

Tema: Metalurgia física e comportamento de materiais em temperaturas elevadas

## ACOMPANHAMENTO DA FORMAÇÃO DE FASE SIGMA NO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF2205 (UNS31803) POR RUÍDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN (MBN)\*

Edgar Apaza Hualpa<sup>1</sup>

Eduardo Franco de Monlevade<sup>2</sup>

Manuel Alberteris<sup>3</sup>

Linilson R. Padovese<sup>4</sup>

Hélio Goldenstein<sup>5</sup>

### Resumo

Os aços inoxidáveis duplex (AID), apresentam em geral uma microestrutura composta de austenita e ferrita em proporções aproximadamente iguais. Para ter o controle dos processos de fabricação e desempenho é importante conhecer sua evolução microestrutural, devido à precipitação de fases intermetálicas como sigma ( $\sigma$ ) e chi ( $\chi$ ), que causam grave deterioração das propriedades mecânicas do material. Neste trabalho foi estudada a evolução da fase sigma ( $\sigma$ ) durante tratamentos térmicos em temperaturas intermetálicas (800°C-900°C) de amostras do aço inoxidável duplex tipo SAF2205 (DIN 1.4462/UNS 31803). Foi observada uma gradual redução da intensidade do sinal do ruído de Barkhausen com o aumento do tempo de tratamento térmico, indicando uma redução na fração de fase ferromagnética. Para tempos de tratamento de 24 horas, o sinal de Ruído de Barkhausen está quase totalmente inserido dentro do ruído de fundo da medida, indicando haver uma fração volumétrica bastante reduzida de ferrita. Por meio da produção de amostras padrão para calibração, essa pode ser uma via de avaliação não destrutiva de componentes submetidos em campo a temperaturas nas quais se formam fases intermetálicas.

**Palavras-chave:** Ruído magnético Barkhausen; Aços inoxidáveis dúplex; Fase sigma; Ensaios não destrutivos.

### USE OF MAGNETIC BARKHAUSEN NOISE (MBN) TO FOLLOW UP THE FORMATION OF SIGMA PHASE IN SAF2205 (UNS31803) DUPLEX STAINLESS STEEL

#### Abstract

Duplex stainless steels have a structure normally composed of austenite and ferrite in approximately equal proportions. In order to attain control of its fabrication processes and performance, it is important to understand its microstructural evolution, due to the formation of intermetallic phases such as sigma ( $\sigma$ ) and chi ( $\chi$ ), that may cause a severe deterioration of the mechanical properties of duplex stainless steels. In the present study, the evolution of sigma phase during heat treatments at temperatures in which intermetallic phases can be formed (800°C-900°C) was studied in a SAF2205 (DIN 1.4462/UNS31803) steel. A significant reduction of the intensity of Magnetic Barkhausen Noise (MBN) was observed with the increase of heat treatment time, indicating a decrease in the quantity of ferromagnetic phases. For 24-hour-long treatments, the Barkhausen Noise signal is almost completely enclosed by the background noise, indicating the existence of a very small volume fraction of ferrite. If proper calibration samples are to be produced, this technique may be a viable method for non-destructive evaluation of field components working under thermal conditions that may cause the formation of intermetallic phases.

**Keywords:** Magnetic Barkhausen noise; Duplex stainless steels; Sigma phase; Non-destructive testing

<sup>1</sup> Doutorando, Depto. Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica, USP, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Prof. Doutor, Depto. Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica, USP, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>3</sup> Pós-doutorando, Depto. de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica, USP, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>4</sup> Professor Associado, Depto. de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica, USP, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>5</sup> Professor Titular, Depto. Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica, USP, São Paulo, SP, Brasil.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Operações de soldagem e conformação a quente podem produzir transformações microestruturais indesejáveis nos AID como as fases sigma ( $\sigma$ ), chi ( $\chi$ ) ou nitretos de cromo (Cr<sub>2</sub>N). Devido a que a fase sigma é paramagnética pode ser estudada por medidas magnéticas.

Ruído magnético de Barkhausen (MBN) baseia-se na detecção por indução de um sinal gerado em matérias ferromagnéticas submetido a um campo magnético externo, onde as paredes de domínio magnético são forçadas a recuar e avançar, quando são submetidas por um campo magnético externo oscilante.

A mudança no campo magnético sofre resistência devido a barreiras dissipativas no movimento das paredes de Bloch. Assim, quando um grupo de paredes de domínio finalmente muda, é de forma abrupta e irreversível. A energia interna do sistema atinge um nível alto, causando a emissão de picos repentinos ou pulsos de campo magnético, gerando pulsos de voltagem numa bobina de sensor colocado na superfície da amostra.

Estes pulsos são chamados MBN em honra de Heinrich Barkhausen, que descobriu este fenômeno em 1919.

Precipitados, contornos de grão, discordâncias e campos de tensão atuam como barreiras efetivas para o movimento da parede de domínio de modo que MBN é sensível à microestrutura, deformação elástica e plástica em materiais ferromagnéticos [1,2]. Também é fortemente influenciada pelos defeitos da estrutura, tais como poros, inclusões de segunda fase, discordância, ancoragem de imperfeições pontuais e tensões no material [3].

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para este estudo foram utilizadas amostras do aço inoxidável duplex do tipo DIN 1.4462 (UNS 31803).

### 2.1 Duplex DIN 1.4462 (UNS 31803)

Os aços inoxidáveis Duplex são uma família que combina uma boa resistência à corrosão com alta resistência e facilidade de fabricação, apresentam uma microestrutura mista com proporções similares de austenita e ferrita, existem há aproximadamente 80 anos.

Composição química (Tabela 1).

---

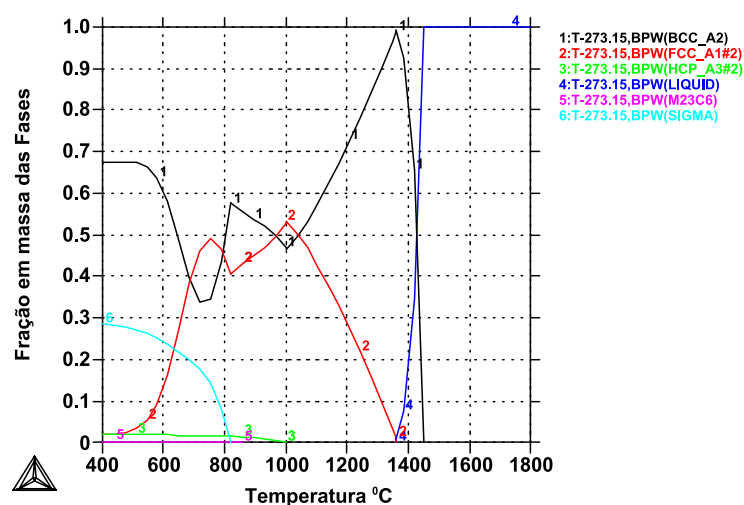
\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

**Tabela 1: Composição química (% em peso)**

Elemento	% em peso
C	0,0160
Si	0,6600
Mn	0,6200
P	0,0090
S	0,0016
Co	0,0300
Cr	22,6000
Mo	3,0600
Ni	4,7300
V	0,0200
Cu	0,0700
Al	0,0130
B	0,0031
N	0,2000

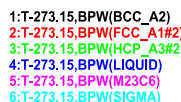
## 2.2 Temperaturas dos tratamentos térmicos

Foi calculado o mapa de fases utilizando o Thermo-Calc®, para escolher as temperaturas para os tratamentos térmicos. Nos cálculos foram levados em conta os elementos de liga: Fe, Cr, Ni, Mo, Cu, N, C, Si e Mn; e as fases: Líquido, ferrita, austenita, Cr<sub>2</sub>N, Sigma e M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>.



**Figura 1** – Mapa de fases calculado com o programa Thermo-Calc® aliado ao banco de dados TCFE. Nas ordenadas a escala é linear (fração mássica das fases).

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

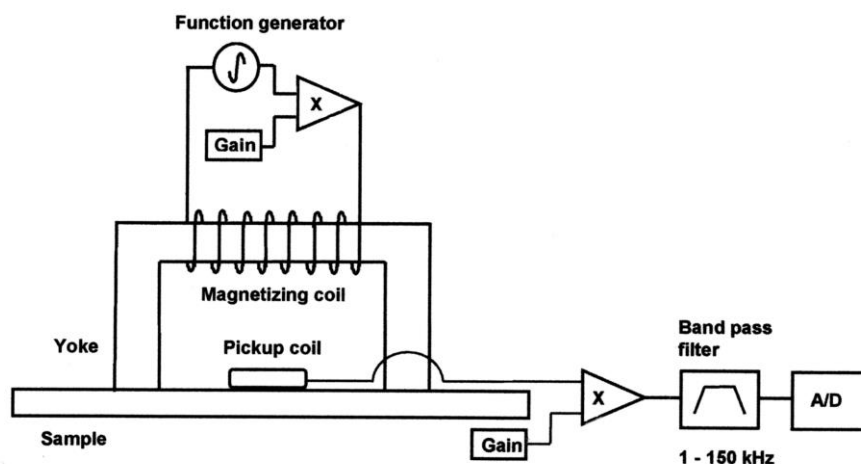


## 2.3 Metodologia

As amostras utilizadas para a metalografia e medidas de Ruído Magnético de Barkhausen (MBN), tinham dimensões de 30 x 30 x 3 mm, e foram retiradas com a face paralela à direção normal à direção de laminação. É interessante notar que a presença de textura cristalográfica pode influir no sinal obtido nas medidas de ruído magnético.

### 2.3.1 Medições magnéticas de Barkhausen

A medição de sinais MBN utilizaram uma excitação de onda senoidal magnética de 10Hz, e um campo magnético de  $\pm 1,2 \times 10^4$  A/m. Uma bobina de captação, colocada perpendicularmente à amostra, detectando o sinal MBN a saída do sinal foi amplificado e a banda passante filtrada (1 – 150Khz). A frequência de amostragem aplicada foi de 400Khz.



**Figura 3** – Diagrama do esquema da medição de ruído magnético de Barkhausen (MBN).

*\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014. São Paulo, SP, Brasil.*

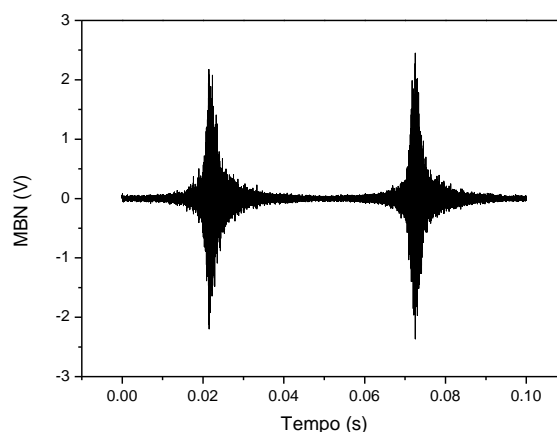
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Caracterização das Amostras como Recebidas

A microestrutura das amostras como recebidas é apresentada na figura 4. A estrutura é composta de ferrita e austenita, aparentemente na forma de lamelas alternadas. A Duplex como recebido apresenta ferrita e austenita. O sinal característico de RMB da amostra como recebida é mostrado na figura 5, e será novamente referenciado posteriormente para comparação com os resultados obtidos após tratamento térmico.



**Figura 4** – Amostra como recebida.



**Figura 5** – sinal MBN como recebido

#### 3.2 Amostras após Tratamentos Térmicos

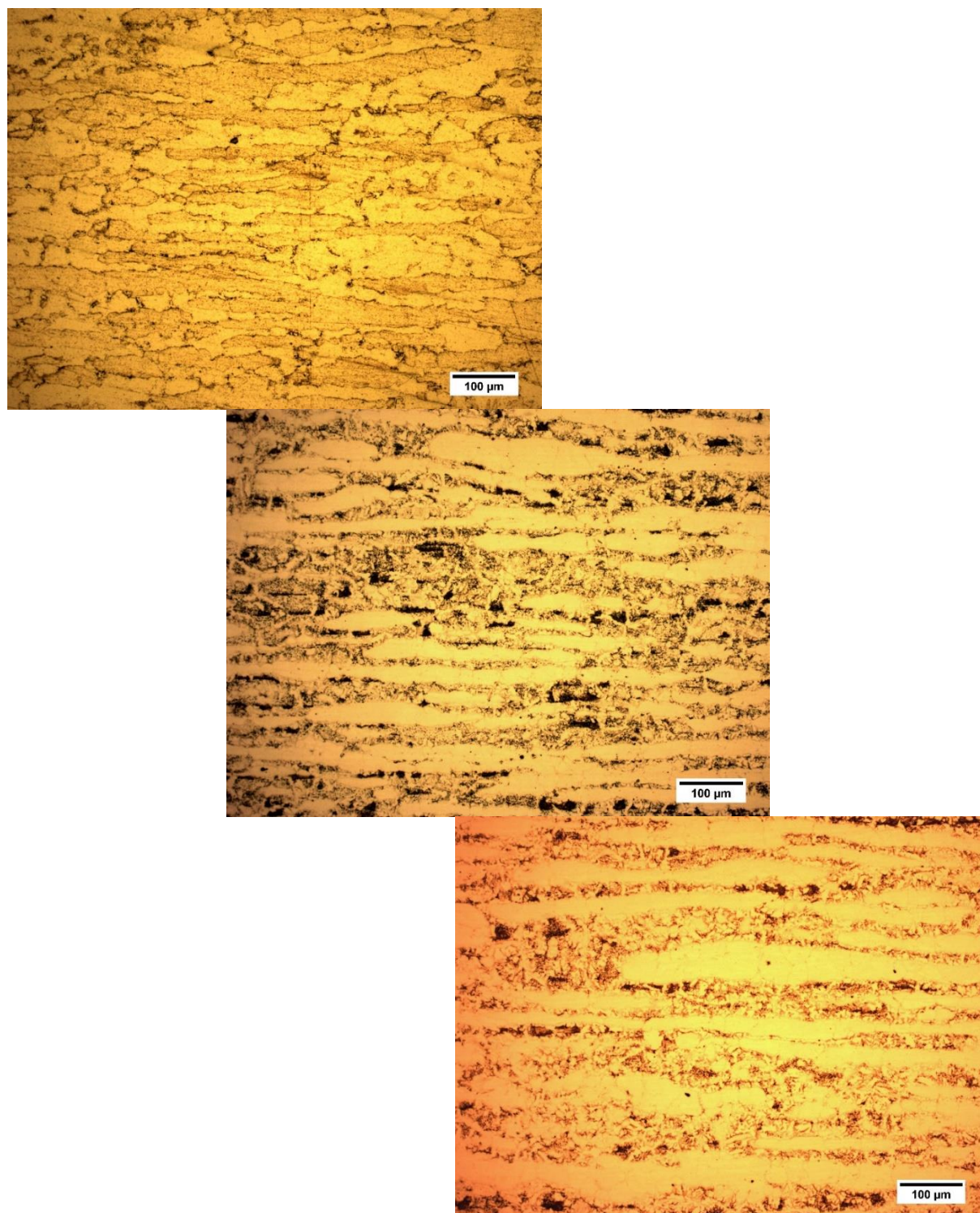
As microestruturas das amostras submetidas a tratamentos térmicos isotérmicos são mostradas nas figuras 6 e 7. Pode-se notar em todas as amostras que a formação de fase sigma se dá por meio de consumo da fase ferrítica, seguindo a reação eutetóide  $\alpha \rightarrow \gamma + \sigma$ . À medida que a reação avança a fração de fase ferromagnética (ferrita) diminui sensivelmente, e o que se espera dessa redução da fração de ferrita é que a intensidade do sinal de ruído Barkhausen também diminua sensivelmente, devido à menor fração de fase ferromagnética. Nota-se também que, nas amostras tratadas a 800°C em tempos mais longos, a reação encontra-se em estágio mais

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



avанçado, caracterizado por uma maior fração de fase sigma (fase escura nas micrografias).

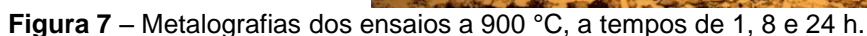
A morfologia do produto eutetóide formado aparentemente não segue morfologias típicas de crescimento cooperativo, como lamelas, e é possível que pequenas frações de ferrita estejam aprisionadas no produto da reação eutetóide, o que faz com que se espere que, mesmo após longos tempos de tratamento, ainda possa haver um sinal de ruído magnético detectável acima do ruído de fundo da medida.



**Figura 6** – Metalografias dos ensaios de 800 °C, a tempos de 1, 8 e 24 h.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

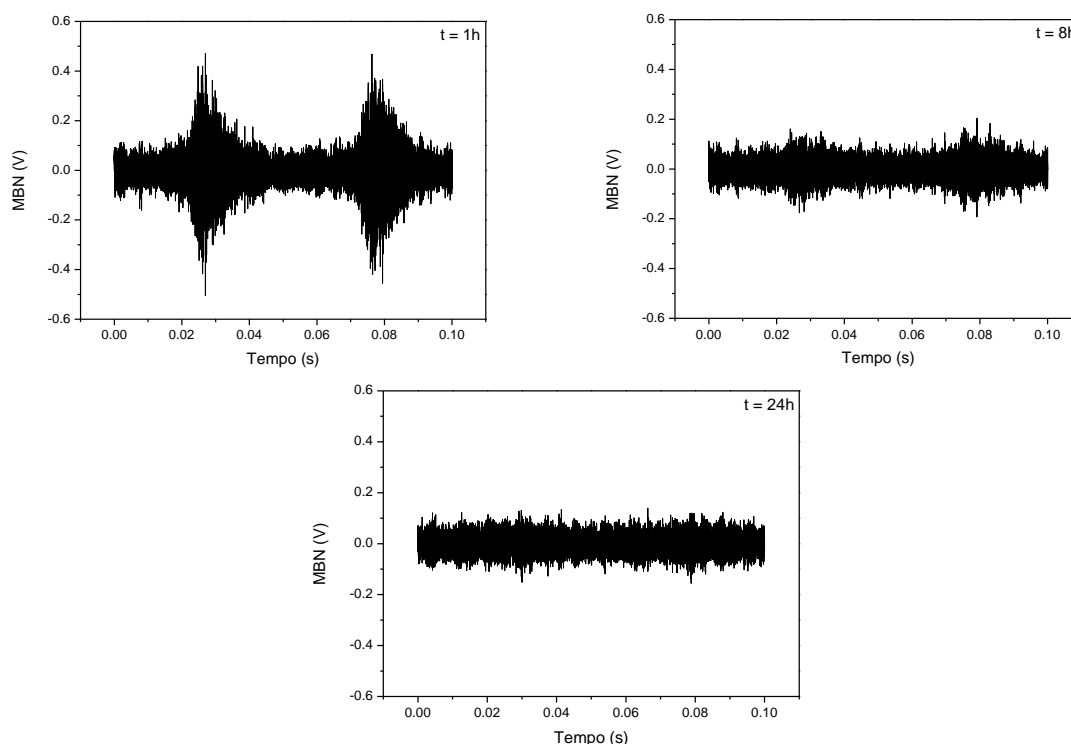




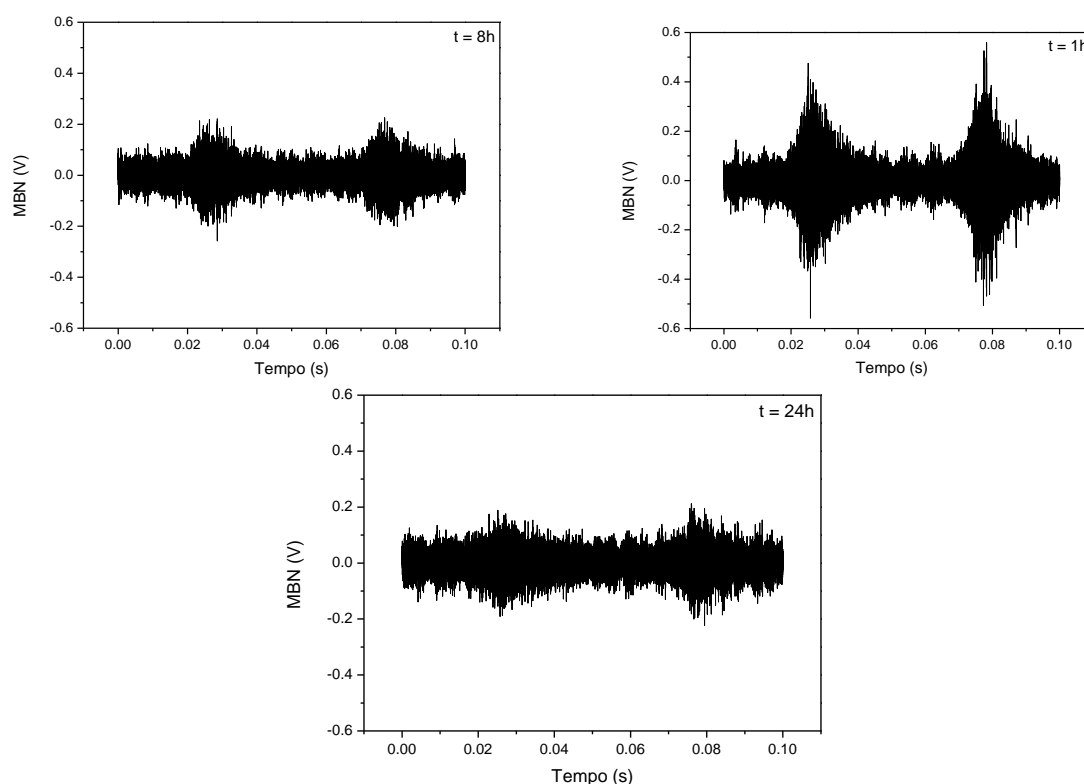
Os sinais característicos de MBN das amostras como recebidas e após tratamento térmico são mostradas nas figuras 8 e 9. Pode-se notar claramente que a intensidade do sinal de ruído magnético é muito maior na amostra como recebida do que nas amostras submetidas a tratamentos térmicos. A variação da intensidade RMS do sinal de ruído Barkhausen para as amostras tratadas termicamente é mostrada nas figuras 10 a 12. A queda de intensidade do sinal é muito mais acentuada nos estágios iniciais de tratamento, de forma que a queda proporcional

3279

entre tempos mais longos de tratamento (por exemplo da amostra tratada por 8 horas para a amostra tratada por 24 horas) é muito mais tênue. Isso é um indicativo claro de que a reação de decomposição da ferrita em austenita e sigma está quase completa já com tempos de tratamento térmico da ordem de 8 horas.



**Figura 8** – Sinais de Barkhausen típicos a 800 °C no decorrer no tempo.



**Figura 9** – Barkhausen a 900°C no decorrer no tempo.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



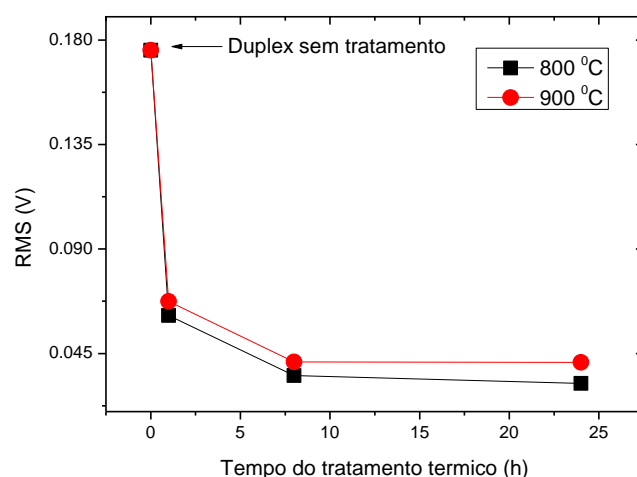
Uma comparação da variação de intensidade RMS do ruído Barkhausen nas amostras tratadas a 800°C e 900°C é mostrada na figura 10 a 12.

Neste trabalho a voltagem RMS (root mean square) dá sinal de Barkhausen é definido como:

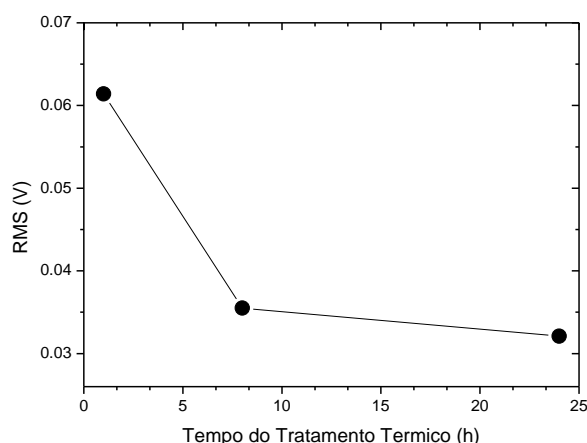
$$RMS = \sqrt{\frac{\sum V_i^2}{n}}$$

Onde o  $V_i$  é a voltagem de cada salto da sinal e  $n$  é número total dos eventos numa só medição.

Pode-se notar que A queda é menos acentuada na amostra tratada a 900°C. Essa é provavelmente uma questão cinética. A formação da fase sigma pode ter sua cinética descrita em termos de uma curva em C. A amostra tratada a 900°C, provavelmente encontrava-se pouco acima do nariz da curva, ao passo que a amostra tratada a 800°C encontrava-se pouco abaixo desta posição, obtendo-se assim uma cinética de formação mais acelerada a 800°C.

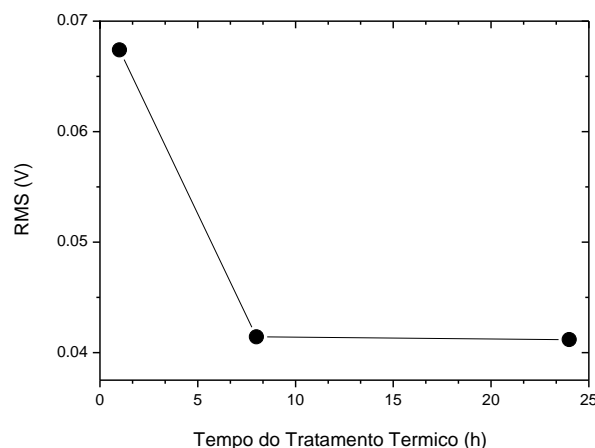


**Figura 10** – Tratamentos térmicos de 800 e 900°C incluindo o material de início no sentido de laminação.



**Figura 11** – Tratamentos térmicos a 800 °C, por tempos de 1, 8 e 24 horas no sentido da laminação.

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



**Figura 12** – Tratamentos térmicos a 900°C, por tempos de 1, 8 e 24 horas no sentido da laminação.

Por meio da medida de fração volumétrica de ferrita nas amostras tratadas em vários tempos, é provável que se possa construir uma curva de calibração para fração de ferrita e fração de sigma em função da intensidade do sinal de ruído magnético. Para que essa curva de calibração possa ser adequadamente utilizada para se estimar a quantidade de fase sigma formada em um material sendo testado, é necessário que, na temperatura de trabalho, não haja formação de outras fases além de sigma e austenita, como por exemplo nitretos de cromo. Além da estimativa de quantidades de fases presentes, a correta calibração das curvas de ruído magnético com a microestrutura tornaria possível extrair das curvas de variação de intensidade RMS do ruído magnético uma curva que descreva a cinética da reação eutetóide, podendo-se assim fazer estimativas de vida útil de componentes submetidos a condições de trabalho nas quais pode ocorrer a formação de fases intermetálicas. Da mesma forma que se utiliza neste trabalho a fase sigma como objeto de estudo, poder-se-ia também aplicar o mesmo princípio para avaliação da formação de outras fases em outras condições de trabalho.

## 4 CONCLUSÃO

A evolução da fase sigma por tratamentos isotérmicos a 800 °C e 900 °C provocou o decréscimo da fase ferromagnética.

A fase sigma provocou o decréscimo do ruído magnético de Barkhausen MBN.

A formação de pequenos teores de fase sigma pode ser detectada de forma não destrutiva por MBN, o método é bastante sensível ao decorrer do tempo.

Pode-se montar uma curva de calibração da fase ferrita e sigma (paramagnética) para aplicações industriais em função da intensidade do MBN e da fração volumétricas das fases presentes.

## Agradecimentos

Os autores agradecem às agências brasileiras de fomento à pesquisa (CNPq, CAPES-PROEX e FAPESP)

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



## REFERÊNCIAS

- 1 Blaow M, Evans JT, Shaw BA. Magnetic Barkhausen noise: the influence of microstructure and deformation in bending. *Acta Materialia*, 2005; 53: 279-287.
- 2 Alberteris CM, Capó SJ, Pérez BJ, Padovese LR. Characterization of the elastic-plastic region in AISI/SAE 1070 steel by the magnetic barkhausen noise. *NDT&E International*, 2008; 41: 656-659.
- 3 Jiles DC. Dynamics of domain magnetization and the Barkhausen effect. *Czechoslovak Journal Physics*, 2000; 50: 893-988.

---

\* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.