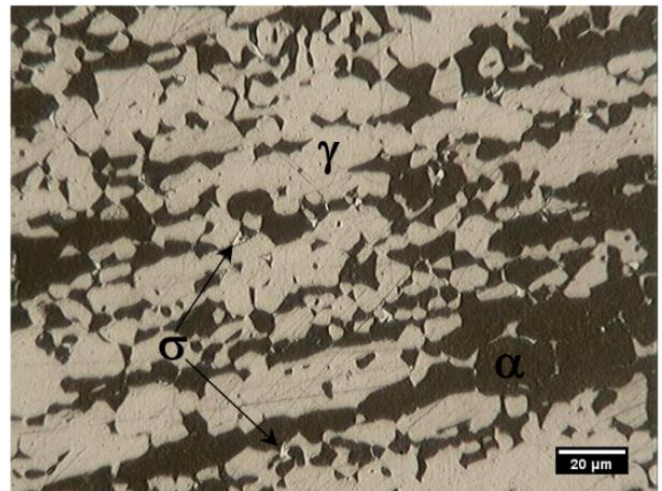
do tempo de exposição do material ao TT, de forma que a fração de  $\alpha$  decresce com o aumento do tempo de envelhecimento.

### 3.2. Estereologia quantitativa

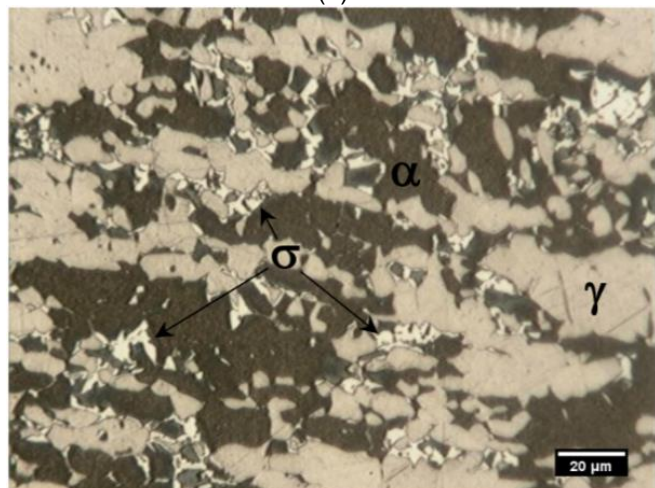
Na Figura 4 (a) a (f) são exibidas as fotomicrografias, obtidas pela microscopia óptica, das amostras submetidas aos TTs.



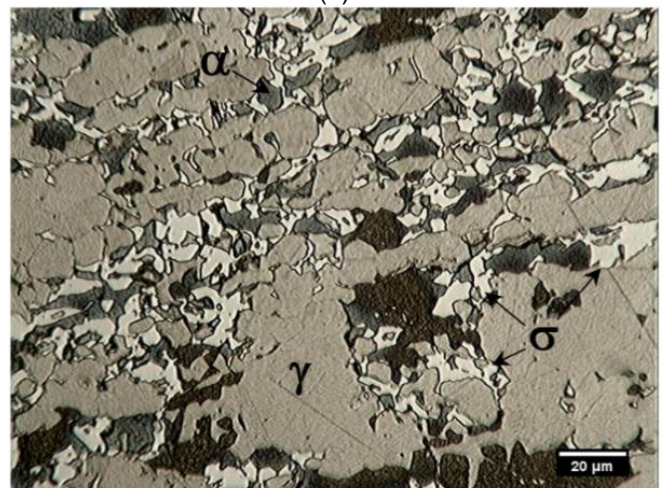
(a)



(b)

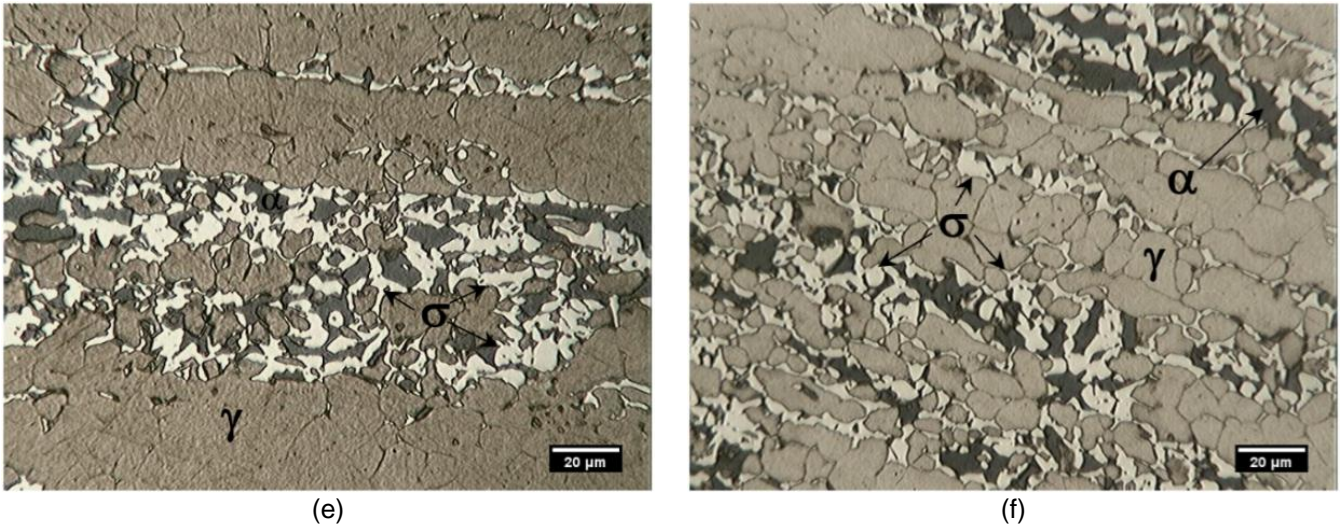


(c)



(d)

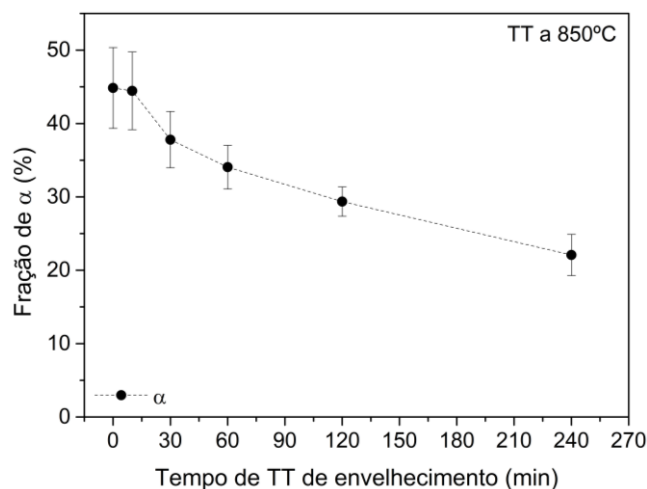




**Figura 4.** Fotomicrografias evidenciando a evolução das transformações de fases e o desbalanço da razão 1:1 ( $\alpha$  e  $\gamma$ ) característica dos AIDs. (a) amostra solubilizada a 1050°C por 30min; envelhecimentos realizados a 850°C por (b) 10min; (c) 30min; (d) 60min; (e) 120min e (f) 240min.

A partir das fotomicrografias das amostras atacadas pelo reativo Beraha modificado, obtiveram-se as frações da  $\alpha$  por meio da técnica de estereologia quantitativa.

Na Figura 5 são apresentas as médias das frações volumétricas da fase ferrítica da liga solubilizada e das amostras envelhecidas a 850°C em função do tempo de TT. O gráfico foi plotado tomando como o tempo 0min o material solubilizado.

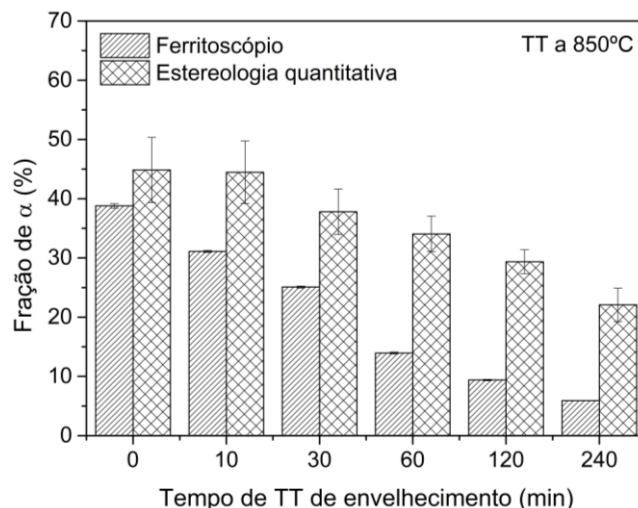


**Figura 5.** Média das frações de  $\alpha$  em função do tempo de TT a 850°C (estereologia quantitativa)

Percebe-se que, diferentemente dos resultados das medições magnéticas (Figura 3), a queda das frações de  $\alpha$  é bem mais sutil em comparação aos valores quantificados pela estereologia quantitativa.

### 3.3. Comparação entre as técnicas

Os resultados das técnicas de quantificação de fases foram comparados por meio do gráfico exibido na Figura 6.



**Figura 6.** Gráfico comparativo entre as frações de  $\alpha$ , quantificada pela estereologia quantitativa e ferritoscopia, em função do tempo de TT de envelhecimento a 850°C

A partir do gráfico, observa-se que as frações volumétricas de  $\alpha$  quantificadas pela técnica de ferritoscopia são inferiores, em todas as condições, às medidas por estereologia quantitativa (ImageJ®), estando de acordo com trabalhos anteriores [13, 22, 23]. Esta diferença chega a ser de até 20,1% (60min de TT), e está de acordo com trabalhos de outros autores [8].

Observa-se que, as duas técnicas indicam a mesma tendência decrescente das frações de  $\alpha$  em função dos tempos de TT de envelhecimento a 850°C.

Sabe-se que as medições realizadas pelo ferritoscópio são fortemente influenciadas pela textura cristalográfica do material presente em chapas laminadas (processo de conformação no qual a liga estudada no presente trabalho foi submetida) [13]. Já a técnica de estereologia quantitativa pode ser aplicada a qualquer tipo de microestrutura e são independentes de orientações preferenciais [13].

A ferritoscopia é uma técnica baseada na permeabilidade magnética das fases ferromagnéticas presentes no material, e esta pode ser perturbada por distorções na rede cristalina, tais como discordâncias (deslocações), reduzindo a capacidade de detecção destas fases a partir do equipamento [24].

Além disso, os problemas das medições magnéticas realizadas pelo ferritoscópio também podem ser atribuídos aos padrões de calibração serem fabricados a partir de ligas diversas, fator tal que subdimensiona a fração de  $\alpha$  em aços bifásicos, do tipo duplex. Portanto, para se obter resultados confiáveis, segundo estudos anteriores [22], seria necessário calibrar o equipamento utilizando-se padrões de calibração específicos, fabricados com o mesmo material a ser analisado e pelo mesmo processo de fabricação ao invés dos padrões convencionais fornecidos pelos fabricantes do ferritoscópio.

Além do mais, existem alguns parâmetros que influenciam na medição de conteúdo de  $\alpha$  a partir do ferritoscópio, tais como a curvatura e a espessura da amostra, além da distância da borda até o local de medição [25].

Entretanto, é razoável ressaltar que a ferritoscopia é considerada a técnica mais adequada para a avaliação da fração de  $\alpha$  no ambiente industrial, pois além de sua portabilidade, o dispositivo é de operação simples e rápida que proporciona uma resposta direta de fácil interpretação e, além disso, é uma técnica não destrutiva [23].

As principais vantagens e limitações das duas técnicas de quantificação estudadas podem ser observadas na Tabela 3.

**Tabela 3.** Vantagens e limitações das técnicas de quantificação da  $\alpha$  utilizadas no trabalho

Técnica de quantificação	Vantagens	Limitações
Ferritoscopia (Ferritoscópio)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Portabilidade do equipamento (medições podem ser realizadas <i>in loco</i>).</li> <li>• Dispositivo de operação rápida e simples.</li> <li>• Proporciona uma resposta direta e de fácil interpretação.</li> <li>• Técnica não destrutiva.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Medições são fortemente influenciadas pela textura cristalográfica do material.</li> <li>• Medições podem ser perturbadas por distorções na rede cristalina, tais como discordâncias (deslocações), reduzindo assim a capacidade de detecção das fases ferromagnéticas.</li> <li>• Padrões de calibração fabricados a partir de ligas diversas, subdimensionam a fração de <math>\alpha</math> em aços bifásicos.</li> <li>• A geometria da amostra (curvatura e espessura) e a distância da borda até o local de medição influenciam na medição do teor de <math>\alpha</math>.</li> </ul>
Estereologia quantitativa (Software analisador de imagens)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pode ser aplicada a qualquer tipo de microestrutura, independentemente da presença de fases ferromagnéticas.</li> <li>• As quantificações são independentes de orientações preferenciais.</li> <li>• Normalmente, não subestima os resultados das quantificações de fases.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Exige preparação metalográfica mais minuciosa, necessitando que o reativo utilizado nos ataques químicos revele de maneira mais clara e eficiente possível o contraste entre as fases para posterior quantificação.</li> </ul>

Analisando a Tabela 3, conclui-se que a estereologia quantitativa parece ser a técnica mais confiável e adequada para a quantificação das frações volumétricas de fases nos AIDs. Porém a técnica de ferritoscopia deve ser considerada para aplicações práticas, como por exemplo para medições realizadas *in loco* (ambientes industriais e locais remotos com pouca ou nenhuma infraestrutura laboratorial) [9].

Como sugestão de desenvolvimento da técnica de quantificação e melhoria dos resultados obtidos pelo ferritoscópio, seria interessante, para trabalhos futuros, utilizar amostras de AIDs com diferentes frações de  $\alpha$  para atuarem como padrões de calibração do equipamento. Dessa maneira, as amostras padrões de AIDs, contendo diferentes frações de  $\alpha$  medidas por estereologia quantitativa, seriam utilizadas em ocasiões em que o equipamento for utilizado para este tipo de material.

Portanto, faz-se necessário um estudo mais aprofundado sobre as técnicas de quantificação de fases nos AIDs, comparando os resultados das técnicas deste estudo com resultados de outros métodos utilizados para a quantificação de fases, tais como difração de raios X (DRX), *Electron Backscattered Diffraction* (EBSD - Difração de Elétrons Retroespalhados) e saturação magnética [8].

#### 4. CONCLUSÃO

O presente estudo permitiu concluir que:

- A técnica de ferritoscopia subestima os valores da fração de  $\alpha$ , em todas as condições, quando comparados com as quantificações realizadas a partir da estereologia quantitativa utilizando-se como ferramenta um *software* analisador de imagens.
- Diversos parâmetros tais como textura cristalográfica, distorções na rede cristalina, geometria da amostra e padrões de calibração exercem influência na medição do teor de  $\alpha$  realizada pelo ferritoscópio.

- A técnica de estereologia quantitativa demonstrou ser a técnica mais confiável e adequada para a medição das frações volumétricas das fases dos AIDs.
- O ferritoscópio se apresenta como uma ferramenta relevante para aplicações práticas, como por exemplo em medições realizadas *in loco*.
- É necessário a utilização de padrões de calibração específicos, fabricados pelo próprio material e pelo mesmo processo de fabricação, para calibrar o ferritoscópio a fim de melhorar a convergência das medições.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a APERAM *South America* pelo fornecimento do material utilizado na pesquisa, o CEFET-MG pela estrutura oferecida, a equipe do Laboratório de Robótica, Soldagem e Simulação (LRSS) da UFMG pelas medições magnéticas executadas no ferritoscópio e a FAPEMIG pelo apoio financeiro.

## REFERÊNCIAS

- 1 Santos DC, Magnabosco R. Kinetic study to predict sigma phase formation in duplex stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2016;47(4):1554-1565.
- 2 Michalska J, Sozańska M. Qualitative and quantitative analysis of  $\sigma$  and  $\chi$  phases in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2006;56(4-5):355-362.
- 3 Varbai B, Pickle T, Májlinger K. Development and comparison of quantitative phase analysis for duplex stainless steel weld. *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*. 2018; 62(3):247-253.
- 4 Llorca-Isern N, López-Luque H, López-Jiménez I, Biezma MV. Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels. *Materials Characterization*. 2016;112:20-29.
- 5 Mendonça CSP, Ribeiro VAS, Silva MR, Oliveira VD, Rodrigues CA, Melo MLNM et al. Influência do tratamento térmico de envelhecimento a 850°C na microestrutura e nas propriedades mecânicas e magnéticas do aço duplex UNS S31803. *Revista Matéria*. 2013;18(3):1373-1381.
- 6 Kiasoz A, Karaaslan A, Bayrak Y. Effect of etching methods in metallographic studies of duplex stainless steel 2205. *Metal Science and Heat Treatment*. 2016; 58(11-12):704-706.
- 7 Kashiwar A, Vennela NP, Kamath SL, Khatirkar RK. Effect of solution annealing temperature on precipitation in 2205 duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2012; 74(?):55-63.
- 8 Mélo EB, Santos DC, Magnabosco R. Estudo comparativo dos métodos de quantificação de porcentagem volumétrica de ferrita em aço inoxidável dúplex UNS S31803 (SAF 2205). [Apresentação no Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável; 2009 nov 12-14; São Paulo, Brasil.
- 9 Forgas Júnior A, Otubo J, Magnabosco R. Ferrite quantification methodologies for duplex stainless steel. *Journal of Aerospace Technology and Management*. 2016; 8(3):357-362.
- 10 Norsok Standard M-630: Material data sheets and element data sheets for piping. Standards Normay, 2010.
- 11 Souza GC, Pardal JM, Tavares SSM, Fonseca MPC, Martins JLF, Moura EP et al. 2013. Avaliação da proporção de fases em juntas soldadas de tubulações de aço inoxidável duplex mediante aplicação de ensaios não destrutivos. *Soldagem & Inspeção*. 2013; 18(2):158-168.
- 12 American Society for Testing and Materials. ASTM A240/A240M-18: standard specification for chromium and chromium-nickel stainless steel plate, sheet, and strip for pressure vessels and for general applications. West Conshohocken – USA, 2018, 12 p.

- 13 Escriba DM, Materna-Morris E, Plaut RL, Padilha AF. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. *Materials Characterization*. 2009; 60(11):1214-1219.
- 14 Bayão DV, Faria GL, Arthuso GL, Mota GL, Silva SN, Pinheiro IP. Comparação entre diferentes tipos de reagentes metalográficos utilizados na caracterização microestrutural de um aço inoxidável duplex UNS S31803 por meio da microscopia óptica. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Anais do 23º CBECiMat; 2018 nov 04-08; Foz do Iguaçu, Brasil. São Paulo: Metallum Congressos Técnicos e Científicos; 2018. p. 4412-4424.
- 15 Bayão DV. Influência das transformações de fases nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS S31803 (SAF 2205) envelhecido isotermicamente a 750°C e a 850°C [Dissertação]. Belo Horizonte: Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais; 2019.
- 16 ASM International. *Metallography and Microstructures – Volume 9*. Materials Park (Novelty – OH): ASM International, 2004.
- 17 Helmut-Fischer [página da internet]. Sindelfingen: Fischer; 2019 [citado em 20 maio 2019]. Disponível em: <https://www.helmut-fischer.de/en/germany/knowledge/methods/material-testing/ferrite-content-measurement/>
- 18 Beese AM. Quantification of phase transformation in stainless steel 301LN sheets [Thesis]. Cambridge: Massachusetts Institute of Technology; 2008.
- 19 Duka E. Quantitative analysis of microstructure in metals with computer assistance. In: International Symposium on Computing in Informatics and Mathematics. Proceedings of the 1<sup>st</sup> ISCIM; 2011 June 02-04; Tirana, Durres, Albania: EPOKA University and “Aleksander Moisiu” University of Durres, 2011. p. 1-6.
- 20 Underwood EE. Quantitative stereology for microstructural analysis. *Microstructural Analysis*. 1973; ?(?): 35-66.
- 21 Pohl M, Storz O. Sigma-phase in duplex-stainless steels. *Zeitschrift Für Metallkunde*. 2004; 95(7):631-638.
- 22 Camerini CG, Silva VMA, Soares IA, Santos RWF, Ramos JE, Santos JMC et al. Avaliação do ferritoscópio para quantificação de ferrita delta em aços inoxidáveis superduplex. In: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração. Anais do 72º Congresso Anual da ABM; 2017 out 02-06; São Paulo, Brasil. São Paulo: Blucher Proceedings; 2017. p. 2491-2501.
- 23 Camerini CG, Silva VMA, Soares IA, Santos RWF, Ramos JE, Santos JMC et al. Ferrite content meter analysis for delta ferrite evaluation in superduplex stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*. 2018; 7(3):366-370.
- 24 Silva CS, Souza CO, Casanova AMB, Teixeira RS, Alves JM Paula AS et al. Avaliação do comportamento mecânico do aço inoxidável austenítico 304L via nanoindentação. *Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração*. 2018; 15(4):364-368.
- 25 Helmut Fischer GmbH. Operators Manual FERITSCOPE® FMP30: Determination the ferrite content of austenitic and duplex stainless steel and determination of the ratio of martensite in austenitic stainless steels. Sindelfingen (Germany): Helmut Fischer; 2008.