

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ELTON MESQUITA DE ALMEIDA

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS E
NA CORROSÃO LOCALIZADA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS 31803.**

VITÓRIA - ES
2021

ELTON MESQUITA DE ALMEIDA

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS E
NA CORROSÃO LOCALIZADA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS 31803.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de apresentação: Materiais e Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo

VITÓRIA – ES

2021

Almeida, Elton Mesquita

EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS E NA CORROSÃO LOCALIZADA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS 31803.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo Dissertação Mestrado Engenharia Mecânica – Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

1. Aço Inoxidável Duplex. 2. DL-EPR. 3. Ruído Magnético de Barkhausen. 4. Tratamento Térmico. 5. Ferrita.

I. Almeida, Elton Mesquita. II. Universidade Federal Do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação Engenharia Mecânica. III **EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS E NA CORROSÃO LOCALIZADA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS 31803.**

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ELTON MESQUITA DE ALMEIDA

**EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS E
NA CORROSÃO LOCALIZADA DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX UNS 31803.**

Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Prof. Dr. Juan Manuel Pardal
Universidade Federal Fluminense
Examinador Externo

Prof. Dr. Sergio Souto Maior Tavares
Universidade Federal Fluminense
Examinador Externo

Prof. Dr. Temístocles de Sousa Luz
Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador Externo

Vitória – ES, 25 de junho de 2021

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, que me conduziu por meio de todos os momentos difíceis, dando sabedoria para lidar com um ano extremamente difícil e de grandes perdas.

Agradeço ao professor Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo pela orientação, oportunidade concedida, por toda sabedoria e experiência que ele passou para mim durante essa jornada.

Agradeço a minha família, por todo carinho, apoio e amor. Em especial a minha mãe, Shirlene Pires Mesquita, que sempre me concedeu as melhores condições e nunca mediu esforços para que eu pudesse realizar este sonho.

Agradeço a Suellen Cavalcante pelo companheirismo, compreensão e paciência durante essa jornada.

Agradeço aos colegas de pós-graduação e aos demais professores e funcionários do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo.

Agradeço a FAPES pelo apoio financeiro concedido através da bolsa DTI-A.

Agradeço ao Centro de Desenvolvimento Inovação e Pesquisa (CPID) pela utilização do laboratório de ensaios não destrutivos multidisciplinar (LABENDEM).

Agradeço a equipe do Laboratório TRICORRMAT.

Agradeço a CAPES pelo apoio financeiro.

*O coração do homem traça o seu caminho,
mas o Senhor lhe dirige os passos.
Provérbios 16:9.*

RESUMO

No trabalho presente foi avaliada a degradação do aço inoxidável duplex UNS 31803 através do ensaio de DL-EPR e por medidas das propriedades magnéticas do material. Para isso, as amostras foram tratadas termicamente a 800°C durante 10, 120 e 240 minutos, além da amostra de referência. Este tratamento provocou a precipitação de fases deletérias e paramagnéticas. Foram realizados ensaios de DL-EPR com uma solução de 2M H₂SO₄ + 1M HCL utilizando uma velocidade de varredura de 1,67 mV/s, com a finalidade de quantificar o grau de sensitização. Foram feitas medidas do Ruído Magnético de Barkhausen, RMS do Ruído, Peak, Peak position, Remanência, Coercividade, Densidade de Fluxo Magnético na Saturação, e, além disso, foi obtida a curva da histerese magnética do material para cada condição de ensaio, a fim de explorar o equipamento utilizado e observar as alterações magnéticas provocadas pela degradação do material devido ao tratamento térmico. O material utilizado sofreu uma considerável mudança no balanço de fases ferrita-austenita em consequência ao tratamento térmico. Dessa forma, os resultados de DL-EPR foram capazes de mensurar o grau de sensitização de cada condição, além disso, o Ruído Magnético de Barkhausen, RMS do Ruído, Peak, Remanência e a Densidade de Fluxo Magnético na saturação mostraram boas correlações com a alteração do percentual volumétrico de ferrita, mostrando-se análises promissoras no estudo da degradação do material.

Palavras Chaves: Aço Inoxidável Duplex. DL-EPR. Ruído Magnético de Barkhausen. Tratamento Térmico. Ferrita.

ABSTRACT

This study evaluated duplex stainless steel UNS 31803 degradation by DL-EPR test and magnetic properties measurement of material. For these the samples were heat treated at 800°C for 10, 120 and 240 minutes beside the sample under the condition as received. These treated resulted in the precipitation of deleterious phases and paramagnetic phases. DL-EPR test had been made in 2M H₂SO₄ + 1M HCL solution using sweep rate 1,67 mV/s for the purpose quantify sensitization degree. Had been made measurement of Barkhausen magnetic noise, noise RMS, Peak, Remanence, Coercivity, Magnetic flux density in the saturation, and besides that had been got magnetic hysteresis curve of material for each condition to explore the equipment used and observe the magnetic changes cause material degradation due heat treated. The material suffered a considerable change in the propotion ferrite-austenite due heat treated. Thus DL-EPR results was able measure sensitization degree in each condition, besides that, the Barkhausen magnetic noise, RMS, remanence and magnetic flux density showed good correlations with change of ferrite volumetric percentage showing promising analyzes in the study material degradation.

Keywords: Duplex stainless steel, DL-EPR, Barkhausen magnetic noise, Heat treated, Ferrite.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Microestrutura de um aço duplex.	17
Figura 2 – Esquema do diagrama TTT para precipitação de fases.	20
Figura 3 – Esquema do diagrama TTT mostrando a precipitação de diferentes fases no AID 2205.	20
Figura 4 – Diagrama esquemático do crescimento da fase sigma.	23
Figura 5 – Representação esquemática da precipitação da fase Chi.	24
Figura 6 – Aspecto da superfície do duplex 2205 após teste de DL-EPR. Amostra sensibilizada por 30 min a 850 °C.	27
Figura 7 - Variação do grau de sensibilização com o tempo de envelhecimento.	28
Figura 8 – Curva do ensaio DL-EPR.	30
Figura 9 – Momento magnético associado a orbita do elétron.	31
Figura 10 – a) Domínios antes da magnetização; b) Domínios após a magnetização.	33
Figura 11 - Figura esquemática da Histerese.	34
Figura 12 - Valor de RMS em diferentes duplex. RD: Direção de laminação, TD: Direção transversal.	37
Figura 13 – Variação da intensidade do ruído magnético de Barkhausen durante o tratamento isotérmico.	38
Figura 14 – Amostra de Referência cortada.	41
Figura 15 – Forno a resistência.	42
Figura 16 - Ferritoscópio Helmut FMP30.	43
Figura 17 – Computador, Potenciostato PGSTAT 302N Autolab e célula eletroquímica.	44
Figura 18 – Célula eletroquímica.	44
Figura 19 – Rollscan 350 Barkhausen Noise Analyser.	46
Figura 20 - modelo S1-18-13-01 utilizado nas medições.	46
Figura 21 – Configuração esquemática do ensaio de Barkhausen. Adaptado.	47
Figura 22 – Configuração utilizada durante as medições de Barkhausen.	47
Figura 23 - Configuração esquemática da marcação para medição do RMB.	48
Figura 24 – Microestrutura da amostra R, aumento 500X. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.	49

Figura 25 – Microestrutura da amostra #10, aumento 500X. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.	49
Figura 26 – Microestrutura da amostra #120, aumento 500X. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.	50
Figura 27 – Microestrutura da amostra #240, aumento 500X. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.	50
Figura 28 - Fração Volumétrica de Ferrita.	51
Figura 29–Comparação do GS obtido pela relação de corrente de pico x relação entre as áreas de ativação e reativação.	53
Figura 30 – Medidas rotacional do RMS.	54
Figura 31 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostras como recebidas. a) Direção de laminação b) direção transversal.	55
Figura 32 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostra envelhecida a 800°C durante 10 minutos. a) Direção de laminação b) direção transversal	55
Figura 33 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostra envelhecida a 800°C durante 120 minutos. a) Direção de laminação b) direção transversal	56
Figura 34 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostra envelhecida a 800°C durante 240 minutos. a) Direção de laminação b) direção transversal	56
Figura 35 – Medidas do valor de RMS do sinal de Barkhausen na direção de laminação e na direção transversal.	57
Figura 36 – RMS em função da fração volumétrica de ferrita.	58
Figura 37 – RMS em função do grau de sensitização. a) Q_r / Q_a , b) I_r / I_a	60
Figura 38 – Valor do <i>peak</i> em diversas direções.	61
Figura 39 – Peak da direção de laminação em função da fração volumétrica de ferrita.	62
Figura 40 - Peak em função do GS. a) Q_r / Q_a b) I_r / I_a	62
Figura 41 - Variação do peak position com a direção de magnetização.	64
Figura 42 – Peak position x Fração volumétrica de ferrita.	65
Figura 43 – peak position em função do grau de sensitização. a) Q_r / Q_a b) I_r / I_a	65
Figura 44 – Histerese Magnética das amostras.	67
Figura 45 – Valor da área da histerese.	67
Figura 46 – Variação da densidade de fluxo magnético na saturação com a direção de magnetização.	69

Figura 47 – Densidade de fluxo magnético na saturação em função da fração volumétrica de ferrita.....	70
Figura 48 – Densidade de fluxo magnético na saturação em função do grau de sensitização. a) Q_r/Q_a b) I_r/I_a	70
Figura 49 – Valor da remanência em várias direções de magnetização.....	72
Figura 50 – Remanência em função da fração volumétrica de ferrita.....	73
Figura 51 – Remanência em função do Gs. a) Q_r/Q_a b) I_r/I_a	73
Figura 52 - Variação da coercividade com a direção de magnetização.....	75
Figura 53 – Coercividade em função da fração volumétrica de ferrita.....	76
Figura 54 – Coercividade em função do Gs. a) Q_r/Q_a b) I_r/I_a	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composições dos aços inoxidáveis duplex (% peso)	19
Tabela 2 – Fases que podem precipitar nos aços inoxidáveis duplex e super duplex	21
Tabela 3 – Classificação de materiais quando expostos a campo magnético.	31
Tabela 5 – Resumo dos estudos utilizando os parâmetros obtidos através da histerese e do RMB.....	36
Tabela 4 - Faixa de profundidade de pele em função da frequência de magnetização	39
Tabela 6 – Composição Química do AID como recebido	41
Tabela 7 – Nomenclatura das amostras.....	42
Tabela 8 – Valores do grau de sensitização calculados pela relação das correntes de pico	52
Tabela 9 – Valores do grau de sensitização calculados pela relação das áreas de ativação e reativação	52

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

σ	Fase Sigma
χ	Fase Chi
α	Ferrita
γ	Austenita
Φ	Fluxo Magnético
α'	Fase Alfa linha
γ_2	Austenita Secundária
Al	Aço inoxidável
AID	Aço inoxidável Duplex
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrado
Cr	Cromo
Cu	Cobre
DL-EPR	Double-loop electrochemical potentiodynamic reactivation
Gs	Grau de Sensitização
I_a	Corrente de pico anódica
I_r	Corrente de pico de reativação
Mo	Molibdênio
N	Nitrogênio
Nb	Nióbio
Ni	Níquel
OCP	Open Circuit Potencial
P	Fósforo
PRE	Pitting Resistance Equivalent
Q_a	Carga da região anódica
Q_r	Carga da região de reativação
RMB	Ruído Magnético de Barkhausen
RMS	Root Mean Square
S	Enxofre
Si	Silício

1. INTRODUÇÃO	15
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1. AÇOS INOXIDÁVEIS	16
2.1.1. AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	17
2.1.2. EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX	19
2.1.3. PRECIPITAÇÃO DE FASES	20
2.2. EFEITO DAS FASES PRECIPITADAS NA CORROSÃO	26
2.2.1. CORROSÃO INTRAGRANULAR	26
2.3. REATIVAÇÃO POTENCIOCINÉTICA ELETROQUÍMICA	29
2.3.1. DL-EPR	29
2.4. MATERIAIS MAGNÉTICOS	30
2.4.1. ESTRUTURA DOS MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS	31
2.4.2. DOMÍNIOS MAGNÉTICOS	32
2.5. RUÍDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN	33
2.5.1. CURVA DE HISTERESE	33
2.5.2. PROFUNDIDADE	38
2.6. ANISOTROPIA MAGNÉTICA	39
3. MATERIAIS E MÉTODOS	41
3.1. MATERIAL DE ESTUDO	41
3.2. TRATAMENTO TÉRMICO	42
3.3. FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA	43
3.4. ENSAIO ELETROQUÍMICO	44
3.5. ENSAIO DE BARKHAUSEN	45
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
4.1. TRATAMENTO TÉRMICO	49
4.2. DL-EPR	52
4.3. RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN	54
4.3.1. RUÍDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN E RMS	54
4.3.2. PEAK	60
4.3.3. PEAK POSITION	63
4.3.4. HISTERESE	66
4.3.5. DENSIDADE DE FLUXO MAGNÉTICO NA SATURAÇÃO	68
4.3.6. REMANÊNCIA	72
4.3.7. COERCIVIDADE	74
5. CONCLUSÃO	78
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	79
REFERÊNCIAS	80

1. INTRODUÇÃO

Os Aços Inoxidáveis Duplex (AIDs) apresentam boa resistência mecânica combinada com boa resistência à corrosão, dessa forma, eles são utilizados em diversos setores da indústria, por exemplo, indústria química, petroquímica, nuclear.

A microestrutura dos aços inoxidáveis duplex possui frações volumétricas de ferrita e austenita aproximadamente iguais, o que confere boas propriedades mecânicas e alta resistência à corrosão (GUNN, 1997).

Entretanto, durante a fabricação e utilização deste tipo de material, é inevitável a exposição a ciclos térmicos, o que provoca desbalanço da proporção de austenita e ferrita, além da precipitação de novas fases, tais como: Sigma (σ), Chi (χ), Alfa linha (α'), Carbonetos e Nitretos (SHEK, C. H.; WONG, K. W.; LAI, 1997). Com isso, o material pode ficar susceptível à corrosão seletiva e pode sofrer mudanças nas propriedades magnéticas (GUNN, 1997).

A avaliação da suscetibilidade à corrosão intergranular do material pode ser avaliado através de técnicas eletroquímicas. Dentre os tipos de avaliações existentes, utiliza-se a técnica de reativação eletroquímica potenciodinâmica de ciclo duplo (DL-EPR), que avalia de maneira quantitativa o grau de sensitização dos aços inoxidáveis duplex (ČÍHAL *et al.*, 2007).

As alterações das propriedades magnéticas podem ser verificadas através da análise da remanência, coercividade, densidade de fluxo magnético, histerese. Além disso, o Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) foi promissor na investigação das mudanças microestruturais dos aços inoxidáveis duplex quando submetidos a processos de soldagem e tratamentos térmicos. (HUALLPA *et al.*, 2016; LINDGREN; SANTA-AHO; VIPPOLA, 2016).

Os objetivos do presente trabalho são explorar a técnica do Ruído Magnético de Barkhausen e as propriedades magnéticas na deterioração do Aço Inoxidável Duplex UNS 31803, tratado termicamente a 800°C em diferentes tempos e observar possíveis correlações do RMB e das propriedades magnéticas com o grau de sensitização quantificado pelo ensaio de DL-EPR.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis foram desenvolvidos na primeira década do século XX no Reino Unido e na Alemanha (GUNN, 1997). Este tipo de aço pertence ao grupo de ligas baseadas nos sistemas Fe-Cr, Fe-Cr-C e Fe-Cr-Ni, contendo em sua matriz ao menos 10,5% de cromo. Devido à presença de cromo livre em sua matriz, forma-se uma película superficial de óxido de cromo (Cr_2O_3) aderente, não porosa, auto regenerativa, com espessura típica de 3 a 5 nm, conhecida como película passiva. Uma vez a película formada, o aço fica protegido dos agentes corrosivos e com boa resistência à corrosão.

Além do cromo, outros elementos de liga são adicionados nos aços inoxidáveis (Als) com o objetivo de melhorar algumas propriedades. Os principais elementos são Molibdênio (Mo), Manganês (Mn), Silício (Si), Níquel (Ni), Nióbio (Nb), Enxofre (S), Fósforo (P), Cobre (Cu), Nitrogênio (N).

O Molibdênio melhora a resistência à corrosão por pite e a fresta do aço inoxidável em ambientes com cloro. Ele é um formador de ferrita, entretanto, aumenta a tendência do aço formar fases intermetálicas prejudiciais (GUNN, 1997). O nitrogênio melhora a resistência à corrosão por pite e a fresta dos aços inoxidáveis austeníticos e duplex, além disso, ele é um forte formador de austenita (GUNN, 1997). O níquel é um estabilizador da austenita que promove a mudança da estrutura do aço inoxidável de CCC (ferrítico) para CFC (austenítico) (GUNN, 1997).

A classificação dos aços inoxidáveis é baseada na microestrutura, composição química e fatores cristalográficos. Os Als são divididos em Ferríticos, Austeníticos, Martensíticos, Duplex e Super duplex.

Os aços inoxidáveis ferríticos foram descobertos por Léon Guillet em 1904 (COBB, 2011), esse aço possui um teor de cromo que varia entre 11% a 17%, o que confere boa resistência a corrosão, além disso, possui propriedades mecânicas semelhantes ao do aço carbono. Léon Guillet também foi responsável por iniciar os estudos sobre

os aços inoxidáveis martensíticos, que usualmente possuem teor de cromo entre 11% a 13% e maior teor de carbono com relação aos ferríticos. Este tipo de aço apresenta resistência à corrosão mais moderada (COBB, 2011).

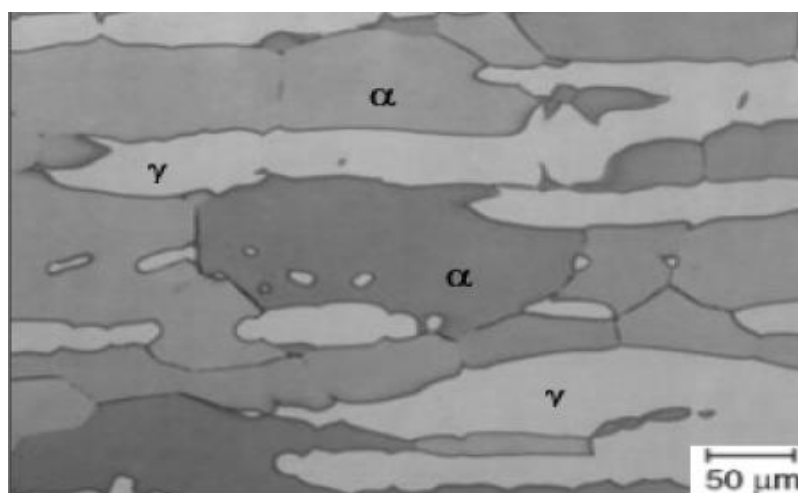
Guillet e Geisen desenvolveram o primeiro aço inoxidável austenítico comercial por volta de 1909 (COBB, 2011). Os austeníticos possuem teor de cromo próximo de 16% a 30% e um elevado teor de níquel, que varia entre 6% a 26% (VERHOEVEN, 2005). A estrutura austenítica possibilita este aço ser aplicado em uma ampla faixa de temperatura, pois não sofre transição dúctil, frágil, além disso, são mais dúcteis e de melhor soldabilidade em relação aos ferríticos (KARLSSON. L, 2005).

2.1.1. AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Os primeiros estudos acerca dos aços inoxidáveis duplex iniciaram-se por volta de 1927 quando Bain e Griffiths estudaram ligas com 22% a 30% de Cromo e 1,2 a 9,7%, de Níquel. Eles desenvolveram duas ligas ferrítica-austenita com o objetivo de reduzir o problema da corrosão intergranular (COBB, 2011). Os primeiros efeitos da relação entre a microestrutura e a corrosão intergranular foi relatado por Payson e Harrison em 1932 e Lingh 1934 (COBB, 2011).

A figura 1 mostra a microestrutura típica de um aço inoxidável duplex. A fase ferrita é representada pela cor cinza escuro e a fase austenita, pela cor de cinza claro.

Figura 1 – Microestrutura de um aço duplex.



Fonte: (INTERNATIONAL, 2004).

A microestrutura bifásica do duplex, com proporção aproximadamente igual de ferrita e austenita, confere ao aço boa resistência a corrosão, aliada a tenacidade e elevada resistência mecânica. Estas ligas são amplamente utilizadas em diversos setores da indústria petroquímica, química e nuclear (MICHALSKA, 2006).

Os AIDs podem ser classificados em três grupos distintos com relação a sua composição química (ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, 2009):

- Aços inoxidáveis duplex baixa liga: Estes aços possuem baixo teor de Molibdênio e poucos elementos de liga, com isso, eles são mais econômicos. Dessa forma, eles podem substituir os aços inoxidáveis austeníticos. Um exemplo deste tipo de material é o UNS S32304 (SAF 2304).
- Aços inoxidáveis duplex média liga: Os duplex mais utilizados estão nessa família e são considerados padrões. Eles apresentam maior teor de nitrogênio, e com isso, tem maior resistência à corrosão por pite em ambientes agressivos. Um exemplo de AID média liga é o UNS S32803 (SAF 2205).
- Aços inoxidáveis duplex alta liga: Comumente designados como superduplex, os aços dessa família apresentam elevada resistência a corrosão por possuírem maior teor de Cr, N e Mo e N. Dessa maneira, são utilizados em ambientes extremamente agressivos. Um exemplo de AID alta liga é o UNS S32750 (SAF 2507)

A fabricação dos AID ocorre pelo sistema *Argon Oxygen Decaburization* ou por *Vacuum Oxygen Decarburatization*, dessa maneira, consegue-se obter um baixo teor de carbono na liga. Isso é importante, pois um teor de carbono maior que 0,03% pode gerar sensitização no material devido à redução local de Cr (DAVISON; REDMOND, 1991). Além disso, é necessário observar a relação de outros elementos de liga na resistência à corrosão por pite no AID, como Molibdênio, Cromo e Níquel. Uma maneira de avaliar empiricamente a relação entre a composição química e a resistência à corrosão por pite é através do cálculo do PRE (*Pitting Resistance Equivalent*) (COBB, 2011).

O PRE pode ser calculado conforme a norma ASTM A890/A980M, segundo a equação 2.1.

$$\text{PRE} = \% \text{Cr} + 3,3\% \text{Mo} + 1,65\% \text{W} + 16 \text{ N} \quad (2.1)$$

A tabela 1 mostra alguns AIDs com os teores dos principais elementos de liga e seus respectivos valor do PRE.

Tabela 1 – Composições dos aços inoxidáveis duplex (% peso)

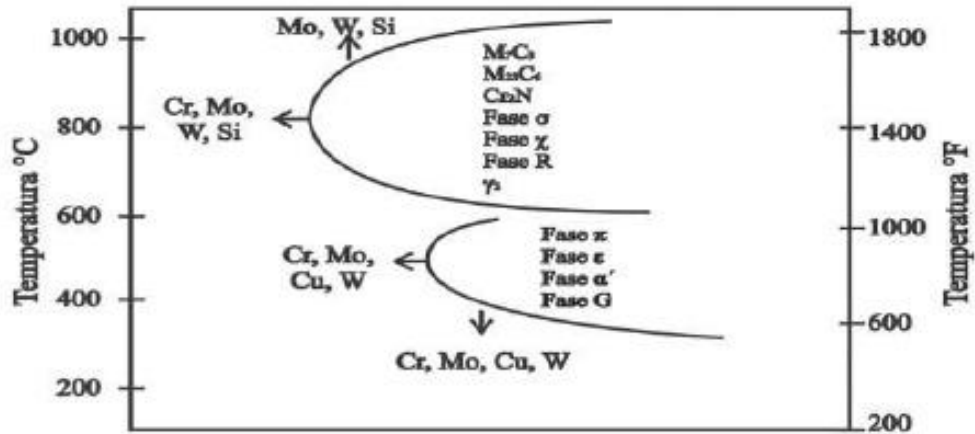
Tipo	Liga	ASTM/EM	Cr	Ni	Mo	Cu	N	Outros	PRE
Baixa Liga	2101	S32101/1.4162	21,5	1,5	0,3	0,3	0,22	5Mn	26
	2202	S32202	22	2	0,3	-	0,2		26
	2304	S32304/1.4362	24	4	0,3	-	0,1		27
Padrão	2RE60	/1.4424	19	5	2,7	-	0,1	1,7Si	30
	329	S32900/1.4460	25	5	1,5	-	0,1		32
	2003	S32003	22	3,5	1,5	-	0,16		30
	2205	S31803/1.4462	22	5	3	-	0,17		35
	255	S32550	25	5	3	2	2		37
Super	2507	S32750/1.4410	25	7	4	-	0,28		43
	Z100	S32760/1.4501	25	7	3,5	0,7	0,24	0,7W	42
	52N+	S32520/1.4507	25	7	3,6	1	0,25		41
	2906	S32906	29	6	2	-	0,35		41

Fonte: Adaptado (ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, 2009).

2.1.2. EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO NOS AÇOS INOXIDÁVEIS DUPLEX

Diversas mudanças estruturais podem ocorrer durante o tratamento isotérmico no aço inoxidável duplex. Muitas destas transformações acontecem na ferrita, pois a taxa de difusão dos elementos é aproximadamente 100 vezes mais rápida nela do que na austenita. Isso ocorre, pois, a estrutura cristalina CCC é menos compacta. Além disso, a ferrita é rica em Cr e Mo, os quais são responsáveis pela precipitação de fases intermetálicas. Como a solubilidade dos elementos na ferrita diminui com o decréscimo da temperatura, há uma maior probabilidade de precipitação durante o tratamento térmico (GUNN, 1997). Para avaliar quais fases podem ser precipitadas analisa-se o diagrama Transformação-Temperatura-Tempo (TTT) (figura 2). Estes precipitados fragilizam a liga e devem ser evitados.

Figura 2 – Esquema do diagrama TTT para precipitação de fases.

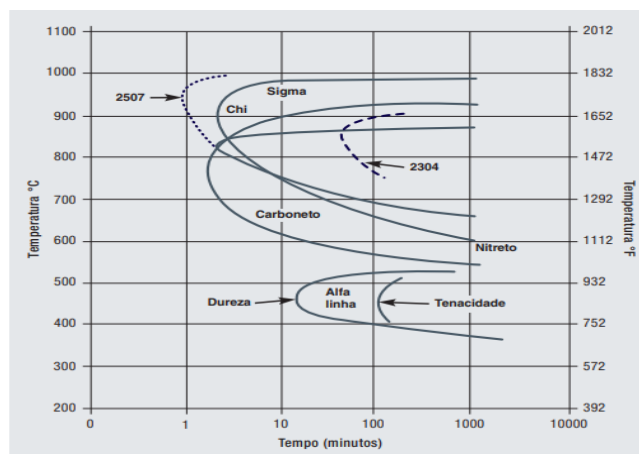


Fonte: (LIPPOLD, JOHN C.; KOTECKI, 2005)

2.1.3. PRECIPITAÇÃO DE FASES

Quando exposto a temperaturas abaixo de 1000°C, os aços inoxidáveis duplex são sujeitos a várias transformações de fase. Na faixa de temperatura de 650 a 970°C, as principais fases intermetálicas que se formam são fase sigma (σ), fase chi (χ), carbonetos, nitretos. Na faixa de temperatura de 300 a 500°C, a ferrita primária deve ser formada. Essa fase é responsável pela fragilização a 475°C (ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, 2009). O diagrama TTT da figura 3 mostra a faixa de temperatura em que ocorre a precipitação de diferentes fases no AID.

Figura 3 – Esquema do diagrama TTT mostrando a precipitação de diferentes fases no AID 2205.



Fonte: (IMOA, 2012).

A tabela 2 apresenta as fases secundárias mais comuns dos aços inoxidáveis duplex e super duplex. Essas fases são responsáveis por mudanças nas propriedades mecânicas, bem como, na resistência à corrosão desses materiais.

Tabela 2 – Fases que podem precipitar nos aços inoxidáveis duplex e super duplex

Fase	Fórmula química	Estrutura cristalina	Temperatura de precipitação (°C)
Sigma (σ)	Fe-Cr-Mo	Tetragonal de Corpo Centrado	600-1000
Nitreto de Cromo	Cr ₂ N	Hexagonal	700-950
Nitreto de Cromo	CrN	Cúbica	700-950
Chi (χ)	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	Cúbica de Corpo Centrado	700-900
Carboneto	M ₇ C ₃		950-1050
Carboneto	M ₂₃ C ₆	Cúbica de Face Centrada	600-950
α'		Cúbica de Corpo Centrado	350-750
Austenita Secundária		Cúbica de Face Centrada	650-900
R ou Laves	Fe-Cr-Mo	Romboédrica ou Hexagonal	550-650
Pi	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	Cúbica	550-600

Fonte: (PARDAL, 2009).

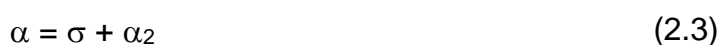
Fase Sigma (σ)

A fase sigma é o intermetálico mais estudado nos aços inoxidáveis duplex. Ela apresenta estrutura tetragonal, que é dura e frágil. Esta fase é rica em Cr, Mo e Si, sendo que, o cromo é o elemento em maior quantidade. Dessa forma, a sua precipitação provoca o empobrecimento destes elementos nas regiões adjacentes à fase, provocando a perda da resistência à corrosão dos AID (ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, 2009).

Nos aços inoxidáveis duplex, a precipitação da fase sigma pode ser completa em poucas horas consumindo toda ferrita da microestrutura (MAGNABOSCO, 2009). A precipitação ocorre a uma faixa de temperatura de 650 a 975°C e pode ser representada pela reação eutetoide representada pela equação 2.2:



Além disso, a fase sigma pode precipitar de forma continua ou descontinua a partir da ferrita (equação 2.3).



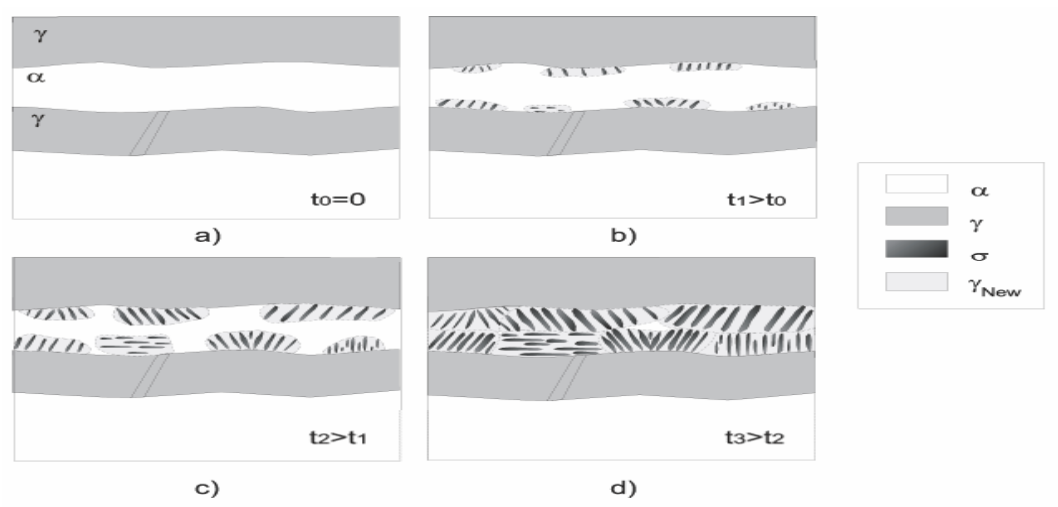
E também é proposto que a sigma pode ser formada a partir da austenita (equação 2.4) (DOS SANTOS; MAGNABOSCO, 2016).



Todos os mecanismos geram fases secundárias empobrecidas em Cromo e Molibdênio, reduzindo a resistência a corrosão.

Como pode ser visto na figura 4, a precipitação da fase sigma inicia-se na interface α/γ ou na interface α/α e cresce para dentro da α até ela ser totalmente consumida. Este crescimento da fase σ para dentro da α acontece, pois, a fase σ é rica em elementos ferritizantes, tais como Cr, Mo, Si, e pobre em elementos austenitizantes, tais como Ni, N, e além disso, a difusão na ferrita é maior que na austenita.

Figura 4 – Diagrama esquemático do crescimento da fase sigma.



Fonte: (YOO, 2010).

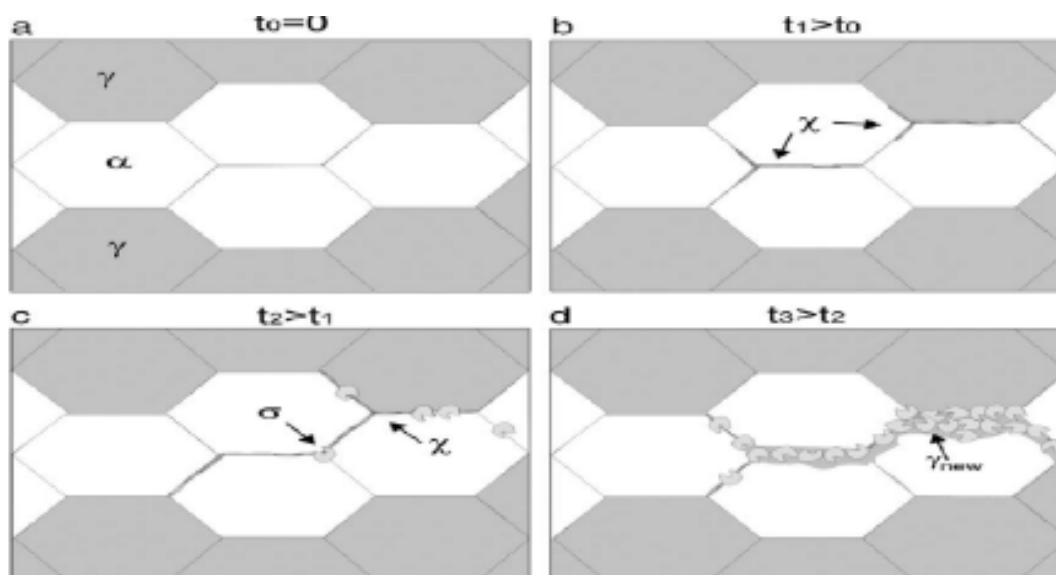
Para diminuir a formação da fase sigma, pode-se adicionar Al, Zr, Sn e W, pois esses são capazes de reduzir a taxa de precipitação da fase. A outra forma é utilizar um procedimento de resfriamento que evita a formação da fase (YOO, 2010).

Fase Chi (χ)

A fase Chi precipita em temperaturas entre 700 a 900°C, assim como a fase sigma, esta fase diminui a tenacidade ao impacto e a resistência à corrosão (ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, 2009; GUNN, 1997). Ainda comparando com a fase sigma, a fase Chi é rica em Molibdênio e pobre em Cromo. A precipitação da χ está relacionada ao teor de Molibdênio presente na liga. Ela nucleia principalmente na interface α/γ , mas também pode precipitar nos contornos de grão da α/α e precede a precipitação da fase sigma (ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, 2009).

A fase Chi pode ser considerada menos relevante que a fase sigma, pois sua ocorrência é menos frequente e apresenta um teor volumétrico menor que a fase sigma. A figura 5 mostra o esquema do crescimento da fase sigma consumindo a fase Chi a partir de um tratamento térmico a 700°C com um tempo de envelhecimento de 2 horas (PADILHA, ANGELO FERNANDO, PLAUT, RONALD LESLEY, RIOS, 2007).

Figura 5 – Representação esquemática da precipitação da fase Chi.



Fonte: (ESCRIBA, D. M., MATERNA-MORRIS, E., PLAUT, R. L., & PADILHA, 2009)

Austenita Secundária (γ_2)

A austenita secundária pode-se formar rapidamente apresentando diferentes mecanismos dependendo da temperatura. Abaixo de 650°C , a γ_2 tem uma composição similar da ferrita. Isso sugere uma transformação adifusional com características similares a formação da martensita (GUNN, 1997). Em temperaturas entre 650 a 800°C , nas quais a difusão é mais rápida, pode-se precipitar a austenita de Windmanstatten (GUNN, 1997).

Na faixa de 700 a 900°C , a γ_2 pode-se formar devido à decomposição da α em $\gamma_2 + \sigma$. A γ_2 absorve Ni e rejeita Cr, Mo, com isso, provoca a formação de precipitados ricos em Cr e Mo, tal como Sigma (GUNN, 1997). Durante a precipitação da fase σ , a formação de γ_2 é possível em locais próximos as regiões empobrecidas de Cr e enriquecidas de níquel dentro da fase ferrita (SHEK, C. H.; WONG, K. W.; LAI, 1997).

Nitretos Cr_2N e CrN

O nitrogênio é adicionado no duplex para estabilizar a austenita. Sua solubilidade é consideravelmente maior na γ comparado com a α . Durante o resfriamento, a partir

da temperatura de solubilização (1040°C), a solubilidade do nitrogênio na ferrita diminui e a α torna-se supersaturada de nitrogênio, o que leva a precipitação intergranular de Cr_2N tipo agulha. O Cr_2N é mais provável formar após ser exposto a altas temperaturas do tratamento térmico de solubilização (GUNN, 1997).

A formação desta fase ocorre em uma faixa de temperatura de 700 a 900°C, sua precipitação ocorre, preferencialmente, nos contornos de grão α/α , como placas no contorno do subgrão, pontos triplos, inclusões e ao longo de emaranhados de discordâncias. O Cr_2N também pode precipitar na interface α/γ e no interior da matriz de α (ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, 2009).

2.2. EFEITO DAS FASES PRECIPITADAS NA CORROSÃO

Durante o processo de precipitação da fase sigma nos aços inoxidáveis duplex, ocorre o enriquecimento de cromo e molibdênio nesta fase, assim durante a sua formação estes elementos são capturados das regiões adjacentes. Como o cromo e o molibdênio são fundamentais para resistência a corrosão do aço inoxidável duplex, uma vez que as regiões adjacentes ao precipitado são empobrecidas destes elementos, elas tornam-se susceptíveis a corrosão seletiva. Adhe K. N. et al. (1998) e Sathirachinda N. et al. (2009) mostraram que a diminuição dos teores de cromo e molibdênio ocorrem em regiões vizinhas a fase sigma.

Existem outros precipitados que atuam de forma semelhante à fase sigma, um deles é a fase chi, que remove uma quantidade considerável de cromo e molibdênio da matriz. Entretanto, a fase sigma apresenta um volume muito maior que as outras fases, com isso, a maioria dos trabalhos tem investigado o efeito da fase sigma na deterioração da resistência à corrosão dos aços inoxidáveis duplex (ADHE *et al.*, 1996; RAVINDRANATH; MALHOTRA, 1995; SATHIRACHINDA; PETTERSSON; PAN, 2009).

2.2.1. CORROSÃO INTRAGRANULAR

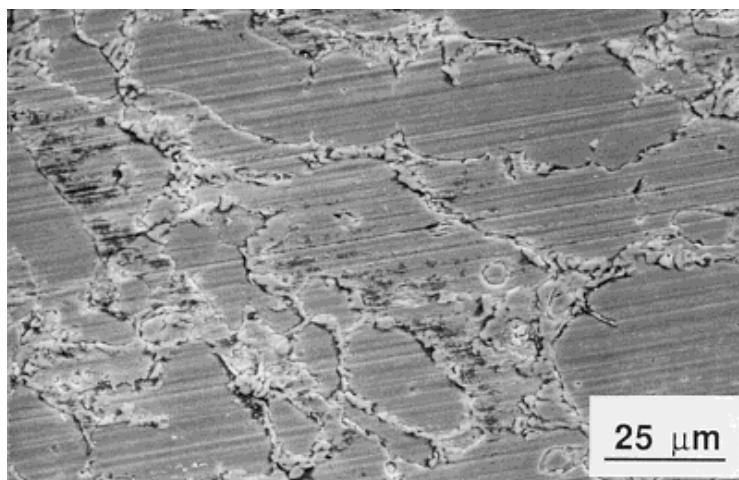
Os primeiros estudos acerca da corrosão intergranular foram feitos por Edgar Bain no início do século XX. Bain investigou especialmente a precipitação de carbonetos nos AI (PAXTON; AUSTIN, 1972).

A corrosão intergranular foi definida como um ataque localizado na zona depletada do contorno de grão, em que resulta a perda de resistência e ductilidade do aço inoxidável (WILSON, 1971). A formação da zona depletada ocorre devido à precipitação de carbonetos de cromo. Os átomos de cromo, que se encontram em solução sólida no aço inoxidável, difundem-se para os contornos de grão e precipitam-se em carbonetos nestes locais (GELLINGS; DE JONGH, 1967). Esse fenômeno é conhecido como sensitização e está associado ao teor de carbono presente no aço e à temperatura a qual esse material foi exposto (DEVINE, 1988).

A sensitização pode ocorrer devido a tratamentos térmicos, soldagem, resfriamento lento que atravessa uma faixa de temperatura de sensitização. Uma vez não sensitizado o aço inoxidável terá uma camada passiva protetora, já quando sensitizado as regiões depletadas de cromo do aço terão uma descontinuidade da passiva em que é detectável uma elevada corrente de corrosão (STEPHAN WOLYNEC, 2003).

Duret-Thual et al. (2001) investigaram o comportamento do aço inoxidável duplex UNS S31803, tratado termicamente a 850°C, durante diferentes tempos de envelhecimento. Ao analisar os ensaios de DL-EPR, feitos utilizando uma solução de 2M H₂SO₄ + 1M HCl, observaram que a superfície atacada foi apenas a zona depletada. Como pode ser visto na figura 6.

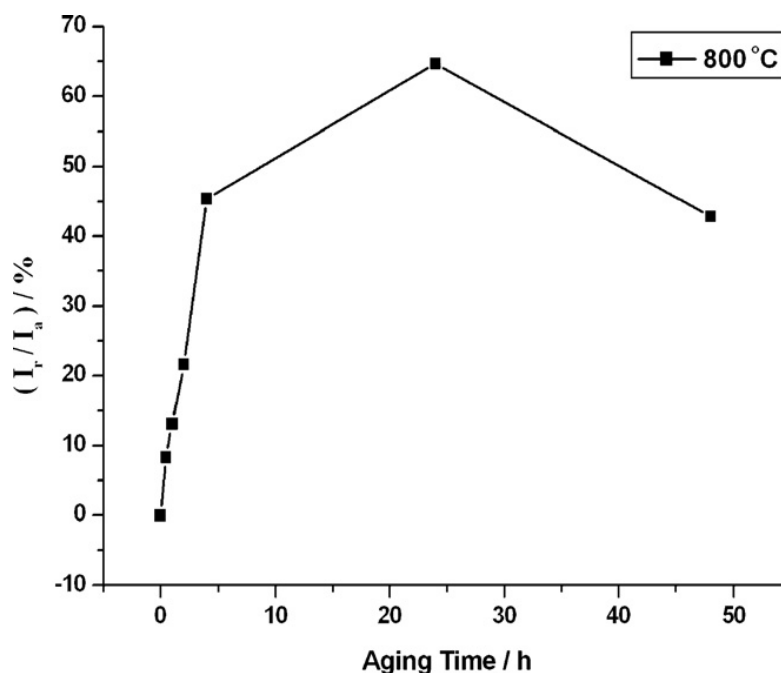
Figura 6 – Aspecto da superfície do duplex 2205 após teste de DL-EPR. Amostra sensitizada por 30 min a 850 °C.



Fonte: (DURET-THUAL; BONIS; CROLET, 2001)

Gong et al. (2010) observaram a susceptibilidade da corrosão intergranular do aço inoxidável duplex UNS S31803 tratado, termicamente a 800°C, durante diferentes tempos de envelhecimento. O DL-EPR foi otimizado e utilizaram uma solução de 2M H₂SO₄ + 1M HCl com uma taxa de varredura de 1,66 mV/s. Seus resultados mostraram que o grau de sensitização variou de forma considerável com o tempo de tratamento, como visto na figura 7. Isso é associado a regiões depletadas de Cr e Mo devido ao crescimento da fase sigma favorecendo a corrosão intergranular.

Figura 7 - Variação do grau de sensitização com o tempo de envelhecimento.



Fonte: (GONG *et al.*, 2010).

Pode ser visto também que após um tempo de envelhecimento de 24 horas o grau de sensitização diminui. Este fenômeno conhecido como *healing* deve-se a recuperação das regiões depletadas de Cr e Mo por difusão desses elementos da fase sigma e da austenita secundária.

M.E. Arikan *et al.* (2012) fizeram envelhecimento em diferentes tempos a 800°C em amostras de aço inoxidável duplex UNS31803 e posteriormente fizeram ensaio de DL-EPR. Eles observaram que a amostra envelhecida durante 100 minutos apresentou uma sensitização mais baixa, enquanto as amostras envelhecidas em 316 minutos e em tempos maiores apresentaram uma sensitização alta. De acordo com eles, isso pode estar associado com as áreas empobrecidas em cromo e molibdênio resultado da formação de fases intermetálicas. Eles também observaram que, em tempos muito altos, a sensitização diminuía devido ao *healing*.

2.3. REATIVAÇÃO POTENCIOCINÉTICA ELETROQUÍMICA

O método de reativação potenciocinética eletroquímica mostra as principais causas da corrosão intergranular em aços inoxidáveis, que está associada com o empobrecimento de cromo, que acontece devido à precipitação de carbonetos de cromo (C.HAL, 1977). Além disso, o EPR é rápido, não destrutivo e é um método quantitativo da medida do grau de sensitização do material (C.HAL, V, 2001).

O ensaio de EPR é feito através de um potenciostato. O sistema opera com três eletrodos imersos em uma solução de ácido. No recipiente com ácido fica imerso o eletrodo de trabalho a ser testado, o contra eletrodo de platina e o eletrodo de referência (C.HAL, V, 2001).

As duas técnicas de EPR mais utilizadas são:

SL-EPR - *Single-loop electrochemical potentiodynamic reactivation* (Reativação potenciocinética eletroquímica de ciclo simples);

DL-EPR – *Double-loop electrochemical potentiodynamic reactivation* (Reativação potenciocinética eletroquímica de ciclo duplo).

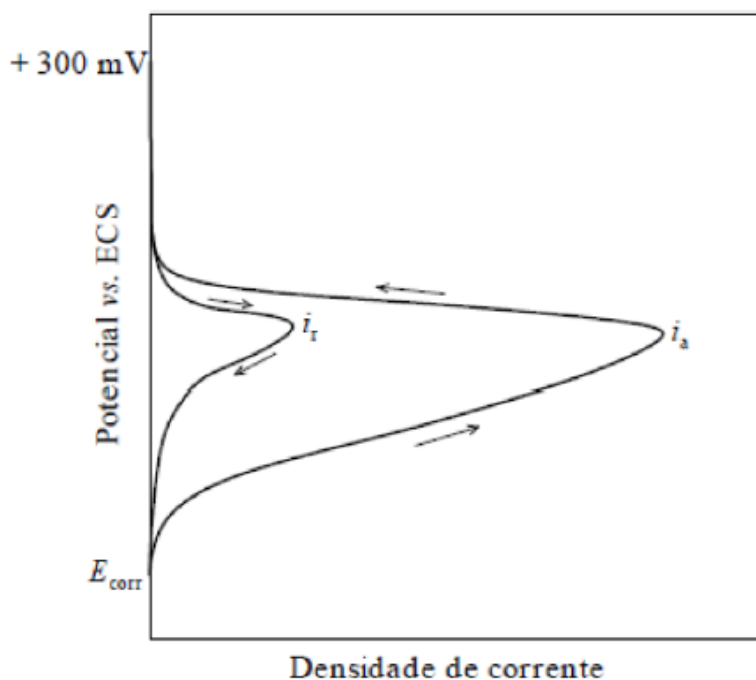
O ensaio de ciclo simples (SL-EPR) foi desenvolvido para os aços inoxidáveis autênticos, entretanto, esta técnica apresenta algumas desvantagens, tais como: Polimento do corpo de prova até a pasta de diamante de 1 micrometro, efeito de inclusões não metálicas, aumento do grau de sensitização devido a pites e medida do tamanho de grão (KELLY *et al.*, 2002; STEPHAN WOLYNEC, 2003). De acordo com Wolyneec (2003) outra desvantagem é que em baixo grau de sensitização o SL-EPR é menos sensível.

2.3.1. DL-EPR

O método consiste em determinar o potencial de circuito aberto (E_{ocp}) mantendo os eletrodos na solução por um determinado tempo até o potencial entrar em equilíbrio, posteriormente, uma polarização anódica é feita até um potencial pré-determinado, o qual fica na região de passivação, para tanto, é utilizado uma taxa de varredura constante (V/s). Ao atingir o potencial pré-determinado, é feita a reversão da varredura

e a amostra é novamente polarizada até o potencial de circuito aberto. Se a amostra estiver sensibilizada haverá dois picos de densidade de corrente anódica. Um representando o pico de ativação (i_a) e outro de reativação (i_r) como pode ser observado na figura 8.

Figura 8 – Curva do ensaio DL-EPR.



Fonte: (KELLY *et al.*, 2002)

Como é feita a polarização anódica, o ensaio de DL-EPR dispensa a necessidade de um polimento mais acurado, sendo suficiente polimento com uma lixa grana 100, além disso, a polarização anódica dissolve as inclusões não metálicas que podem induzir a corrosão por pite (STEPHAN WOLYNEC, 2003).

2.4. MATERIAIS MAGNÉTICOS

Os materiais não correspondem da mesma maneira quando submetidos a um campo magnético. Eles podem ser classificados em três grupos de acordo com o comportamento do fluxo magnético medido (Φ medido) com relação ao fluxo magnético gerado (Φ gerado) no material (tabela 3).

Tabela 3 – Classificação de materiais quando expostos a campo magnético.

Comportamento	Tipo do Material	Exemplos
Φ medido $< \Phi$ gerado	Diamagnético	Cu, He
Φ medido $> \Phi$ gerado	Paramagnético ou Antiferromagnético	ou Na, Al
Φ medido $\gg \Phi$ gerado	Ferromagnético ou Ferrimagnético	ou Fe, Co, Ni, Fe ₃ O ₄

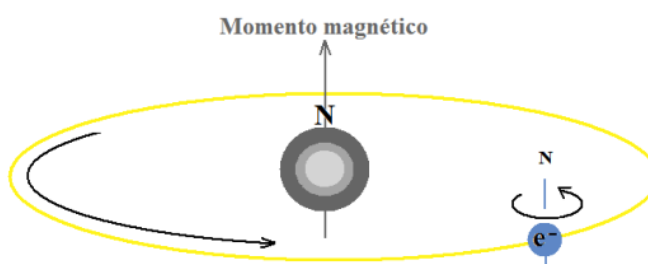
Fonte: (B.D. CULLITY, 2008).

Quando se trata de ensaios não destrutivos, o foco é avaliar os materiais ferromagnéticos, pois estes materiais apresentam uma forte dependência com o campo magnético aplicado.

2.4.1. ESTRUTURA DOS MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS

A estrutura dos materiais ferromagnéticos pode ser definida como pequenas regiões de volume, em que os momentos magnéticos estão alinhados na mesma direção. O momento magnético está associado com os elétrons individuais na estrutura atômica do material.

Figura 9 – Momento magnético associado a orbita do elétron.



Fonte: Adaptado (WILLIAN D. CALLISTER JR., 2012).

Cada elétron em um átomo possui momentos magnéticos com origem a partir de duas fontes. A primeira fonte é o elétron de carga negativa que orbita o núcleo atômico ao mesmo tempo em que gira em torno do seu próprio eixo. O elétron pode ser considerado como uma carga elétrica circulando em torno de um solenóide, o que

gera um campo magnético muito pequeno e que possui um momento magnético ao longo do seu eixo. A outra fonte pode-se considerar que o elétron gera um pequeno campo magnético devido a sua rotação ou spin, ao longo do seu próprio eixo de rotação, como pode ser visto na figura 9. Os momentos magnéticos de spin podem estar em apenas uma direção “para cima” ou “para baixo”. Com isso, cada elétron em um átomo pode ser considerado um pequeno ímã que possui momentos magnéticos permanentes, orbital e de spin.

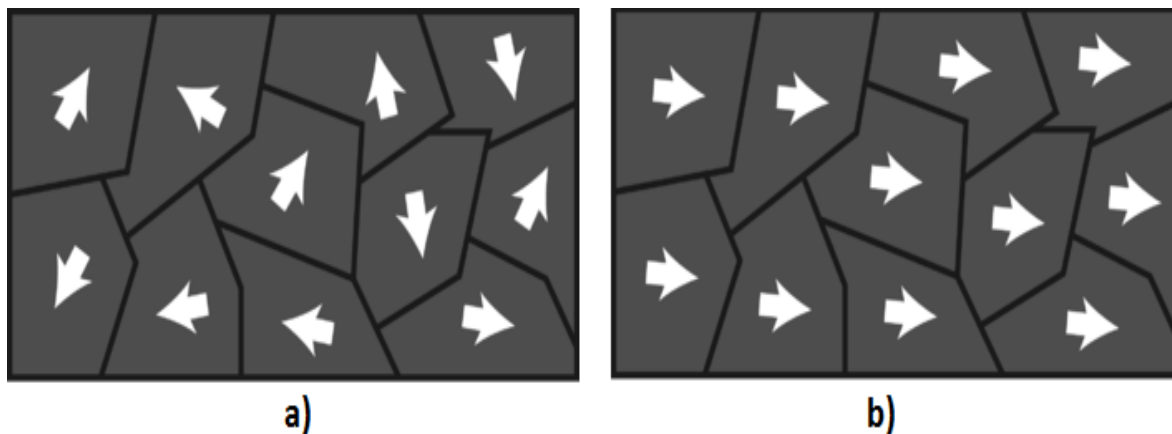
Em cada orbital atômico pode-se ter um par de elétrons. Esses elétrons sempre possuem direções de spin opostas, com isso, o campo magnético produzido por cada um se cancela. Sabendo disso, materiais que possuem orbitais completos apresentam resposta fraca a um campo magnético aplicado, este é o caso dos materiais diamagnéticos. Já os materiais com orbitais incompletos são paramagnéticos e ferromagnéticos. Os materiais ferromagnéticos possuem momentos magnéticos orientados em direções definidas, o que forma os domínios magnéticos.

2.4.2. DOMÍNIOS MAGNÉTICOS

Os domínios magnéticos são regiões volumétricas microscópicas que agrupam um conjunto de momentos magnéticos. Os momentos magnéticos em cada domínio estão orientados na mesma direção de forma espontânea, que é conhecida como direção de fácil magnetização. Esta orientação é dependente da Temperatura de Curie (T_c). Se não existir uma magnetização externa ou residual, os domínios magnéticos ficarão orientados de forma aleatória, de maneira que a soma de todos os momentos magnéticos seja zero (figura 10a), se o material está sujeito a um campo magnético, os domínios tendem a se alinhar na direção do campo magnético (figura 10b).

A separação entre os domínios magnéticos opostos é uma camada de transição conhecida como paredes de domínio, ou paredes de Bloch. Nestas regiões de transição, os momentos giram de acordo com a direção do domínio magnético adjacente. Os domínios são classificados de acordo com a orientação relativa aos domínios vizinhos, com paredes de 180° e paredes de 90° .

Figura 10 – a) Domínios antes da magnetização; b) Domínios após a magnetização.



Fonte: (CK-12, 2014).

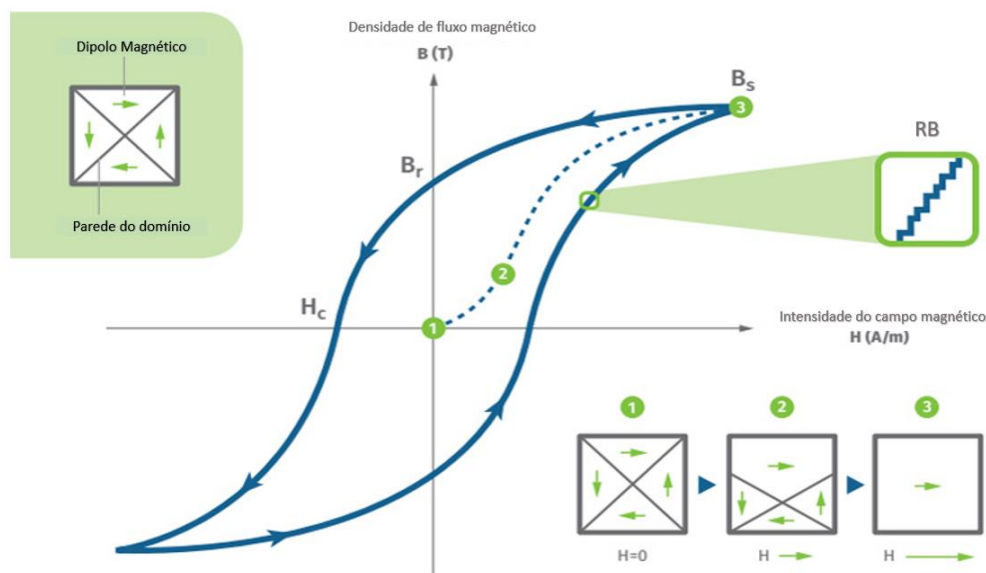
2.5. RUÍDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN

O sinal de Barkhausen foi encontrado pelo professor Heinrich Barkhausen em 1919 (B.D. CULLITY, 2008). Suas aplicações na indústria ganharam atenção no início dos anos 80 (S. TIITTO, 1977). O fenômeno de Barkhausen ocorre em materiais ferromagnéticos que são compostos de domínios magnéticos, os quais todos os dipolos magnéticos estão alinhados na direção do eixo de fácil magnetização.

2.5.1. CURVA DE HISTERESE

Sob o campo magnético aplicado, as paredes do domínio movem-se, pois o domínio que apresenta uma orientação próxima ao campo magnético aplicado aumenta seu tamanho consumindo os outros que tem diferentes orientações. Conforme aumenta o campo magnético constantemente, todos os domínios magnéticos tornam-se paralelo ao campo aplicado. Ao chegar ao ponto de saturação, ponto B_s , o material policristalino deve se comportar como um único estado de domínio (B.D. CULLITY, 2008; JILES, 1988), como pode ser visto na figura 11.

Figura 11 - Figura esquemática da Histerese.



Fonte: adaptado (STRESSTECH, [s. d.]).

Quando a magnetização aplicada se torna zero novamente, algum fluxo magnético (B) permanecerá no material. No ponto B_r , conhecido como remanência, nem todos os domínios magnéticos são capazes de voltar ao seu alinhamento inicial, logo o material tem algum nível de magnetismo residual. Quando o campo magnético aplicado continua a aumentar na direção oposta, há um ponto H_c , conhecido como coercividade, no qual muitos dos domínios podem voltar ao seu alinhamento inicial. Logo o material não apresenta nenhum magnetismo residual.

Durante seu movimento, as paredes dos domínios devem gastar sua energia para consumir os domínios com orientações menos favoráveis para afastar dos locais de ancoragem (imperfeições no material). Saltos abruptos, em razão do gasto de energia para superar os locais de ancoragem, conduz à mudança repentina na magnetização do material. A mudança na magnetização induz pulsos elétricos que geram um sinal semelhante a um ruído, chamado de ruído de Barkhausen (SORSA, 2013). A intensidade do sinal do ruído de Barkhausen depende do número de saltos de Barkhausen que está diretamente relacionado à presença de pontos de ancoragem.

Próximo ao campo coercivo é estar localizado a maior amplitude do ruído de Barkhausen.

O RMB é sensível à microestrutura do material, pois essa determina a estrutura do domínio e a distribuição de pontos de ancoragem. Locais de ancoragem como precipitados, contorno de grãos, inclusões, discordâncias, pequenos volumes de segunda fase, tensões residuais, alteram o movimento da parede do domínio afetando o RMB (SORSA, 2013).

A partir da curva de histerese e do RMB é possível obter alguns parâmetros, por exemplo, RMS, *Peak*, *Peak Position*, Remanência, Coercividade, entre outros.

- RMS: Raiz quadrada média de todas as amplitudes de sinal da amostra é dada em Volts. O RMS é calculado da seguinte forma: $\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=0}^n x_i^2}$.
- *Peak*: É o valor máximo da curva do envelope suavizado.
- *Peak Position*: É a posição do ponto máximo da curva do envelope suavizado.
- Remanência: É a densidade de fluxo magnético residual em um material ferromagnético quando o campo externo se reduz a zero.
- Coercividade: É a intensidade do campo magnético necessário para remover a magnetização de um material ferromagnético inicialmente saturado.

A tabela 4 resume alguns estudos em que já utilizamos parâmetros supracitados para a avaliação de materiais.

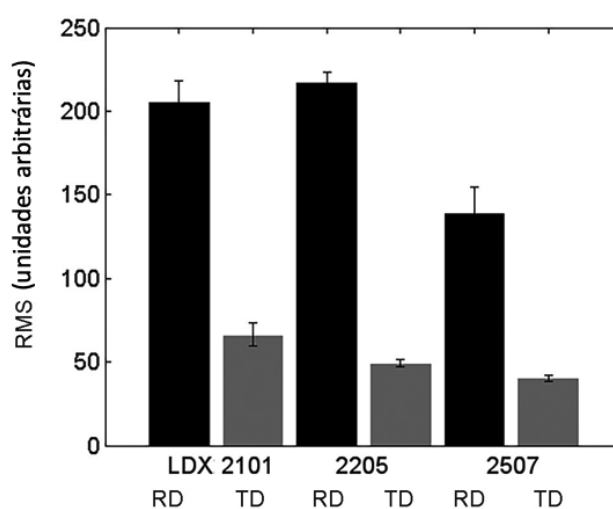
Tabela 4 – Resumo dos estudos utilizando os parâmetros obtidos através da histerese e do RMB.

Parâmetro	Efeito	Sensível	Referencia
RMS	Diminui com aumento da dureza, aumenta com a tensão de tração.	Microestrutura Tensão	(CULLITY, 1972)
<i>Peak</i>	Diminui com o aumento da dureza e aumenta com a tensão de tração	Número de paredes de domínio se movendo. A quantidade de caminho livre para deslocamento das paredes de domínio. Tensão	(MOORTHY <i>et al.</i> , 1997) (MOORTHY <i>et al.</i> , 1998)
<i>Peak Position</i>	Com o aumento de dureza aumenta o peak position devido ao campo magnético maior para levar o material a saturação	Microestrutura	(LINDGREN; SANTA-AHO; VIPPOLA, 2016)
Coercividade	Aumento da coercividade com o surgimento de fases ricas em cromo.	Microestrutura	(MOHAPATRA <i>et al.</i> , 2011)
Remanência	Queda brusca do valor da remanência com a precipitação de fases paramagnéticas	Microestrutura	(SILVA <i>et al.</i> , 2020). al. (TAVARES <i>et al.</i> , 2010) (MOHAPATRA <i>et al.</i> , 2013)

Fonte: adaptado (SANTA-AHO, 2012)

Lindgren et al. (2016) observaram respostas do ruído de Barkhausen em três tipos diferentes de duplex em condições soldadas. Eles investigaram a influência dos elementos de liga, microestrutura e a tensão residual. Foi possível notar que a resposta do ruído de Barkhausen na direção de laminação e na direção transversal foi conduzida pela morfologia das fases do material, sendo que na direção transversal o valor do RMS foi drasticamente menor do que na direção de laminação devido às ilhas paramagnéticas de austenita, como pode ser visto na figura 12.

Figura 12 - Valor de RMS em diferentes duplex. RD: Direção de laminação, TD: Direção transversal.

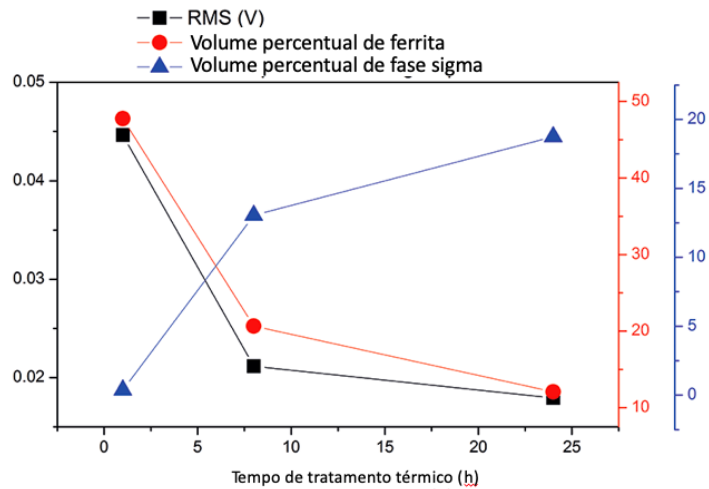


Fonte: Adaptado. (LINDGREN; SANTA-AHO; VIPPOLA, 2016).

Normando et al. (2010) utilizaram o ruído de Barkhausen como ferramenta para detecção de fase sigma em aço inoxidável duplex S31803. Eles observaram que o ruído magnético de Barkhausen foi capaz de distinguir diferentes percentuais de sigma em amostras com tratamentos térmicos diferentes, mostrando ser uma técnica não destrutiva promissora.

E.A. Huallpa. et al (2016) em seu estudo avaliaram a quantidade de fase sigma em aço inoxidável duplex, SAF 2205, formada durante o tratamento térmico a 800°C e 900°C em diferentes tempos de envelhecimento utilizando o ruído magnético de Barkhausen. Eles observaram uma redução significativa na intensidade do ruído magnético de Barkhausen com o aumento do tempo de tratamento térmico, indicando uma diminuição na quantidade de ferrita no material tratado (figura 13). A técnica não destrutiva se mostrou promissora.

Figura 13 – Variação da intensidade do ruído magnético de Barkhausen durante o tratamento isotérmico.



Fonte: Adaptado (HUALLPA *et al.*, 2016).

J. Ginzler *et al.* (1995) avaliaram dois tipos de aço inoxidável que foram expostos a temperatura de 650°C, durante 45 minutos. Eles compararam as correlações entre ruído magnético de Barkhausen, medidas de saturação de indução e valores obtidos por ataque potencioestático e notaram que o RMS do ruído magnético de Barkhausen é um método preciso e confiável para medida da quantidade de fase ferrita.

2.5.2. PROFUNDIDADE

A profundidade penetração do campo para aquisição do RMB é conhecida como profundidade de pele. Essa profundidade é calculado através da equação 2.3 (JILES, 1988).

$$\delta_2 = \frac{1}{\sqrt{\pi * f * C * \mu_0 * \mu_r}} \quad (2.3)$$

Onde:

δ_2 : Profundidade de pele (m).

f: Frequência de excitação do sinal.

c: Condutividade elétrica do material.

μ_0 : Permeabilidade magnética do vácuo.

μ_r : Permeabilidade relativa do material.

Para um aço com $\mu_r = 50 - 5000$, $c = (5 - 10) \cdot 10^6 \Omega^{-1}$ e $\rho = (1-2) \cdot 10^{-7} \Omega \cdot m$, a profundidades de pele, obtidas em função de várias frequências de magnetização podem ser observados na tabela 5 (D.C. JILES, 1998).

Tabela 5 - Faixa de profundidade de pele em função da frequência de magnetização

Frequência de excitação (Hz)	Faixa de profundidade δ (mm)
10	0.71-10
50	0.31-4.5
100	0.22-3.2
500	0.1-1.4
1000	0.07-1
5000	0.03-0.45
10000	0.022-0.32
50000	0.010-0.14
100000	0.007-0.10
500000	0.003-0.045

Fonte: Adaptado (D.C. JILES, 1998)

Moorthy et. al. (2003) estudaram a profundidade de pele em aço EN36 utilizando diferentes frequências de magnetização. Eles relataram que em altas frequências foram observadas camadas próximas a superfície (profundidade $<300 \mu m$), entretanto em baixas frequências eles observaram camadas mais profundas (profundidade $>300 \mu m$).

2.6. ANISOTROPIA MAGNÉTICA

A maioria dos materiais de engenharia e ferromagnéticos apresenta propriedades anisotrópicas. Este comportamento é visto nas curvas de magnetização e em loops de histerese (BENITEZ, JOSÉ ALBERTO PÉREZ HALLEN LÓPEZ, JOSÉ MANUEL HERNANDEZ, JOSÉ HIRAM ESPINA MANH, 2020). A anisotropia magnética pode ser definida como a dependência das propriedades magnéticas do material com a direção de aplicação do campo magnético, ela pode ser expressa em diversas formas, tais como, energia anisotrópica magnetocristalino, anisotropias de forma, superfície e

tensão. O estudo de um ou mais dependências de formas de anisotropia depende das considerações práticas ou características específicas do material.

Kwun (1985) observou vários tipos de aços estrutural laminados a quente e recozidos. Ele mediu a amplitude do RMB nas direções 0° , 30° , 45° , 60° , 90° em referência ao sentido de aplicação da tensão para vários níveis de carregamento. Ele notou que nas condições de carregamento nulo, o RMB medido possui tendência homogênea, quase isotrópica, mas com a aplicação do carregamento, essa tendência desaparece, fazendo com que o crescimento dos domínios fosse orientado favoravelmente a direção de tração e a diminuição desses ocorreu no sentido perpendicular ao carregamento de compressão.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAL DE ESTUDO

O material estudado foi o aço inoxidável duplex UNS S31803, conhecido comercialmente como 2205, o material foi recebido em forma de tiras provenientes de bobinas com espessura de 1,8 mm e largura de 72,0 mm. O material foi fabricado pelo processo de laminação a quente seguido por tratamento térmico e resfriamento ao ar. A composição do aço é apresentada na tabela 6, conforme o fabricante.

Tabela 6 – Composição Química do AID como recebido

Cr	Mo	Ni	N	Mn	Cu	Si	P	S	Co	C	PREN
%	%	%	PPM	%	%	%	%	%	%	%	
22,51	3,023	5,56	1528	1,86	0,2151	0,29	0,028	0,001	0,085	0,014	34,938

O material como recebido foi cortado em chapas de aproximadamente 120x72x1,8 mm conforme a figura 14.

Figura 14 – Amostra de Referência cortada



Fonte: Elaborado pelo autor.

3.2. TRATAMENTO TÉRMICO

O tratamento térmico foi realizado em um forno a resistência (figura 15) localizado no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT-UFES).

Figura 15 – Forno a resistência.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As amostras foram expostas à temperatura de 800°C durante 10, 120 e 240 minutos. Após completar o tempo, as amostras foram retiradas do forno e resfriadas ao ar. A temperatura e os tempos foram escolhidos baseados no diagrama TTT do aço inoxidável duplex (figura 3) com a finalidade de investigar a influência das fases intermetálicas. A nomenclatura dada às amostras está conforme a tabela 7.

Tabela 7 – Nomenclatura das amostras

Como Recebido	#R
10 min de envelhecimento	#10
120 min de envelhecimento	#120
240 min de envelhecimento	#240

Fonte: Elaborado pelo autor.

3.3. FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE FERRITA

Após feita toda preparação metalográfica, as amostras foram atacadas em solução de Behara modificado durante 18 minutos, posteriormente as amostras foram levadas ao microscópio para serem feitas imagens da microestrutura e a fração volumétrica de ferrita foi quantificada através do software Imagej utilizando o plugging WEKA. O mesmo procedimento supracitado foi feito nas mesmas amostras fazendo um ataque eletroquímico em solução de 10% KOH utilizando uma tensão de 3V por 15 segundos. Além disso, foram feitas medidas do percentual volumétrico de ferrita através do ferritoscópio Helmut FMP30 (figura 16).

Figura 16 - Ferritoscópio Helmut FMP30.



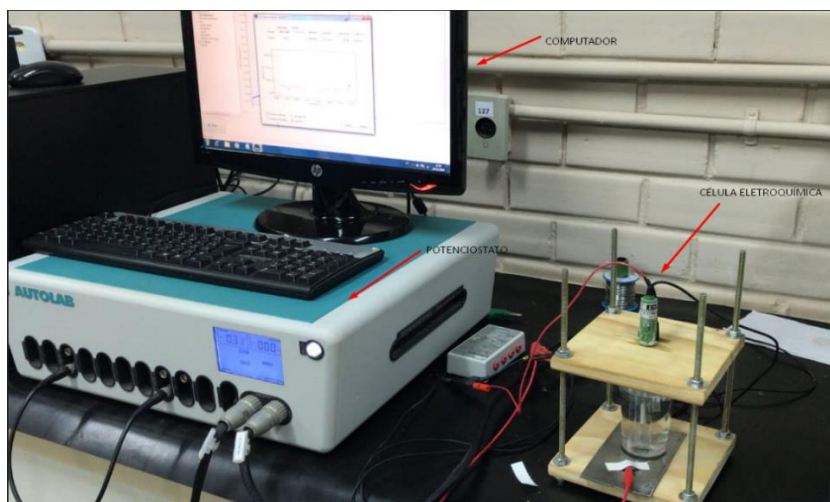
Fonte: Elaborado pelo autor

O princípio de funcionamento do ferritoscópio é baseado na permeabilidade magnética presente na fase ferrita. Aplica-se uma corrente de excitação em uma bobina, gerando um campo magnético, que interage com a fase magnética. Esta interação proporcionará uma mudança no campo, que será detectada por uma segunda bobina, induzindo uma voltagem que é proporcional a quantidade de fase magnética no material.

3.4. ENSAIO ELETROQUÍMICO

O ensaio de polarização eletroquímica de reativação de ciclo duplo (DL-EPR) foi realizado utilizando o potenciostato AUTOLAB PGSTAT 302N situado no TRICORRMAT. A configuração do equipamento é apresentada na figura 17.

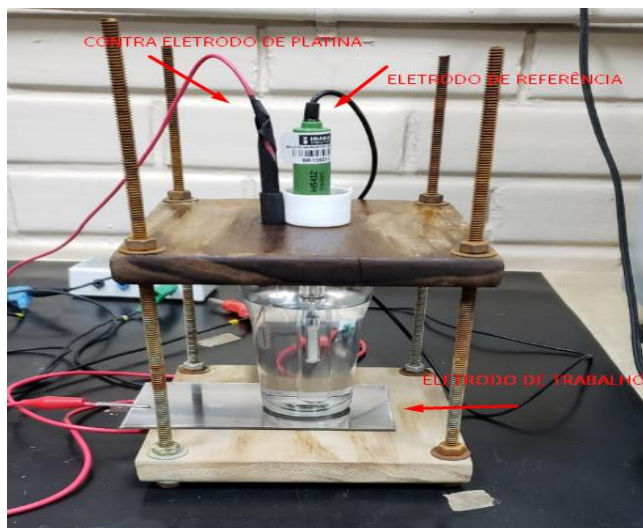
Figura 17 – Computador, Potenciostato PGSTAT 302N Autolab e célula eletroquímica.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A célula eletroquímica é composta por um eletrodo de trabalho (WE), um contra eletrodo de platina (CE) e um eletrodo de referência de calomelano saturado (RE), submersos em um eletrólito, figura 18.

Figura 18 – Célula eletroquímica



Fonte: Elaborado pelo autor.

O funcionamento do equipamento consiste em aplicar uma tensão, imposta pelo potenciostato aos elementos da célula eletroquímica, dessa forma, há uma corrente circulando entre o eletrodo de trabalho (WE) e o eletrodo de platina (CE) através do eletrólito. A corrente e a tensão são medidas em relação ao eletrodo de referência e os dados são armazenados no computador.

O eletrodo de trabalho foi uma amostra de aço inoxidável duplex 2205 em forma de chapa com a dimensão de 120x72x1,8 mm. A área ensaiada foi de aproximadamente 0,78 cm². Como o ensaio não necessita de um polimento superficial fino, a superfície foi lixada com as seguintes lixas: #120, #240, #320, #400 e #600.

A solução utilizada nos ensaios foi 2M H₂SO₄ + 1M HCl a uma temperatura de 25°C com variação de mais ou menos 1°C. Antes de iniciar o ensaio, a amostra ficou imersa na solução por 30 min, que é o tempo necessário para que o potencial se estabilize. O valor desse potencial é conhecido como Potencial de Corrosão ou OCP (*Open Circuit Potential* – Potencial de circuito aberto).

O ensaio de DL-EPR foi realizado com uma taxa de varredura de 1,67 mV/s, até atingir um potencial de 700 mV_{sce} maior que o OCP medido. Posteriormente, a polarização foi invertida na direção catódica e a varredura foi feita até o OCP, gerando uma curva parecida com a figura 8.

3.5. ENSAIO DE BARKHAUSEN

As medidas do Ruído Magnéticos de Barkhausen foram feitas através do equipamento Rollscan 350 Barkhausen Noise Analyser com auxílio do software MicroScan 600, ambos da Stresstech (figura 19), o equipamento está localizado no Laboratório de ensaios não destrutivos multidisciplinar (LABENDEM) situado no Centro de Pesquisa, Inovação e Desenvolvimento (CPID).

Figura 19 – Rollscan 350 Barkhausen Noise Analyser



Fonte: Elaborado pelo autor.

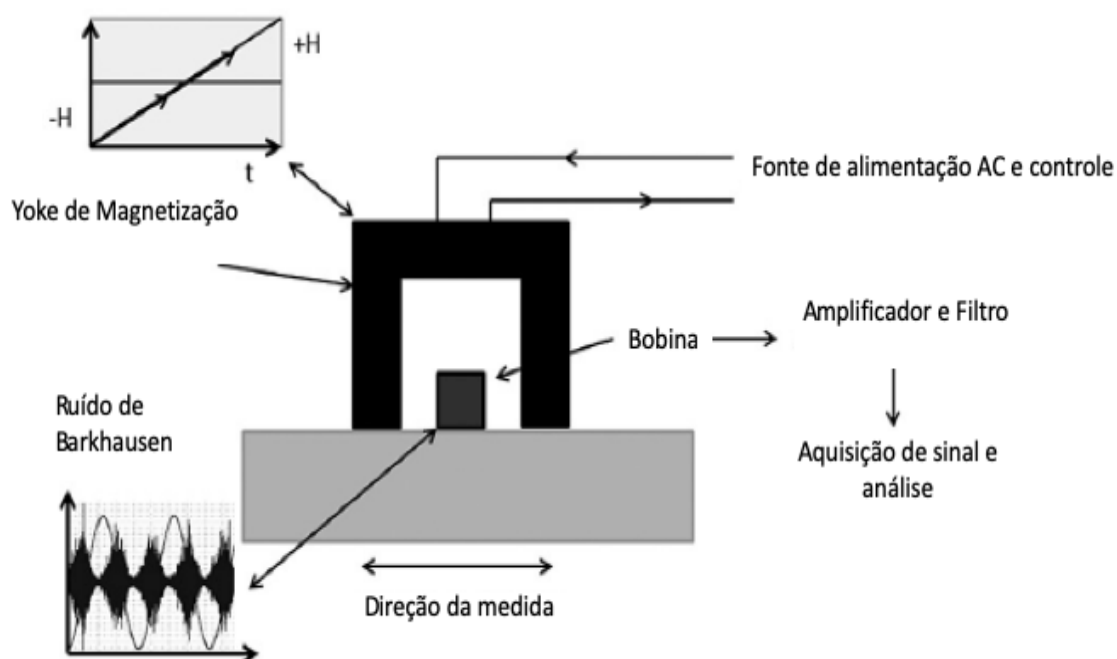
Para realizar as medições foi utilizado o sensor comercial para superfícies planas modelo S1-18-13-01 (figura 20), com área de bobina de 60,5 mm². O esquema experimental do ensaio e a configuração utilizada no experimento são apresentados pelas figuras 21 e 22.

Figura 20 - modelo S1-18-13-01 utilizado nas medições.



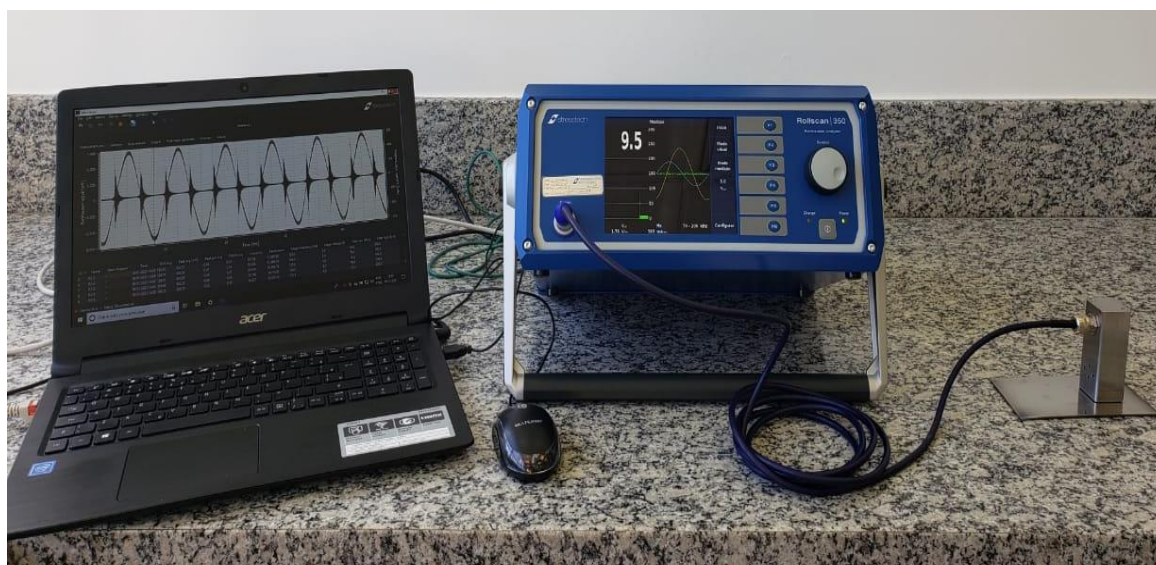
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 21 – Configuração esquemática do ensaio de Barkhausen. Adaptado.



Fonte: Adaptado Lindgren et al. (LINDGREN; SANTA-AHO; VIPPOLA, 2016)

Figura 22 – Configuração utilizada durante as medições de Barkhausen.



Fonte: Elaborado pelo autor.

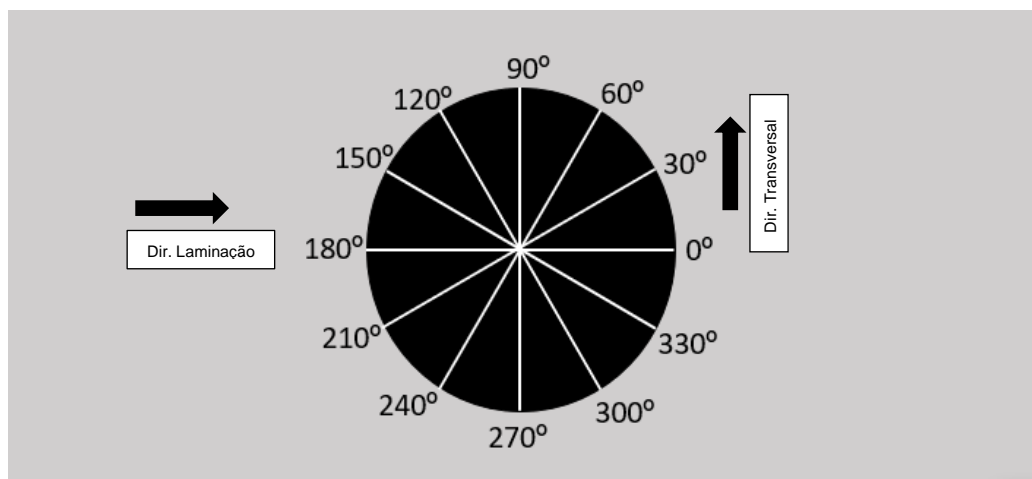
O ensaio funciona da seguinte forma, aplica-se um campo magnético na amostra através do Yoke, a bobina captura o sinal emitido pela peça de trabalho, este sinal é amplificado, filtrado e enviado para o sistema de aquisição de dados.

As medidas do Ruído de Barkhausen obtidas através do sensor são gravadas no software MicroScan 600, que através de seu algoritmo próprio fornece parâmetros como o RMS, Coercividade, Remanência, Peak, Peak Position, Histerese, Área da histerese.

Para a realização do ensaio foi utilizado frequência de magnetização de 125 Hz, tensão de magnetização de 5 Vpp (tensão de pico a pico), frequência de amostragem de 6,410 Mhz, filtro de passa baixa de 1000 Khz, filtro de passa alta de 1 Khz. A faixa de frequência analisada foi de 70 – 200 Khz, que conforme a fabricante do equipamento, é a mais utilizada na indústria. Pela amostra ser grande e devido à heterogeneidade do material foram feitas nove medidas para cada condição.

As medições foram feitas rotacionando o sensor na amostra aumentando o ângulo em 30° após a medida, com isso, obteve-se os parâmetros em diversas direções, inclusive na direção de laminação e na direção transversal. A configuração esquemática da amostra demarcada pode ser vista na figura 23.

Figura 23 - Configuração esquemática da marcação para medição do RMB.



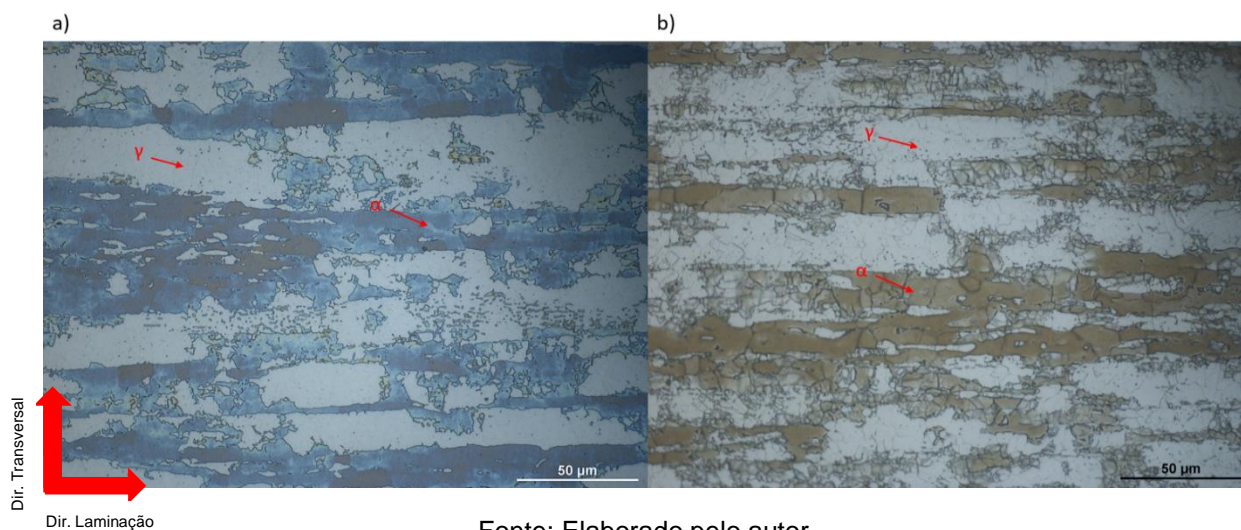
Fonte: Elaborado pelo autor.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. TRATAMENTO TÉRMICO

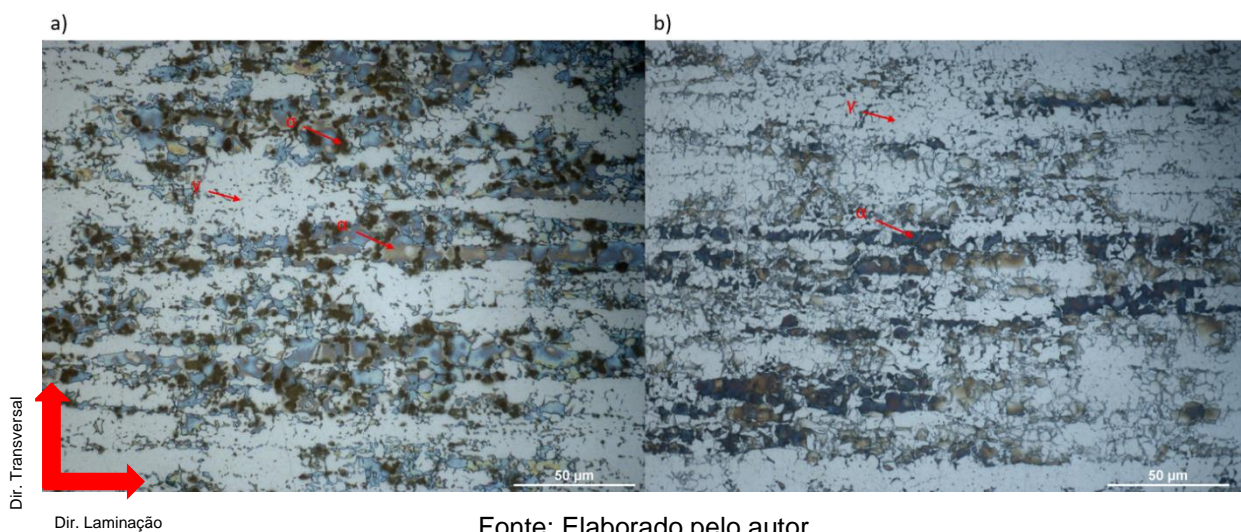
O tratamento térmico teve a finalidade de provocar alterações microestruturais na amostra, precipitando fases deletérias e paramagnéticas. As figuras 24, 25, 26 e 27 mostram a microestrutura antes do tratamento térmico e a microestrutura resultante do tratamento térmico em diferentes tempos na mesma temperatura.

Figura 24 – Microestrutura da amostra R, aumento. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.



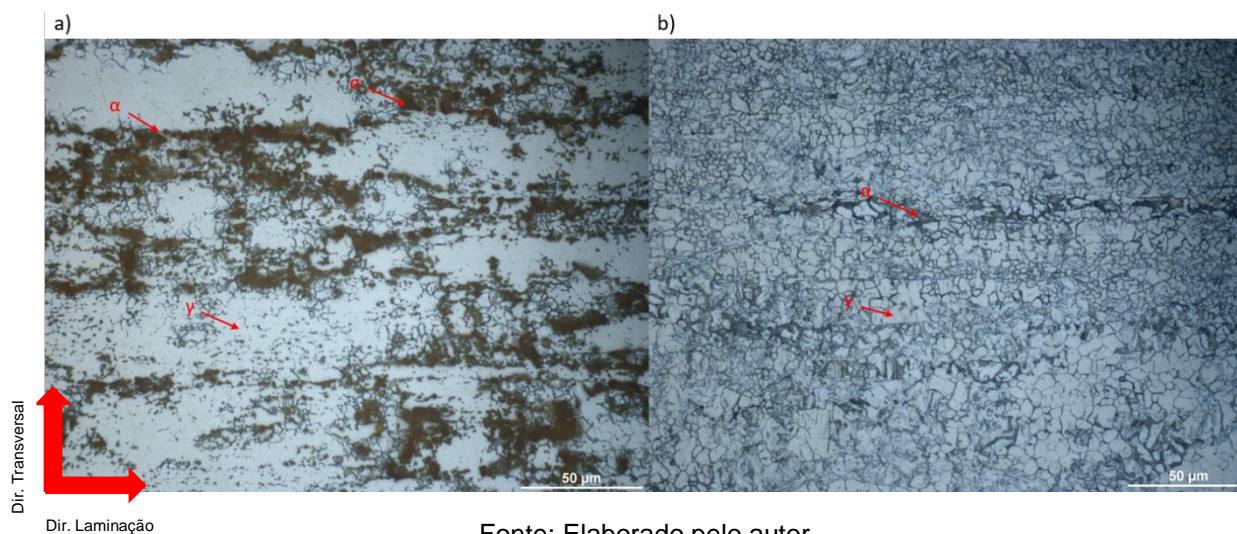
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 25 – Microestrutura da amostra #10. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.



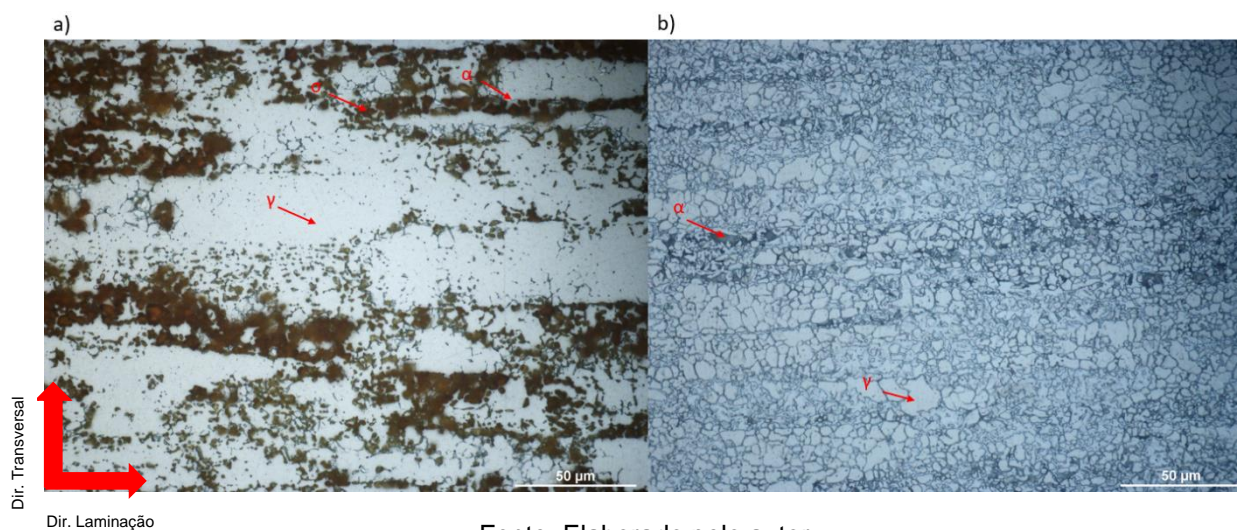
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 26 – Microestrutura da amostra #120. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 27 – Microestrutura da amostra #240. a) Ataque 10%KOH b) Ataque Behara modificado.



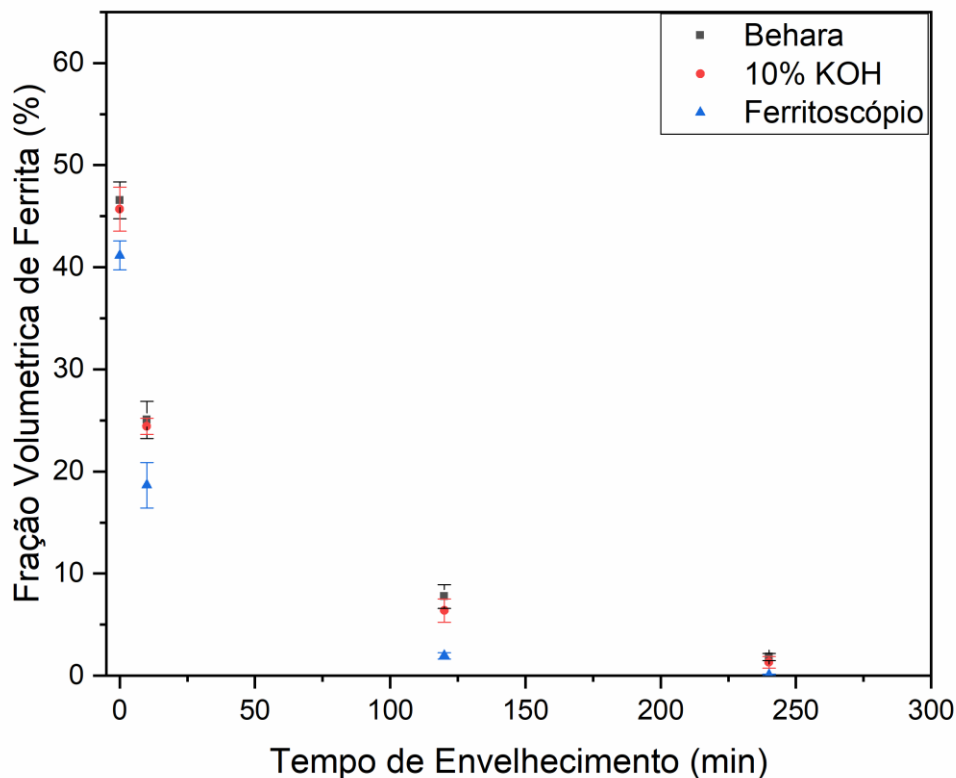
Fonte: Elaborado pelo autor.

É notável que no tempo de envelhecimento de 10 minutos a 800°C, a quantidade de ferrita diminui consideravelmente em comparação a amostra de referência. Já para os tempos de envelhecimento de 120 e 240 minutos, a amostra quase não apresenta quantidade significativa de ferrita pois ela foi quase totalmente consumida para a formação da fase σ , esta quantidade quase irrisória de ferrita foi relatado por Magnanbosco (MAGNABOSCO, 2009).

Por meio das microestruturas obtidas e analisando as imagens utilizando o software Imagej, foi possível fazer uma análise quantitativa e observar a quantidade de ferrita presente nas amostras, além disso, a quantificação de ferrita também foi feita através

do ferritoscópio. O gráfico da figura 28 mostra a quantidade de ferrita em cada amostra.

Figura 28 - Fração Volumétrica de Ferrita.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na figura 28, ambos os ataques revelaram valores próximos da fração volumétrica de ferrita. Ao comparar os valores obtidos utilizando os ataques com os valores obtidos pelo ferritoscópio, nota-se uma discrepância, apesar do comportamento da curva ser parecido, a diferença de valores pode estar associada ao método do imagej, que é subjetivo e pode carregar erros provenientes da iluminação da imagem, do contraste obtido no ataque, brilho da imagem, além disso, o ferritoscópio mede o percentual de ferrita em uma determinada profundidade da amostra. Dessa forma, no presente trabalho foi utilizado apenas a fração volumétrica de ferrita obtida através do ferritoscópio, pois o Barkhausen também leva em consideração uma profundidade para medição. O gráfico mostra um decaimento considerável da quantidade de ferrita conforme aumenta o tempo de envelhecimento.

4.2. DL-EPR

Foi feito o ensaio de DL-EPR para averiguar a sensitização das amostras tratadas termicamente devido principalmente a precipitação da fase sigma, além da mudança da proporção de austenita e ferrita. Foi calculado o grau de sensitização (GS) tanto utilizando a razão das correntes de pico de reativação e ativação (I_r/I_a), quanto utilizando a razão entre as áreas de reativação e ativação (Q_r/Q_a), os valores estão representados nas tabelas 8, 9 e na figura 29.

Tabela 8 – Valores do grau de sensitização calculados pela relação das correntes de pico

I _r /I _a		
	Média do GS	Desvio Padrão
R	0,000	0,0000
#10	0,018	0,0017
#120	0,126	0,0085
#240	0,178	0,0193

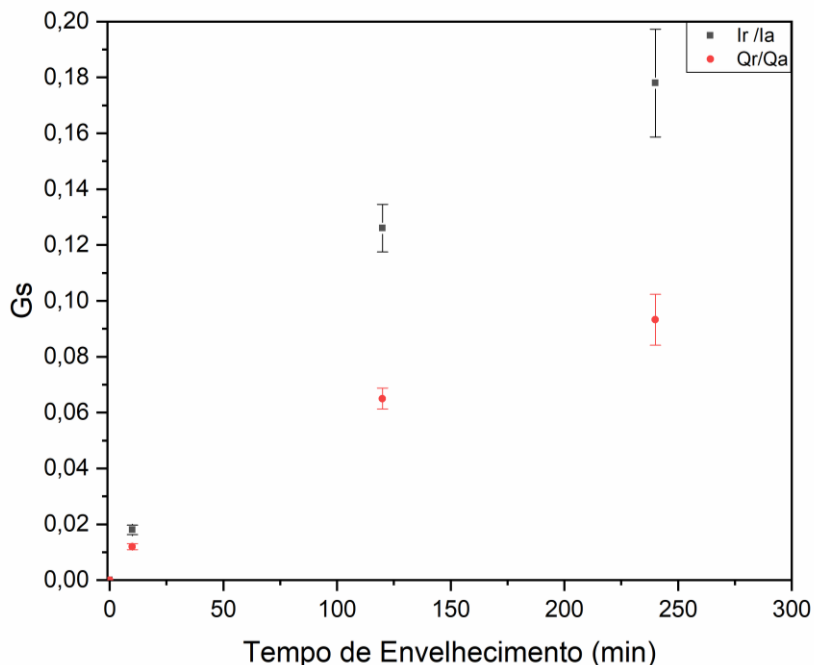
Fonte: Elaborado pelo autor.

Tabela 9 – Valores do grau de sensitização calculados pela relação das áreas de ativação e reativação

Q _r /Q _a		
	Média do GS	Desvio Padrão
R	0,000	0,0000
#10	0,012	0,0011
#120	0,065	0,0037
#240	0,093	0,0091

Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 29—Comparação do GS obtido pela relação de corrente de pico x relação entre as áreas de ativação e reativação



Fonte: Elaborado pelo autor.

Observa-se que existe diferença entre o grau de sensitização obtido por Ir/Ia comparado com os valores de Qr/Qa, porém apresentam comportamentos parecidos.

Cihal e seus colegas de trabalho estudaram as aplicações do DL-EPR, eles observaram que o grau de sensitização para aços inoxidáveis austeníticos poderia ser calculado através da razão Ir/Ia, para esses materiais o cálculo do GS utilizando essa razão é eficiente, pois o material é composto apenas da fase austenita. Já o AID, por apresentar duas fases, a curva de polarização pode ter dois picos de reativação e dois picos de ativação dependendo do meio que o ensaio é feito, isso representa a dissolução seletiva da ferrita ou da austenita. Os dois picos foram encontrados por Tsai e Chen (2007), que analisaram um AID 2205 em solução de H₂SO₄ + 0,5M HCl. Dessa maneira, a forma mais prudente de calcular o grau de sensitização dos AID seria através da razão Qr/Qa.

A amostra #10 não apresentou uma sensitização considerável, pelo tempo ser curto, não ocorreu uma considerável perda de cromo no contorno de grão. Já as amostras

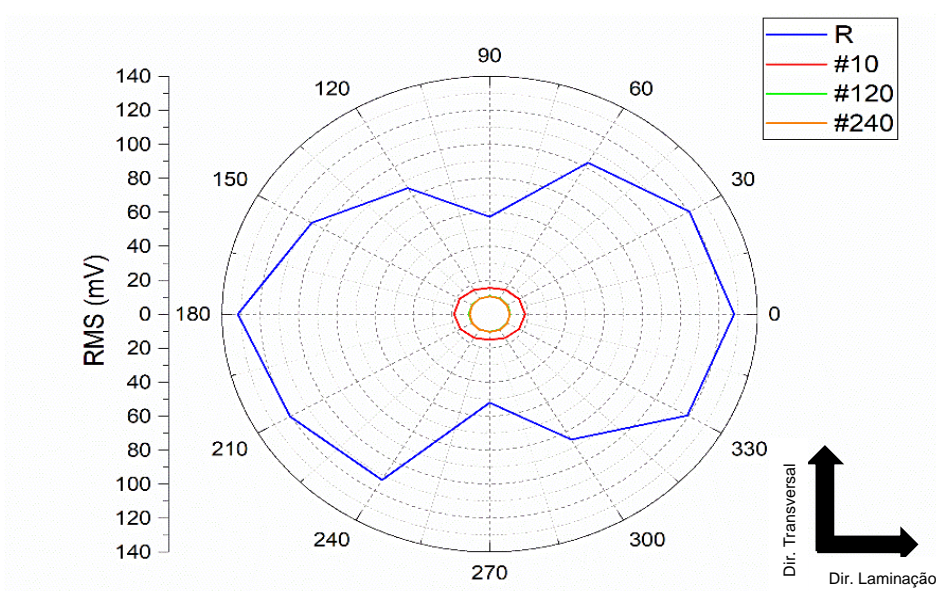
#120 e #240, indicam a sensitização do material pelo elevado valor do GS, dessa maneira, as formações das fases deletérias provocaram redução do cromo nos contornos de grão deixando o material susceptível a corrosão intergranular. Gong et al. (2010) e M.E.Aikan et al. (2012), em seus respectivos trabalhos, observaram que o GS aumentava para um tempo de envelhecimento maior, associando isso a formação de fases deletérias que empobrece a matriz de cromo deixando o material susceptível a corrosão localizada. Dessa forma, os resultados obtidos nesse trabalho foram de acordo com o que está relatado na literatura.

4.3. RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN

4.3.1. RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN E RMS

Foram feitas medidas do RMB e foi observado o valor do RMS, com a finalidade de verificar as possíveis variações microestruturais ocorridas nas amostras devido ao tratamento térmico. Primeiramente foram obtidas medidas rotacionando o sensor, como pode ser visto na figura 30.

Figura 30 – Medidas rotacional do RMS.



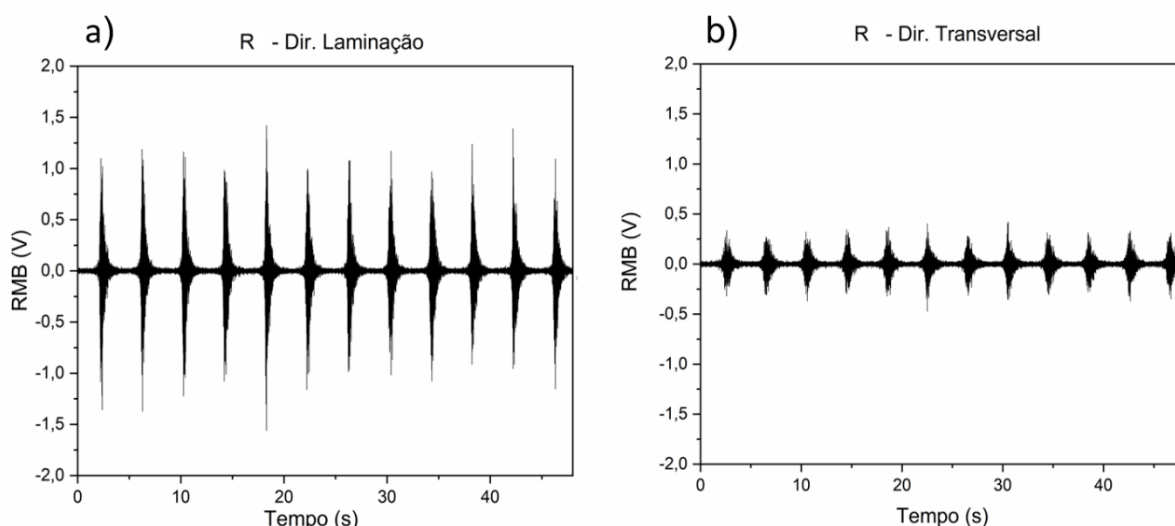
Fonte: Elaborado pelo autor.

Nota-se que há anisotropia magnética na amostra de referência em que na direção 0 e 180°, que representa a direção de laminação do material, o RMS apresenta um valor

mais alto, no entanto quando o sensor está posicionado nos ângulos de 90° e 270° , que são posições transversais a direção de laminação, o RMS apresenta o menor valor para amostra de referência. À medida que aumenta o tempo de envelhecimento, percebe-se que a anisotropia não influencia no sinal e o RMS diminui acentuadamente em todas as direções, passando a não apresentar variação conforme aumenta o ângulo da posição do sensor.

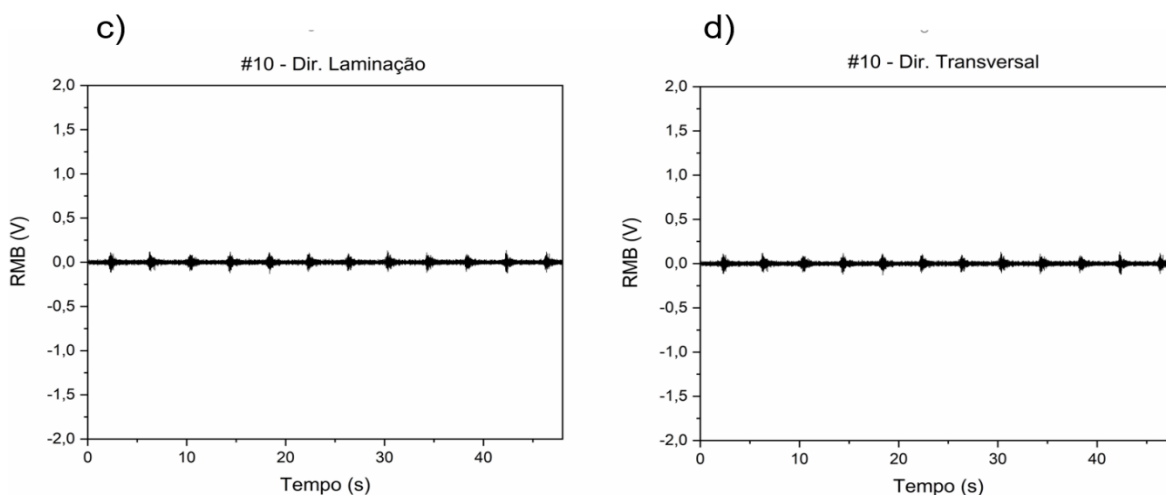
É possível observar nas figuras 31, 32, 33 e 34 o ruído de Barkhausen. Além disso, na figura 35 é possível observar o comportamento do valor do RMS.

Figura 31 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostras como recebidas. a) Direção de laminação b) direção transversal.



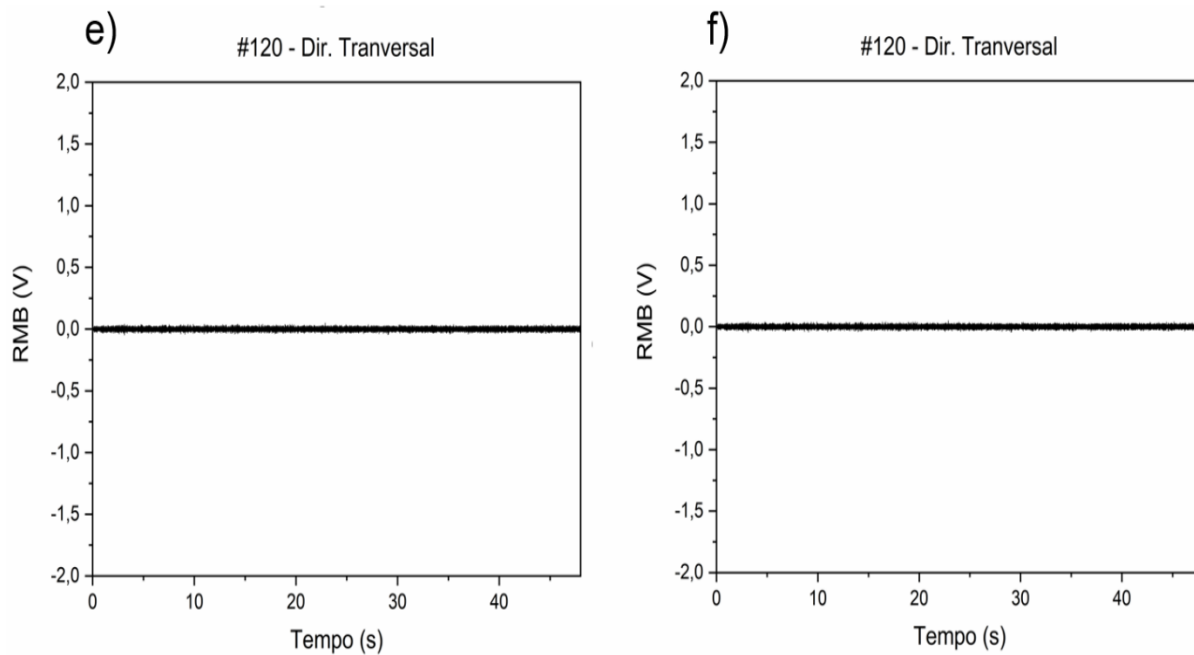
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 32 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostra envelhecida a 800°C durante 10 minutos. a) Direção de laminação b) direção transversal



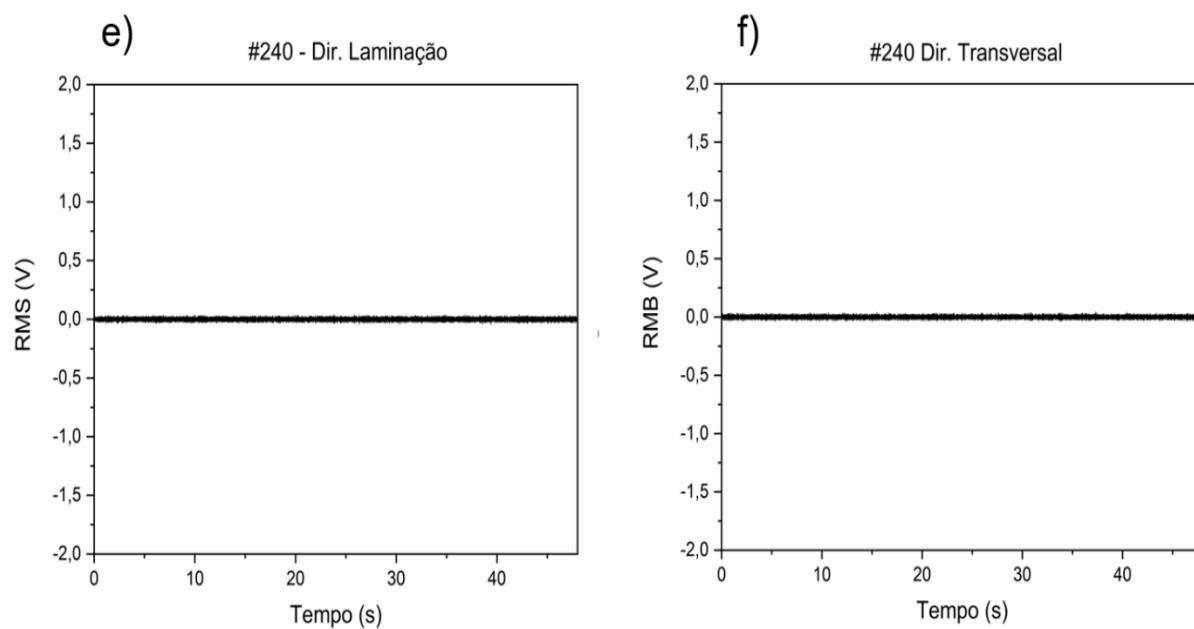
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 33 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostra envelhecida a 800°C durante 120 minutos.
a) Direção de laminação b) direção transversal



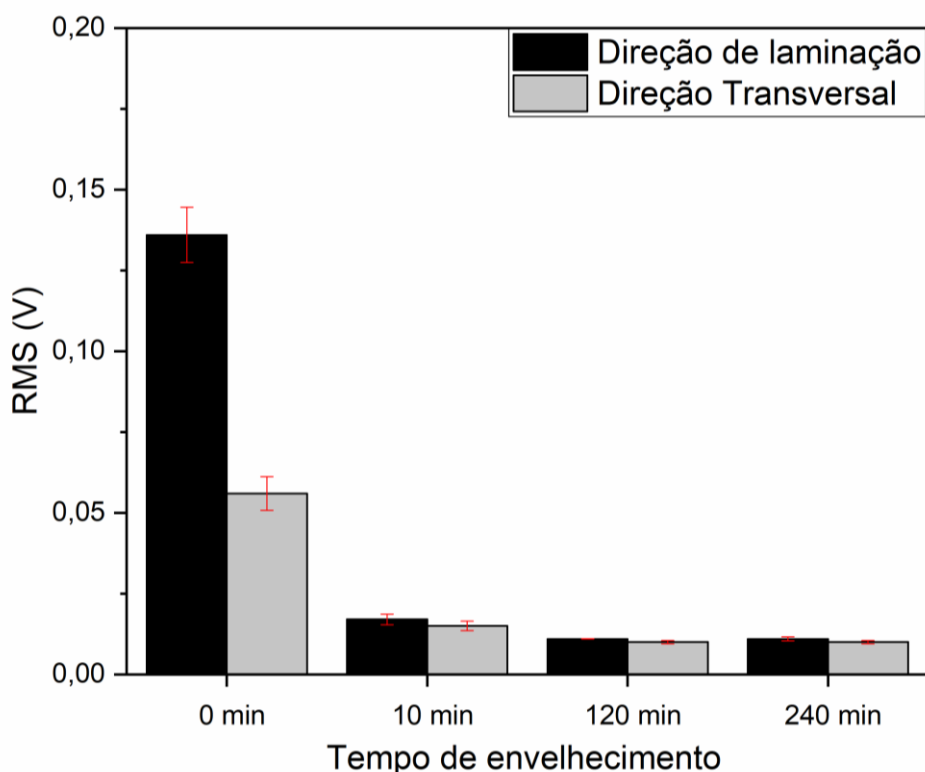
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 34 – Ruído Magnético de Barkhausen, amostra envelhecida a 800°C durante 240 minutos.
a) Direção de laminação b) direção transversal



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 35 – Medidas do valor de RMS do sinal de Barkhausen na direção de laminação e na direção transversal.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Nas figuras 30, 31 e 35, observa-se na amostra R diferença do RMB e do RMS na direção de laminação comparada com a direção transversal na amostra de referência.

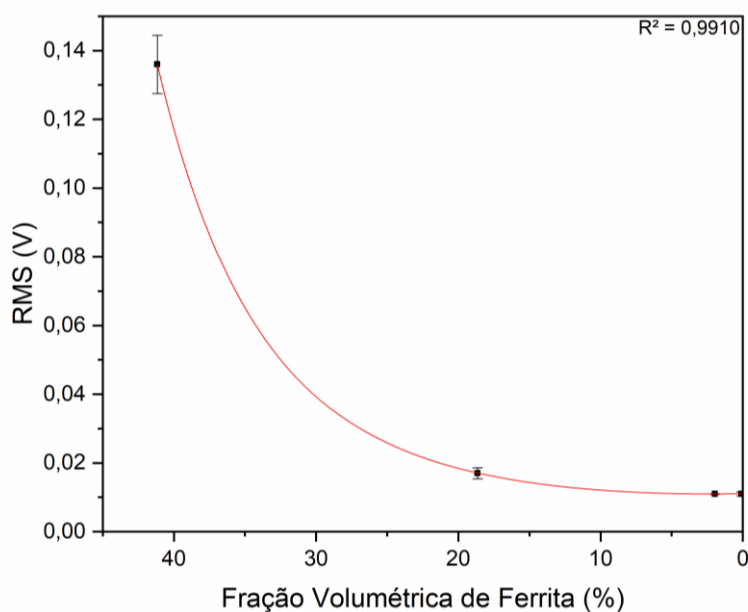
M. Lindgren e T. Lepisto (2003), relataram esse comportamento. Segundo eles, isso ocorre, pois a microestrutura do AID é composta por ilhas de austenitas paramagnéticas alongadas na matriz ferrita. Essas ilhas de austenita provocam um campo de desmagnetização na direção transversal à direção de laminação. Esse campo de desmagnetização provoca a criação dos domínios *closures*, com isso, as ilhas de austenita tornam-se locais de ancoragens muito fortes para o movimento das paredes do domínio, o que torna o sinal do RMB mais fraco na direção transversal.

Quando o domínio se move na direção de laminação, seu caminho livre máximo é limitado pelo tamanho de grão da ferrita e algumas vezes estes grãos apresentam contornos de baixo ângulo, que pode facilitar a passagem das paredes de domínio para outro grão estendendo ainda mais o seu caminho livre nesta direção,

possibilitando um sinal do RMB maior (LINDGREN; SANTA-AHO; VIPPOLA, 2016). Na amostra de 10 minutos de envelhecimento o RMB e o RMS diminuíram consideravelmente devido decomposição da ferrita em fases paramagnéticas. Além disso, o grão da ferrita tornou-se menor, isso pode ser observado na figura 25, o que limita o caminho livre das paredes do domínio, contudo, ainda é possível observar a diferença entre o sinal na direção de laminação e na direção transversal. Já as amostras com o tempo de envelhecimento de 120 e 240 minutos não apresentaram diferença, pois a ferrita foi basicamente toda consumida para formar fase sigma, com isso, o material quase não apresenta ruído magnético de Barkhausen.

Os gráficos que correlacionam os valores do RMS, na direção de laminação, com a fração volumétrica de ferrita e com o grau de sensitização estão demonstrados nas figuras 36 e 37.

Figura 36 – RMS em função da fração volumétrica de ferrita.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Nota-se na figura 36 um decaimento abrupto do sinal de RMS conforme diminui a fração volumétrica de ferrita do material, é possível notar que o valor do RMS é muito sensível até um determinado percentual volumétrico de ferrita. Isso é verificado quando observamos que para um valor próximo de 41% de ferrita, o valor do RMS foi próximo de 0,135V, entretanto, quando diminui a quantidade de ferrita para próximo de 19% o valor do RMS cai acentuadamente para 0,017V, diminuindo 87,4%. Para

percentuais menores de ferrita, o valor do RMS decai muito pouco e fica basicamente constante.

Huallpa et al. (2016) estudaram efeito do ruído magnético de Barkhausen em amostras de aços inoxidáveis duplex 2205. Eles observaram um decaimento abrupto do valor do RMS ao comparar a amostra como recebido com as amostras tratadas termicamente, indicando um decréscimo do percentual volumétrico de ferrita, além disso, a partir de um tempo muito longo de tratamento térmico, o RMS apresentou um valor muito pequeno, indicando a presença de uma fração volumétrica muito pequena de ferrita, dessa forma, ele concluiu que essa alteração brusca do RMS com relação ao percentual volumétrico de ferrita é devido à precipitação de fases paramagnéticas que consomem a ferrita.

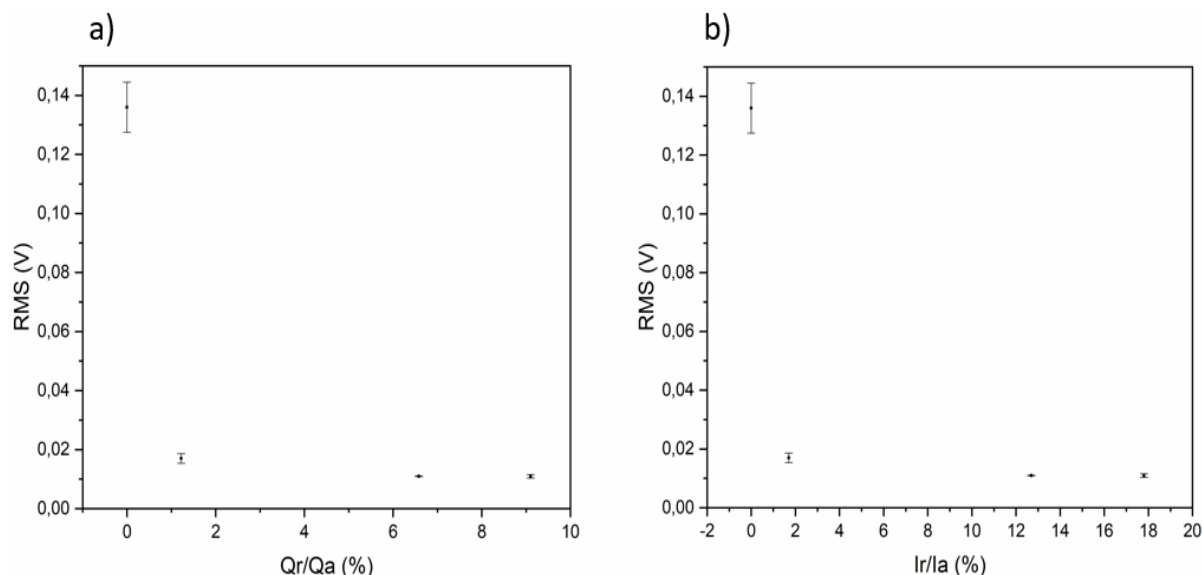
Antes de Huallpa et al. (2016), em 1995, Ginsztler et al. (1995) observaram forte correlação entre o valor do RMS com a fração volumétrica de ferrita em aços inoxidáveis super ferríticos. De acordo com eles, quanto maior o volume de fase sigma no material e conseqüentemente menor a quantidade de ferrita, o valor do RMS diminui. Logo, os resultados obtidos na figura 36 foram de acordo com os autores supracitados.

P.G. Normando et al. (2010) analisaram o aço inoxidável duplex 2205 envelhecidos a 800 e 900°C durante 5, 15, 40 e 120 minutos. Eles observaram o ruído magnético de Barkhausen combinado com o sinal de ultrassom e corrente parasita, estes métodos foram capazes de distinguir diferentes percentuais volumétricos de fase sigma nas amostras, mostrando que a técnica é promissora para o monitoramento de mudanças na microestrutura.

Além disso, a queda abrupta do RMS para as amostras 10, 120 e 240 pode ter uma contribuição da tensão residual compressiva tipo II presente na fase ferrita, pois a presença de segundas fases, que surgem da decomposição da ferrita, podem gerar tensão compressiva, uma vez que a redução do teor de ferrita deve ser compensada com o aumento da tensão para a manutenção do equilíbrio. Além do mais, como a expansão térmica da austenita é maior que a da ferrita, a tensão compressiva na austenita diminui com o aumento da temperatura, e com isso, a tensão compressiva

na ferrita aumenta para manter a condição de equilíbrio (BEHNKEN; HAUK, 2000; HARJO *et al.*, 2002; LINDGREN; LEPISTÖ, 2003).

Figura 37 – RMS em função do grau de sensitização. a) Q_r/Q_a , b) I_r/I_a .



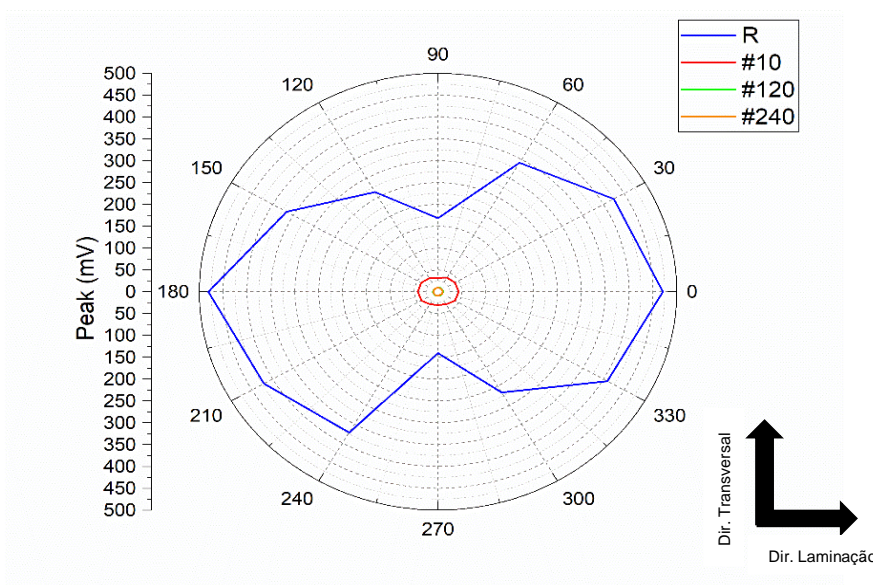
Fonte: Elaborado pelo autor.

Na figura 37 mostra que o valor do RMS cai acentuadamente quando a amostra já se encontra levemente sensitizada, e para valores mais altos de sensitização o valor do RMS encontra-se basicamente constante.

Com isso, o valor do RMS pode, de certa forma, indicar possíveis alterações microestruturais no material que tem potencial para desencadear uma corrosão localizada.

4.3.2. PEAK

Outro parâmetro obtido através do ensaio realizado foi o *Peak*, esse parâmetro indica o pico do sinal do RMS. Foram feitas medidas rotacionando o sensor de 0 a 360° (figura 38) com a finalidade de observar o comportamento do *Peak* com a mudança do sentido de magnetização.

Figura 38 – Valor do *peak* em diversas direções.

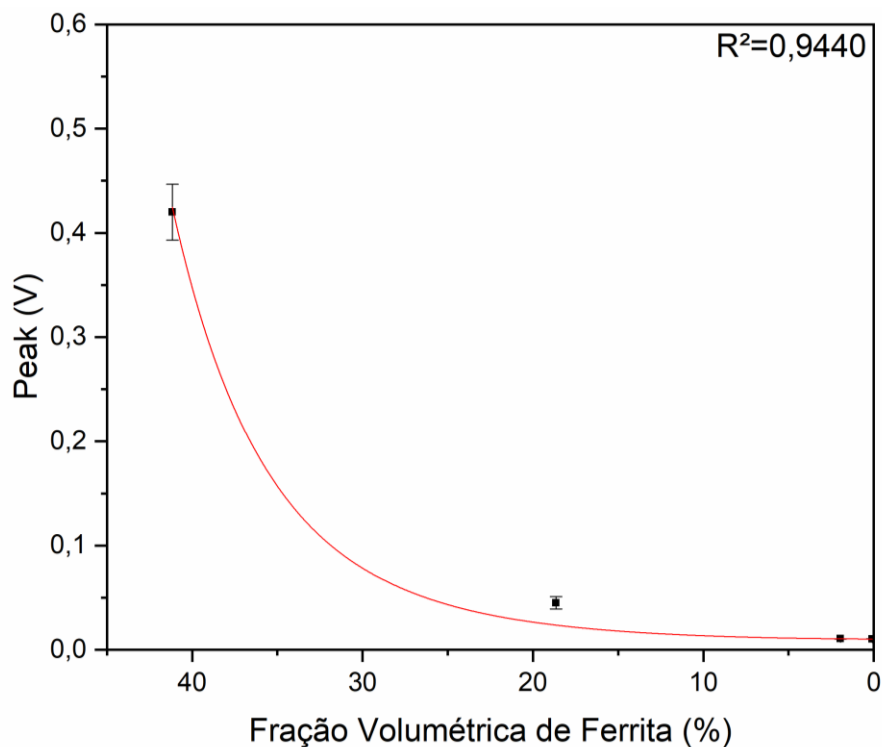
Fonte: Elaborado pelo autor

O *Peak* apresentou comportamento semelhante ao RMS. Na amostra de referência, é possível observar a anisotropia magnética, em que na posição 0° e 180°, que são a direção de laminação, o valor do *Peak* foi o maior, já conforme aumenta o ângulo de magnetização esse valor diminuiu.

Nos ângulos 90° e 270°, que representam a direção transversal, o valor de *Peak* foi o menor. Para as amostras com tratamento térmico, a mudança da direção de magnetização não influenciou no valor de *Peak* das amostras, também pode-se observar que o *peak* diminuiu acentuadamente quando a amostra sofre tratamento térmico.

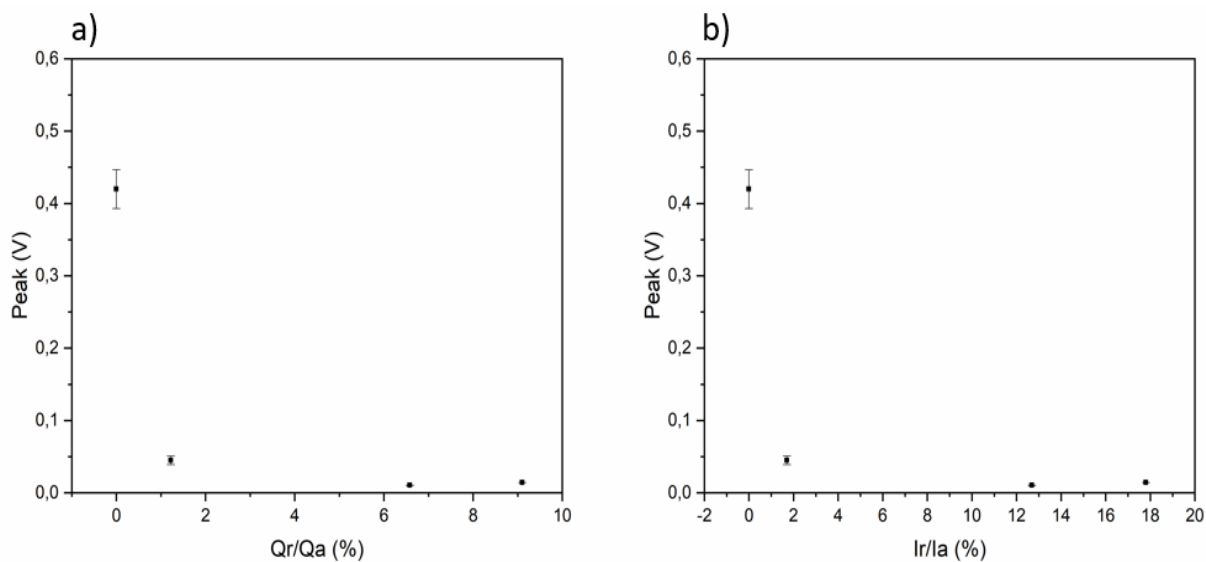
O *Peak* obtido na direção de laminação, foi colocado em função da fração volumétrica de ferrita e do grau de sensitização com o propósito de observar o seu comportamento, como pode ser visto nas figuras 39 e 40.

Figura 39 – Peak da direção de laminação em função da fração volumétrica de ferrita.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 40 - Peak em função do GS. a) Qr/Qa b) Ir/Ia



Fonte: Elaborado pelo autor.

Nas figuras 39 e 40, o *Peak* apresentou comportamento parecido com o do RMS quando colocados em função da fração volumétrica de ferrita e do grau de sensitação.

O valor do *Peak* diminui acentuadamente por volta de 89% quando comparado a amostra com 19% de ferrita com a amostra de 41%, entretanto, para valores menores de 19% de ferrita, o valor do *Peak* teve uma queda de aproximadamente 96% quando comparado com a amostra de 41% de ferrita e tornando-se basicamente constante.

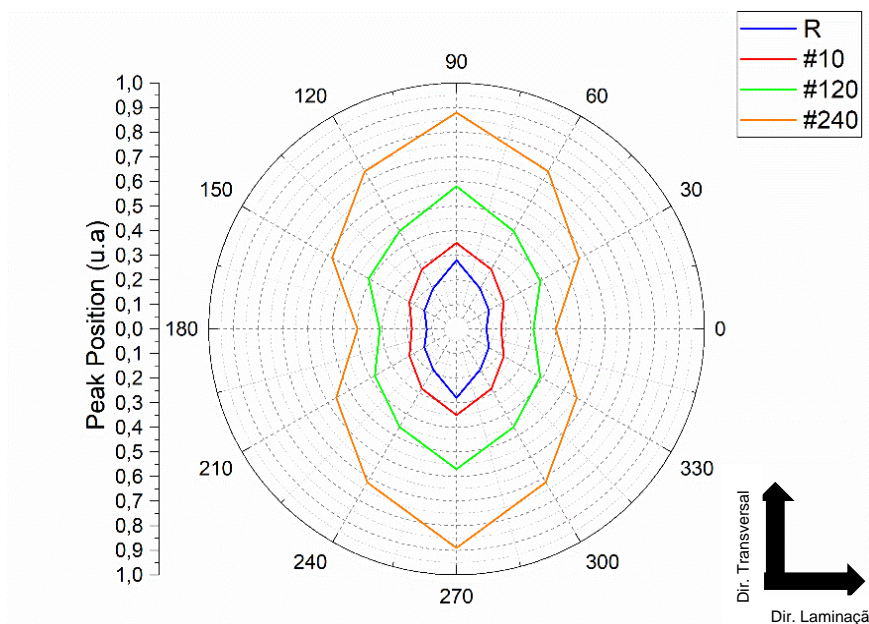
Na figura 40, o valor de *Peak* apresentou uma queda abrupta da amostra está levemente sensibilizada para os valores mais altos do grau de sensibilização o valor do *Peak* diminuiu muito pouco e ficou basicamente constante.

Moorthy et al. (1997) estudaram o aço 2,25Cr-1Mo e o 9Cr-1Mo tratados termicamente e notaram que o RMS e o *Peak* apresentaram comportamentos similares ao analisar a dureza do material. Mitra et al. (1995) também observaram um comportamento semelhante do RMS com o *Peak* ao analisar a microestrutura de um aço AISI 4140 tratado termicamente em diferentes condições.

4.3.3. PEAK POSITION

O *peak position* está relacionado com a força do campo magnético necessária para destacar as paredes do domínio dos locais de ancoragem (MOORTHY *et al.*, 1997), e isso pode indicar informações valiosas sobre a condição do material. A figura 41 mostra a variação do *peak position* com a direção de magnetização.

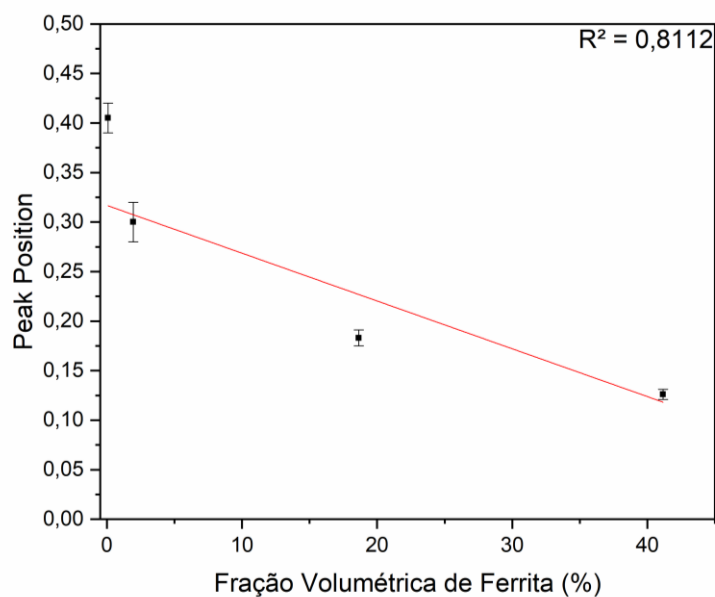
Figura 41 - Variação do peak position com a direção de magnetização.



O valor do *peak position* apresentou comportamento semelhante para todas as amostras, com valores maiores na direção transversal (90° e 270°) e menores na direção de laminação (0° e 180°). Além disso, conforme aumenta o tempo de tratamento térmico, o valor do *peak position* se tornou maior em todas as direções, isso possivelmente indica que o campo magnético para magnetização tendeu ser maior para as amostras tratadas termicamente.

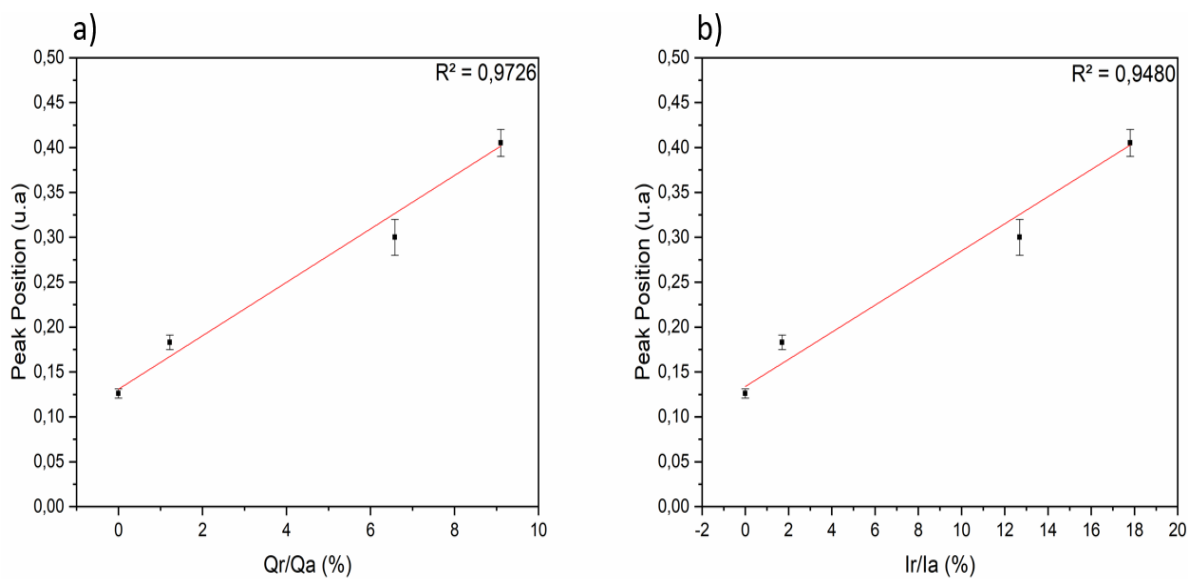
Também foi observado nas figuras 42 e 43 o comportamento deste parâmetro na direção de laminação em função da fração volumétrica de ferrita e do grau de sensitização. A unidade do *peak position* é em unidade arbitrária (u.a), de acordo com o fabricante do equipamento.

Figura 42 – Peak position x Fração volumétrica de ferrita.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 43 – peak position em função do grau de sensitização. a) Qr/Qa b) Ir/Ia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

É visível na figura 42 que a correlação entre o *peak position* e a fração volumétrica de ferrita não é muito alta, entretanto, a correlação entre o *peak position* e o grau de sensitização é forte (figura 43). Isso pode indicar que com um menor percentual de ferrita no material e com o aumento do grau de sensitização possivelmente haverá alterações nas propriedades magnéticas do material. Com a exposição do material a temperatura de 800°C ocorre a formação de fase sigma, que é paramagnética a

temperatura ambiente, além disso, verifica-se uma diminuição da quantidade de ferrita, que é ferromagnética, fazendo com que o material sofra uma desmagnetização (LINDGREN; LEPISTÖ, 2003). Dessa forma, o campo magnético necessário para o movimento das paredes de domínio deve ser maior, o que aumenta o valor do *peak position*.

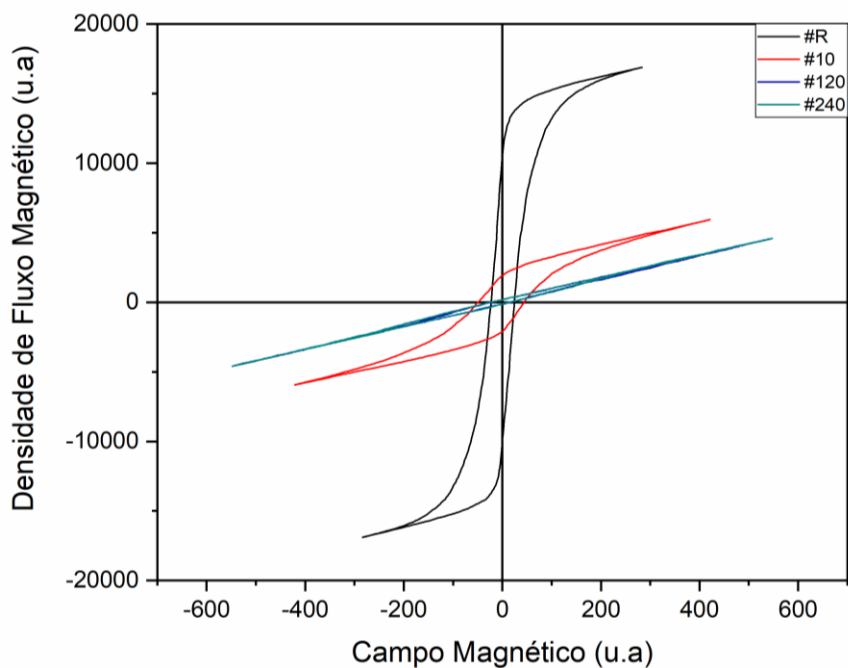
Moorthy et al. (1997) notaram em suas amostras que a presença de austenita, que é uma fase paramagnética, atuava como uma barreira muito forte para o movimento das paredes do domínio, logo, as paredes do domínio necessitavam de um campo magnético maior para elas superarem esses pontos de ancoragem, resultando em um maior valor de *peak position*.

O grau de sensitização tende ser maior conforme a fração volumétrica de fase sigma aumenta. Isso ocorre, pois, essa fase provoca a sensitização do material, que rouba cromo da matriz deixando pequenas áreas empobrecidas em cromo provocando a susceptibilidade do material à corrosão intergranular. Além disso, o aumento da quantidade de fase sigma altera o sinal de Barkhausen, pois elas atuam como barreiras muito fortes para o movimento das paredes do domínio, além de diminuir a quantidade e fase ferromagnética. Dessa forma, o *peak position* e o grau de sensitização tendem a ser diretamente proporcional. Isso possivelmente deverá ser válido para determinada faixa de temperatura e tempo de envelhecimento, pois dependendo disso o material pode apresentar fração volumétrica de fase sigma alta, mas pode sofrer *healing* e apresentar um grau de sensitização menor. Visto isso, a técnica se mostra promissora para a avaliação da degradação do material.

4.3.4. HISTERESE

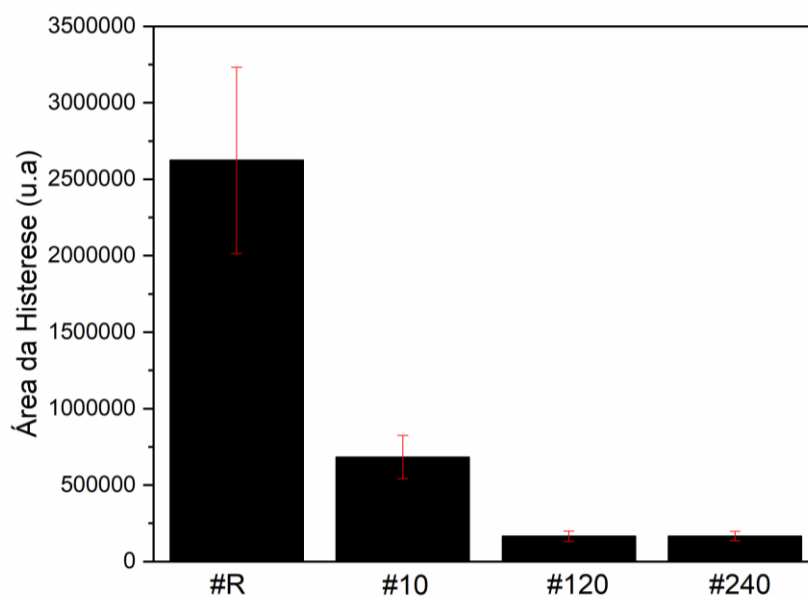
A histerese magnética é a tendência de o material conservar a magnetização adquirida mediante a aplicação de um campo magnético externo. Através da histerese se obtém alguns parâmetros, tais como: remanência, densidade de fluxo magnético na saturação e coercividade. Estes parâmetros serão analisados posteriormente. Nas figuras 44 e 45 são apresentadas as histereses das amostras, e, além disso, a área de cada histerese, com a finalidade de observar o comportamento da magnetização dos materiais quando submetidos ao tratamento térmico.

Figura 44 – Histerese Magnética das amostras.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 45 – Valor da área da histerese.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Nas figuras 44 e 45 é possível notar que ocorreu alteração na histerese magnética das amostras. Na amostra #10 a histerese diminuiu quando comparado com a amostra #R, além disso, a coercividade aumentou e a remanência diminuiu, indicando

uma possível alteração na microestrutura do material (MOHAPATRA *et al.*, 2011). Já as amostras #120 e #240 apresentam um comportamento idêntico e basicamente linear, com isso, o material possivelmente tornou-se paramagnético.

D.D.S. Silva *et al.* (2020) também encontraram alterações no comportamento da histerese utilizando a técnica *Low-field magnetic analysis* em amostras envelhecidas. Eles notaram que quanto maior a quantidade de fases paramagnéticas no material a área da histerese diminuiu. Esse comportamento também foi relatado por J.N. Mohapatra *et al.* (2013), eles utilizaram a técnica *MHL measurement*. Foi notado em suas amostras, que em longos tempos de envelhecimento e, conseqüentemente, maior a fração volumétrica de precipitados, o loop de histerese apresentou uma área menor.

S. S. M Tavares *et al.* (2010) observaram comportamento similar do loop de histerese utilizando a técnica de *vibrating-sample magnetometer* em suas amostras de duplex 2205 quando tratadas termicamente.

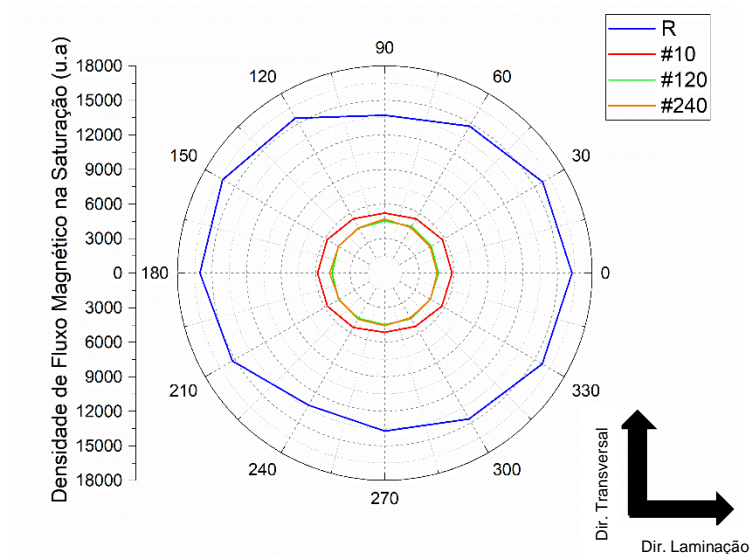
Na figura 45 é relatado o valor da área do loop da histerese, comparando as áreas das amostras #R e #10, é possível notar um decréscimo no valor da área de aproximadamente 73%, já quando comparado com as amostras #120 e #240 este decréscimo foi ainda maior, no valor de aproximadamente 93%, dessa forma, é possível observar o efeito de degradação magnética do material quando exposto a alta temperatura mostrando que técnica utilizada para medição se mostrou promissora.

4.3.5. DENSIDADE DE FLUXO MAGNÉTICO NA SATURAÇÃO

A densidade de fluxo magnético na saturação (B_s) indica que ao aumentar o campo magnético induzido no material a variação da densidade de fluxo magnético vai ser muito pequena, indicando que o material alcançou a saturação magnética.

Primeiramente, foram obtidos os valores da densidade de fluxo magnético na saturação em diversas direções de magnetização, como pode ser visto na figura 46.

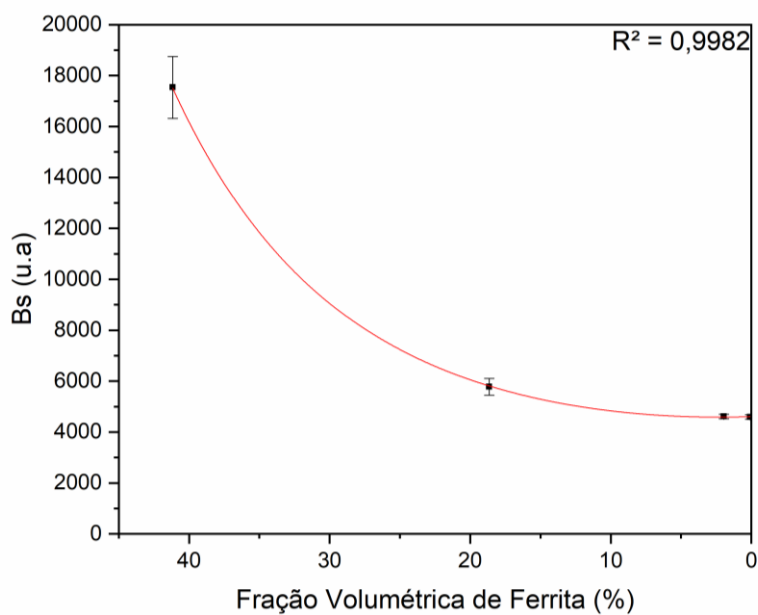
Figura 46 – Variação da densidade de fluxo magnético na saturação com a direção de magnetização.



Na figura 46 pode ser visto que a amostra de referência teve um B_s maior quando comparado com as outras amostras, para a amostra R e a amostra #10 o B_s na direção transversal foi um pouco menor do que na direção de laminação, mostrando uma leve anisotropia magnética, que desaparece para as amostras tratadas com um tempo de envelhecimento maior (#120 e #240).

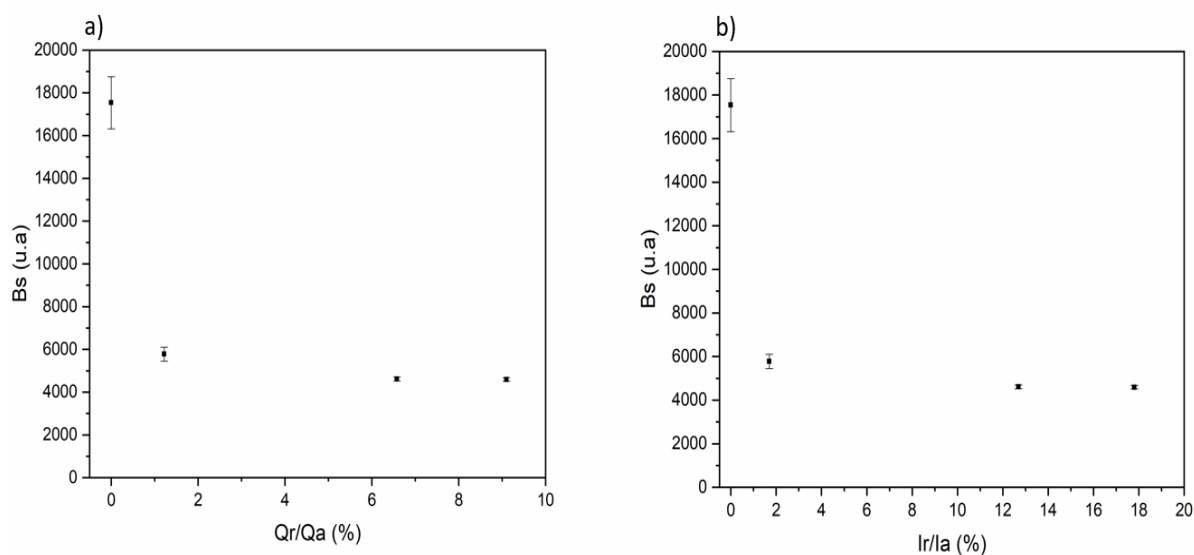
Além disso, foi avaliado o B_s na direção de laminação a fim de explorar o efeito do tratamento térmico nesse parâmetro. Os valores do B_s em função da fração volumétrica de ferrita e do grau de sensitização podem ser vistos nas figuras 47 e 48.

Figura 47 – Densidade de fluxo magnético na saturação em função da fração volumétrica de ferrita.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 48 – Densidade de fluxo magnético na saturação em função do grau de sensitização. a) Qr/Qa b) Ir/Ia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Uma forte influência no valor do Bs pode ser notada conforme diminui o valor da ferrita. Ao comparar a amostra com 41% de ferrita com a amostra de aproximadamente 19% de ferrita, pode ser visto que, o valor da densidade de fluxo magnético na saturação diminui cerca de 67%. Para volumes menores de ferrita a redução ficou basicamente

constante por volta de 73% quando comparado com a amostra de maior percentual de ferrita. Com isso é notável que as propriedades magnéticas do material sejam fortemente degradadas quando expostas a alta temperatura de tratamento térmico. Esta variação do Bs possivelmente não é apenas provocada pela precipitação de fase sigma, mas também pela precipitação de outras fases, tais como: fase chi, carbonetos, nitretos e fases secundárias (TAVARES *et al.*, 2010).

Silva D.D.S *et al.* (2020) relataram em seus estudos em AID 2205 utilizando a técnica de *low-field magnetic analysis*, que quando este material é submetido a tratamento térmico a 800°C em diferentes tempos, a densidade de fluxo magnético diminui para um mesmo campo magnético conforme o tempo de tratamento térmico aumenta. Eles associam isso à precipitação de fases paramagnéticas que ocorre durante o tratamento térmico.

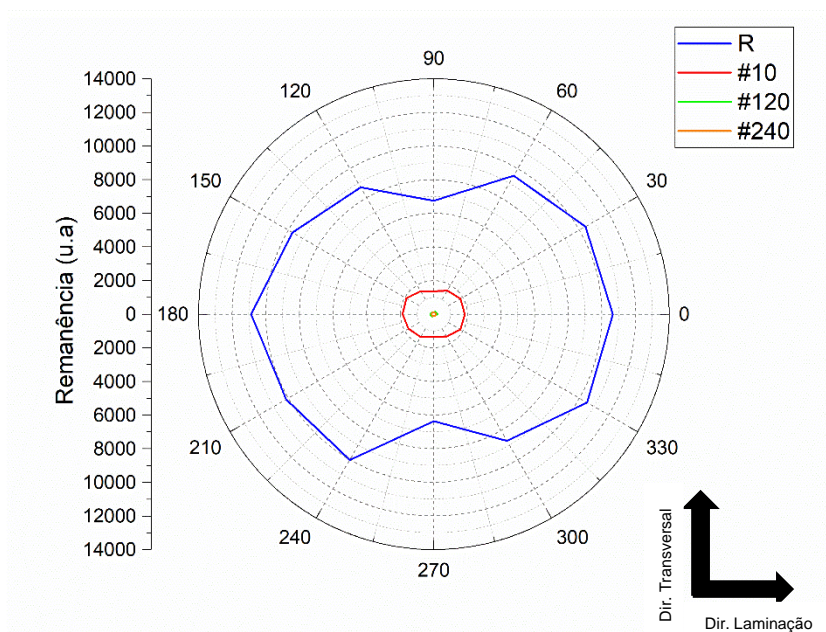
Ginsztler *et al.* (1995) estudaram um aço inoxidável superferrítico envelhecido a 650°C em diferentes tempos. Eles notaram que quanto maior a quantidade da fase sigma e menor a quantidade de ferrita o valor da densidade de fluxo magnético na saturação diminui. Dessa forma, os resultados obtidos pelo *Rollscan 350 Barkhausen Noise Analyser* neste presente trabalho foram ao encontro do relatado pela literatura.

O Bs em função do Gs mostra que com um valor pequeno de sensitização do material a densidade do fluxo magnético na saturação diminui bruscamente, ao comparar a amostra sem sensitização com a amostra com aproximadamente 1,5% de sensitização pode-se observar que o valor do Bs decai próximo de 67%. A avaliação do Bs pode ajudar a prever uma possível corrosão localizada no material.

4.3.6. REMANÊNCIA

A remanência é o campo residual no material após a retirada do campo magnético aplicado, este campo residual existe, pois, nem todos os domínios magnéticos foram capazes de voltar ao seu alinhamento inicial, além disso, a remanência é muito sensível a mudanças microestruturais (MOHAPATRA *et al.*, 2013). Sendo assim, foram feitas medidas da remanência em várias direções de magnetização (figura 49).

Figura 49 – Valor da remanência em várias direções de magnetização.

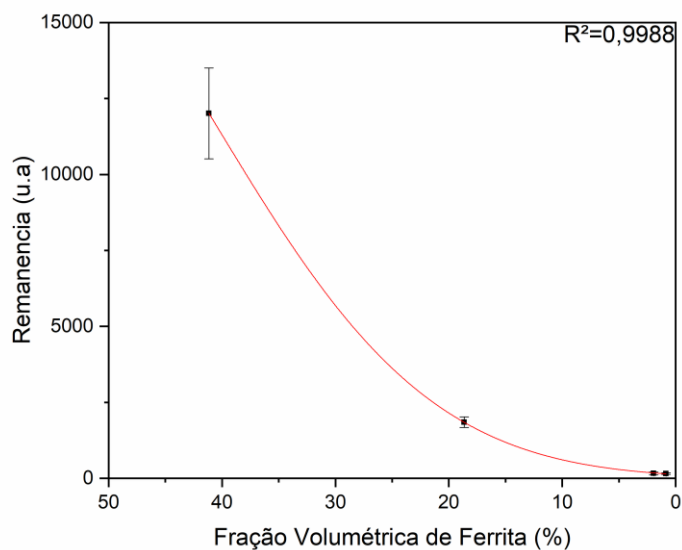


Fonte: Elaborado pelo autor.

A amostra de referência apresenta o resultado parecido com o RMS e Peak, com a remanência maior na direção de laminação (0° e 180°) e um menor valor na direção transversal (90° e 270°), mostrando que a remanência é sensível à mudança do sentido de magnetização.

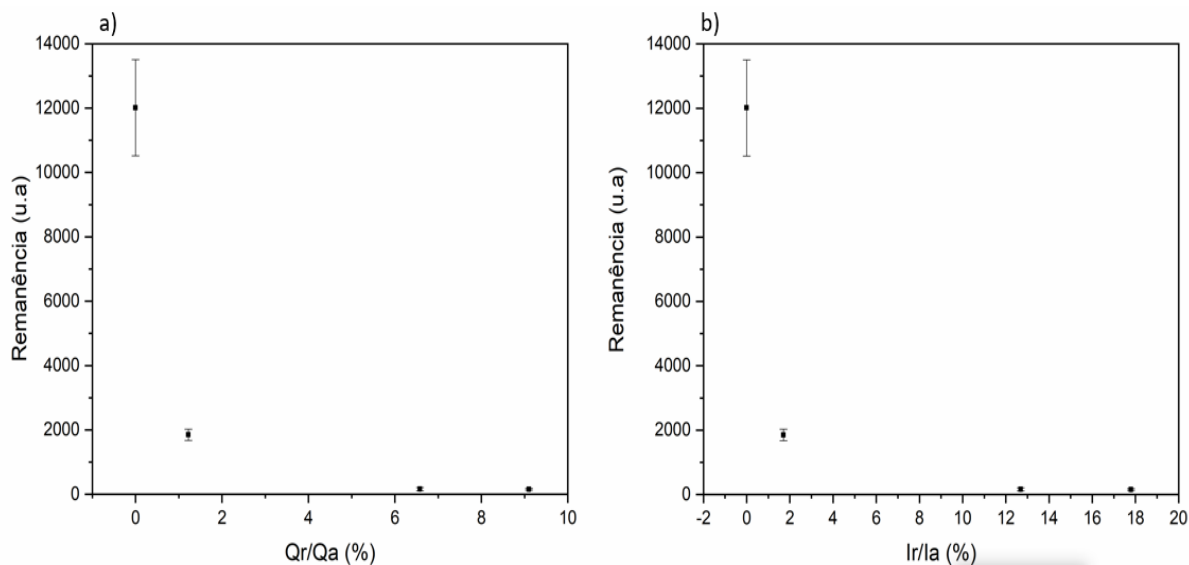
A amostra #10 apresenta um valor quase constante não sendo sensível à mudança da direção de magnetização. Já as amostras #120 e #240 apresentam um valor muito baixo da remanência, isso ocorre porque o material nessas condições apresenta um comportamento paramagnético. Também foi observado o valor da remanência na direção de laminação em função da fração volumétrica de ferrita e do grau de sensitização, como pode ser visto nas figuras 50 e 51.

Figura 50 – Remanência em função da fração volumétrica de ferrita.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 51 – Remanência em função do Gs. a) Qr/Qa b) Ir/Ia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

O resultado da figura 50 mostra forte queda da remanência conforme o percentual de ferrita diminui. Se comparar a amostra com aproximadamente 41% de ferrita com a amostra com cerca de 19% de ferrita, a remanência diminui por volta de 84%, já quando comparado com as amostras com aproximadamente 15% e 7% de ferrita, a queda da remanência foi de aproximadamente 98%. Isso mostra o possível efeito da desmagnetização do material quando tratado termicamente a 800°C devido à precipitação de fases paramagnéticas.

J. N. Mohapatra et al. (2013) estudaram um aço Fe-Cr envelhecido com a finalidade de se obter e observar os efeitos da fase sigma nos parâmetros magnéticos. Eles notaram que a diminuição da ferrita devido à precipitação da fase sigma provocou uma queda brusca da remanência por causa do efeito da desmagnetização do material. Além disso, eles notaram que a remanência foi sensível para avaliar pequenas frações volumétricas de fase sigma na liga.

D. D. S Silva et al. (2020) também observaram a diminuição acentuada da remanência nas amostras tratadas termicamente com maior volume de fases paramagnéticas.

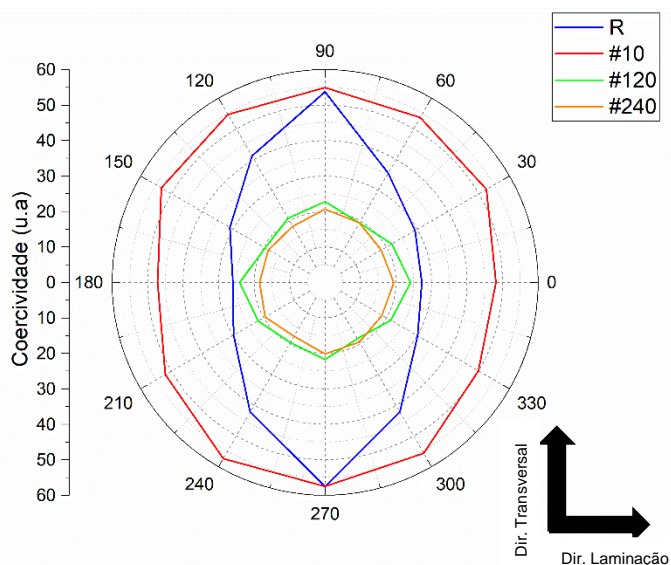
S. S. M. Tavares et al. (2010) observaram que as amostras tratadas termicamente e resfriadas no ar também apresentaram uma queda brusca no valor da remanência a alteração da quantidade de ferrita no material. Visto isso, o comportamento da remanência em função da fração volumétrica de ferrita foi conforme aos resultados presentes na literatura.

Na figura 51, nota-se que uma leve sensitização do material provoca uma queda acentuada da remanência, para Gs maiores o valor da remanência quase foi a zero. Dessa forma, o parâmetro se mostrou muito sensível ao grau de sensitização do material e promissor para a avaliação da corrosão localizada.

4.3.7. COERCIVIDADE

A coercividade é a intensidade do campo magnético necessário para remover a magnetização de um material ferromagnético inicialmente saturado. Este parâmetro é sensível a mudanças da microestrutura (MOHAPATRA *et al.*, 2011). Sendo assim, foram quantificadas a coercividades das amostras em diversas direções de magnetização (figura 52).

Figura 52 - Variação da coercividade com a direção de magnetização.



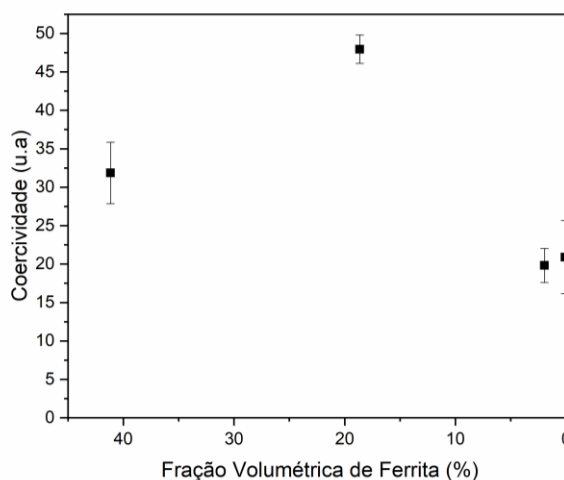
Fonte: Elaborado pelo autor.

Na amostra de referência (R) ficou perceptível a influência da direção de magnetização no resultado da coercividade. Na direção de laminação (0° e 180°) o valor da coercividade foi menor, entretanto na direção transversal (90° e 270°), a coercividade apresentou o maior valor, isso pode ser devido ao bloqueio das paredes de domínio devido às ilhas de austenita.

A amostra #10 apresentou um aumento da coercividade em todas as direções, possivelmente foi devido à precipitação da fase sigma e outras fases que servem de bloqueio para as paredes de domínio. As amostras tratadas termicamente quase não apresentaram alteração da coercividade com a direção de magnetização.

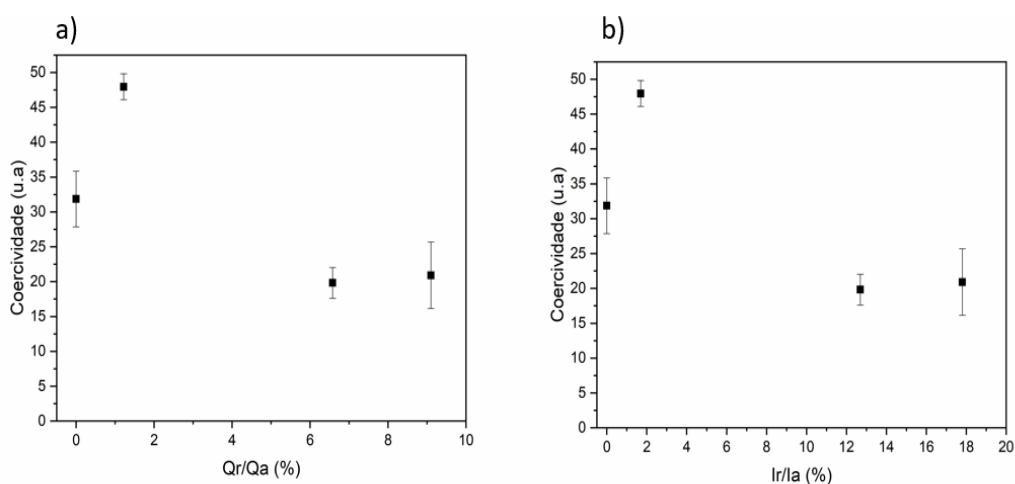
Além disso, a coercividade obtida na direção de laminação foi colocada em função da fração volumétrica e do grau de sensitização, conforme apresentado nas figuras 53 e 54, para se observar o seu comportamento.

Figura 53 – Coercividade em função da fração volumétrica de ferrita.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 54 – Coercividade em função do Gs. a) Qr/Qa b) Ir/Ia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

É notável na figura 53 que com a queda do percentual de ferrita ocorre um aumento da coercividade em 47,5 %. De acordo com J.N. Mohapatra et al. (2011) este comportamento acontece devido à precipitação de fases ricas em cromo que bloqueiam o movimento das paredes do domínio gerando um aumento da coercividade. D.D.S. Silva et al. (2020) relata que a precipitação de fase sigma dificulta o movimento das paredes de domínio, o que causa aumento da coercividade.

Para percentuais volumétricos de ferrita menor a coercividade diminuiu cerca de 34%, quando comparado com a amostra de maior percentual de ferrita, uma possível

explicação para isso é que como a quantidade de ferrita é muito baixa o material se torna basicamente paramagnético o que diminui a coercividade do material.

Na figura 54 é possível notar que com um leve aumento do grau de sensitização a coercividade sofre um aumento, isso pode ser explicado pela precipitação de fases que provoca o bloqueio dos domínios aumentando a coercividade e deixando o material levemente sensitizado. Já para maiores graus de sensitização, a coercividade diminuiu pois o material se torna basicamente paramagnético devido ao grande volume de fases deletérias.

5. CONCLUSÃO

O RMS, *Peak*, *Peak Position*, Remanência e a Coercividade foram sensíveis à mudança da direção de magnetização.

A fração volumétrica de ferrita apresentou forte correlação exponencial com o RMS, *Peak*, *B_s* e a Remanência, portanto, essas análises mostraram-se promissoras no estudo da degradação do material.

A mudança da histerese foi capaz de mostrar as alterações das propriedades magnéticas do material devido ao tratamento térmico.

Os resultados do DL-EPR feito nas amostras tratadas a 800°C foram ao encontro com o descrito pela literatura. O Grau de Sensitização mostrou uma forte correlação linear com o *Peak Position*, dessa forma, esse parâmetro se mostrou promissor na análise da degradação do material.

Apesar de não ter apresentado uma correlação plausível entre o GS e os parâmetros de RMS, *Peak*, *B_s* e a Remanência, pode-se observar que uma leve mudança no grau de sensitização gerou um decréscimo abrupto nos valores desses parâmetros.

A técnica de Barkhausen e os parâmetros magnéticos obtidos pelo *Rollscan 350 Barkhausen Noise Analyser* mostraram-se promissores nas análises da microestrutura e da corrosão localizada do aço inoxidável duplex UNS 31803 tratado termicamente a 800°C.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Fazer tratamento térmico no aço inoxidável duplex para ter percentuais volumétricos de ferrita entre 40 a 20 % e verificar os parâmetros magnéticos; observar o comportamento das curvas, além de mensurar o grau de sensitização.
- Fazer medidas de tensão residual utilizando a técnica furo cego nas amostras tratadas termicamente e correlacionar os valores obtidos pelo ensaio de Barkhausen com a tensão residual.
- Introduzir diferentes tensões no aço inoxidável duplex, verificar o comportamento do Ruído Magnético de Barkhausen, quantificar a tensão residual com a técnica furo cego e correlacionar os valores.
- Realizar medições do RMB em materiais soldados e observar a variação do sinal, verificar os parâmetros magnéticos em função da distância do cordão de solda, obter o desbalanço de fase, tensão residual e o grau de sensitização.

REFERÊNCIAS

- ACCIARI, Heloísa A.; GUASTALDI, Antonio C.; BRETT, Christopher M.A. On the development of the electrochemical potentiokinetic method. **Electrochimica Acta**, [s. l.], vol. 46, no. 24–25, p. 3867–3877, 2001. Available at: [https://doi.org/10.1016/S0013-4686\(01\)00674-0](https://doi.org/10.1016/S0013-4686(01)00674-0)
- ADHE, K. N. *et al.* Influence of sigma-phase formation on the localized corrosion behavior of a duplex stainless steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, [s. l.], vol. 5, no. 4, p. 500–506, 1996. Available at: <https://doi.org/10.1007/BF02648847>
- ALVAREZ-ARMAS, I.; DEGALLAIXMOREUIL, S. **Duplex stainless steels**. 1st edition. [S. l.]: Wiley-ISTE, 2009.
- ARKAN, Mehmet Emin; ARKAN, Rafet; DORUK, Mustafa. Determination of susceptibility to intergranular corrosion of UNS 31803 type duplex stainless steel by electrochemical reactivation method: A comparative study. **International Journal of Corrosion**, [s. l.], vol. 2012, no. 1, 2012. Available at: <https://doi.org/10.1155/2012/478508>
- B.D. CULLITY, C.D. Graham. **Introduction to Magnetic Materials**. [S. l.]: Wiley-IEEE Press, 2008.
- BEHNKEN, H.; HAUKE, V. Micro-residual stresses caused by deformation, heat, or their combination during friction welding. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], vol. 289, no. 1–2, p. 60–69, 2000. Available at: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00923-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00923-0)
- BENITEZ, JOSÉ ALBERTO PÉREZ HALLEN LÓPEZ, JOSÉ MANUEL HERNANDEZ, JOSÉ HIRAM ESPINA MANH, Tu Le Ma. **Barkhausen noise for non-destructive testing and materials characterization in low carbon steels**. India: Matthew Deans, 2020. vol. 4E-book.
- C.HAL, V, Stefe R. On the Development of the Eletrochemical Potentiokinetic Method. **Electrochimica Acta**, [s. l.], vol. 46, 2001.
- C.HAL, V. Potentiodynamic Methods of Following up Intercristaline Corrosion. **Materials Chemistry**, [s. l.], 1977.
- ČÍHAL, V. *et al.* WITHDRAWN: Applications of electrochemical polarization reactivation method: EPR test. **Journal of Nuclear Materials**, [s. l.], 2007. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.09.013>

- CK-12. **Magnet**. [S. l.], 2014. Available at: <https://www.ck12.org/user:zgf2awroyxj0mtawqgdtywlsImnqbq../book/mr.-harts-high-school-physics/section/19.1/>.
- COBB, Harold M. **The history of stainless steel**. [S. l.: s. n.], 2011. ISSN 0009-4978.vol. 48 Available at: <https://doi.org/10.5860/choice.48-3837>
- CULLITY, B.D. **Introduction to magnetic materials**. [S. l.]: Addison-Wesley Publishing Company, 1972.
- D.C. JILES. Czechoslovak journal of physics. **Energy**, [s. l.], vol. 48, no. 5, p. 517–522, 1998.
- DAVISON, R. M.; REDMOND, J. D. A guide to using duplex stainless steels. **Materials and Design**, [s. l.], vol. 12, no. 4, p. 187–192, 1991. Available at: [https://doi.org/10.1016/0261-3069\(91\)90162-W](https://doi.org/10.1016/0261-3069(91)90162-W)
- DEVINE, T. M. Kinetics of sensitization and de-sensitization of duplex 308 stainless steel. **Acta Metallurgica**, [s. l.], vol. 36, no. 6, p. 1491–1501, 1988. Available at: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90216-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90216-7)
- DOS SANTOS, Daniella Caluscio; MAGNABOSCO, Rodrigo. Kinetic Study to Predict Sigma Phase Formation in Duplex Stainless Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, [s. l.], vol. 47, no. 4, p. 1554–1565, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1007/s11661-016-3323-z>
- DURET-THUAL, C.; BONIS, M.; CROLET, J. L. Application of the EPR method to duplex stainless steels Anwendung der EPR-Methode für nichtrostende Duplexstähle. **Werkstoffe und Korrosion**, [s. l.], vol. 52, no. 1, p. 37–44, 2001.
- ESCRIBA, D. M., MATERNA-MORRIS, E., PLAUT, R. L., & PADILHA, A. F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel, v. 60, n. 11, p. 1214-1219, 2009. **Materials Characterization**, [s. l.], vol. 60, p. 1214–1219, 2009.
- GELLINGS, P. J.; DE JONGH, M. A. Grain boundary oxidation and the chromium-depletion theory of intercrystalline corrosion of austenitic stainless steels. **Corrosion Science**, [s. l.], vol. 7, no. 7, 1967. Available at: [https://doi.org/10.1016/s0010-938x\(67\)80054-4](https://doi.org/10.1016/s0010-938x(67)80054-4)
- GINSZTLER, J. *et al.* Magnetic investigations of stainless steels. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, [s. l.], vol. 61, no. 2–3, p. 471–478, 1995. Available at: [https://doi.org/10.1016/0308-0161\(94\)00122-Y](https://doi.org/10.1016/0308-0161(94)00122-Y)
- GONG, Jia *et al.* Evaluation of intergranular corrosion susceptibility of UNS S31803 duplex stainless steel with an optimized double loop electrochemical potentiokinetic

reactivation method. **Electrochimica Acta**, [s. l.], vol. 55, no. 18, p. 5077–5083, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2010.03.086>

GUNN, Robert N. **Duplex Stainless Steels Microstructure, Properties and Applications**. [S. l.]: Woodhead Publishing, 1997. Available at: <https://doi.org/https://doi.org/10.1533/9781845698775.1>

HARJO, Stefanus *et al.* Residual thermal phase stresses in α - γ Fe-Cr-Ni alloys measured by a neutron diffraction time-of-flight method. **Materials Transactions**, [s. l.], vol. 43, no. 7, p. 1696–1702, 2002. Available at: <https://doi.org/10.2320/matertrans.43.1696>

HUALLPA, Edgar Apaza *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**, [s. l.], vol. 19, no. 5, p. 1008–1016, 2016. Available at: <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2015-0722>

IMOA. **Orientações práticas para processamento dos aços inoxidáveis Duplex**. [S. l.: s. n.], 2012. ISSN 0277786X. *E-book*.

INTERNATIONAL, ASM. **Metallography and microstructures**. Ohio: ASM International, 2004.

JILES, D. C. Review of magnetic methods for nondestructive evaluation. **NDT International**, [s. l.], vol. 21, no. 5, p. 311–319, 1988. Available at: [https://doi.org/10.1016/0308-9126\(88\)90189-7](https://doi.org/10.1016/0308-9126(88)90189-7)

KARLSSON. L. Aços Inoxidáveis Passado, Presente e Futuro. *Revista Solução*. **Revista Solução**, Contagem, p. 45, 2005.

KELLY, Robert G. *et al.* **Electrochemical Techniques in Corrosion Science and Engineering**. [S. l.: s. n.], 2002. Available at: <https://doi.org/10.1201/9780203909133>

KWUN, H. Investigation of the dependence of Barkhausen noise on stress and the angle between the stress and magnetization directions. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [s. l.], vol. 49, no. 3, p. 235–240, 1985. Available at: [https://doi.org/10.1016/0304-8853\(85\)90153-2](https://doi.org/10.1016/0304-8853(85)90153-2)

LINDGREN, M.; LEPISTÖ, T. Relation between residual stress and Barkhausen noise in a duplex steel. **NDT and E International**, [s. l.], vol. 36, no. 5, p. 279–288, 2003. Available at: [https://doi.org/10.1016/S0963-8695\(03\)00002-1](https://doi.org/10.1016/S0963-8695(03)00002-1)

LINDGREN, M.; SANTA-AHO, S.; VIPPOLA, M. Barkhausen noise response of three different welded duplex stainless steels. **Insight: Non-Destructive Testing and Condition Monitoring**, [s. l.], vol. 58, no. 9, p. 480–486, 2016. Available at:

<https://doi.org/10.1784/insi.2016.58.9.480>

LIPPOLD, JOHN C.; KOTECKI, Damian J. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels**. [S. l.]: Wiley-VCH, 2005.

MAGNABOSCO, Rodrigo. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. **Materials Research**, [s. l.], vol. 12, no. 3, p. 321–327, 2009. Available at: <https://doi.org/10.1590/S1516-14392009000300012>

MICHALSKA, M. . S. J. . Qualitative and quantitative analysis of sigma and chi phases in 2205 duplex stainless steel. **Materials Characterization**, [s. l.], vol. 56, p. 355–362, 2006.

MITRA, A. *et al.* Influence of microstructure on micromagnetic barkhausen emissions in AISI 4140 steel. **IEEE Transactions on Magnetics**, [s. l.], vol. 31, no. 6, p. 4053–4055, 1995. Available at: <https://doi.org/10.1109/20.489859>

MOHAPATRA, J. N. *et al.* Evaluation of embrittlement in isochronal aged Fe-Cr alloys by magnetic hysteresis loop technique. **Journal of Magnetics**, [s. l.], vol. 16, no. 2, p. 173–176, 2011. Available at: <https://doi.org/10.4283/JMAG.2011.16.2.173>

MOHAPATRA, J. N. *et al.* Magnetic hysteresis loop technique as a tool for the evaluation of σ phase embrittlement in Fe-Cr alloys. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [s. l.], vol. 327, p. 71–75, 2013. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2012.09.030>

MOORTHY, V. *et al.* Evaluation of microstructures in 2.25Cr-1Mo and 9Cr-1Mo steel weldments using magnetic Barkhausen noise. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], vol. A231, no. 1–2, p. 98–104, 1997. Available at: [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(97\)00040-3](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(97)00040-3)

MOORTHY, V. *et al.* On the influence of tempered microstructures on magnetic barkhausen emission in ferritic steels. **Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties**, [s. l.], vol. 77, no. 6, p. 1499–1514, 1998. Available at: <https://doi.org/10.1080/01418619808214266>

MOORTHY, V.; SHAW, B. A.; EVANS, J. T. Evaluation of tempering induced changes in the hardness profile of case-carburised EN36 steel using magnetic Barkhausen noise analysis. **NDT and E International**, [s. l.], vol. 36, no. 1, p. 43–49, 2003. Available at: [https://doi.org/10.1016/S0963-8695\(02\)00070-1](https://doi.org/10.1016/S0963-8695(02)00070-1)

NORMANDO, Paulo G. *et al.* Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], vol. 527, no. 12, p. 2886–2891, 2010.

Available at: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.017>

PADILHA, ANGELO FERNANDO, PLAUT, RONALD LESLEY, RIOS, Paulo Rangel. Stainless steel heat treatment: metalurgy and technologies. *In: STEEL HEAT TREATMENT HANDBOOK*. Taylor & Francis: Boca Raton, FL., 2007.

PARDAL, J. M. **Efeito dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, magnéticas e na resistência a corrosão de aços inoxidáveis**. Niterói: UFF, 2009.

PAXTON, H. W.; AUSTIN, J. B. Historical Account of the Contributions of E. C. Bain. **Metall Trans**, [s. l.], vol. 3, no. 5, p. 1035–1042, 1972. Available at: <https://doi.org/10.1007/BF02642435>

RAVINDRANATH, K.; MALHOTRA, S. N. The influence of aging on the intergranular corrosion of 22 chromium-5 nickel duplex stainless steel. **Corrosion Science**, [s. l.], vol. 37, no. 1, 1995. Available at: [https://doi.org/10.1016/0010-938X\(94\)00120-U](https://doi.org/10.1016/0010-938X(94)00120-U)

S. TIITTO. On the influence of microstructure and Barkhausen transitions in steel. **Acta Polytechnica Scandinavica**, [s. l.], p. 119, 1977.

SANTA-AHO, Suvi. **Barkhausen Noise Method for Hardened Steel Surface Characterization-The Effect of Heat Treatments, Thermal Damages and Stresses**. [S. l.: s. n.], 2012. *E-book*.

SATHIRACHINDA, Namurata; PETTERSSON, Rachel; PAN, Jinshan. Depletion effects at phase boundaries in 2205 duplex stainless steel characterized with SKPFM and TEM/EDS. **Corrosion Science**, [s. l.], vol. 51, no. 8, p. 1850–1860, 2009. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.05.012>

SHEK, C. H.; WONG, K. W.; LAI, J. K. L. Review of temperature indicators and the use of duplex stainless steels for life assessment. **Materials Science and Engineering A**, [s. l.], vol. 19, no. 153–200, 1997.

SILVA, David D.S. *et al.* Low-field magnetic analysis for sigma phase embrittlement monitoring in thermally aged 22Cr duplex stainless steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [s. l.], vol. 513, no. March, p. 167072, 2020. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167072>

SORSA, A. **Prediction of material properties based on non-destructive Barkhausen noise measurement**. [S. l.: s. n.], 2013. *E-book*.

STEPHAN WOLYNEC. P edusp. [s. l.], 2003.

STRESSTECH. **Stresstech Bulletin 1: Barkhausen Noise Analysis**. [S. l.], [s. d.]. Available at: <https://www.stresstech.com/stresstech-bulletin-1-barkhausen-noise-analysis/>.

TAVARES, S. S.M. *et al.* Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [s. l.], vol. 322, no. 17, p. L29–L33, 2010. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2010.02.055>

TSAI, Wen Ta; CHEN, Jhen Rong. Galvanic corrosion between the constituent phases in duplex stainless steel. **Corrosion Science**, [s. l.], vol. 49, no. 9, p. 3659–3668, 2007. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2007.03.035>

VERHOEVEN, John D. Metallurgy of steel for bladesmiths & others who heat treat and forge steel. **Iowa State University**, [s. l.], no. March, p. 66–68, 2005.

WILLIAN D. CALLISTER JR., David G. Rethwisch. **Ciencia e Engenharia dos Materiais - Uma Introdução**. 8. ed. [S. l.]: LTC, 2012.

WILSON, F. G. Mechanism of intergranular corrosion of austenitic stainless steels - literature review. **British Corrosion Journal**, [s. l.], vol. 6, no. 3, p. 1–9, 1971. Available at: <https://doi.org/10.1179/000705971798323874>

YOO, Y.-H. *et al.* Effects of Ce, La and Ba addition on the electrochemical behavior of super duplex stainless steels. **Corrosion Science**, [s. l.], vol. 52, p. 1123–1129, 2010.