



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

KLEYTON JÂNIO CAMELO

USO DAS TÉCNICAS DE HISTERESE MAGNÉTICA E RUÍDO MAGNÉTICO DE
BARKHAUSEN PARA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇOS
FERRÍTICOS E SUPERFERRÍTICOS SUBMETIDOS A DEGRADAÇÃO TÉRMICA

FORTALEZA

2018

KLEYTON JÂNIO CAMELO

USO DAS TÉCNICAS DE HISTERESE MAGNÉTICA E RUÍDO MAGNÉTICO DE
BARKHAUSEN PARA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇOS
FERRÍTICOS E SUPERFERRÍTICOS SUBMETIDOS A DEGRADAÇÃO TÉRMICA

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais do Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de Concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais

Orientador: Prof. Dr. Igor Frota de Vasconcelos

FORTALEZA

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

C189u Camelo, Kleyton.

Uso das Técnicas de Histerese Magnética e Ruído Magnético de Barkhausen para Caracterização Microestrutural de Aços Ferríticos e Superferríticos Submetidos a Degradação Térmica / Kleyton Camelo. – 2019.

125 f. : il. color.

Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2019.

Orientação: Prof. Dr. Igor Frota de Vasconcelos.

1. Propriedades magnéticas, Ruído magnético de Barkhausen, Microestrutura, Precipitados. I. Título.

CDD 620.11

KLEYTON JÂNIO CAMELO

USO DAS TÉCNICAS DE HISTERESE MAGNÉTICA E RUÍDO MAGNÉTICO DE
BARKHAUSEN PARA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇOS
FERRÍTICOS E SUPERFERRÍTICOS SUBMETIDOS A DEGRADAÇÃO TÉRMICA

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais do Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de Concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais

Aprovada em: 29/10/2018

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Igor Frota de Vasconcelos (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Elineudo Pinho de Moura
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Manoel Ribeiro da Silva
Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI)

Prof. Dr. Freddy Armando Franco Grijalba
Universidade de Campinas (UNICAMP)

Dedico essa tese a minha esposa Suyanne Gisele de Oliveira Pontes e a meu filho Kauê Pontes Camelo.

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida

À minha esposa Suyanne Gisele de Oliveira Pontes pelo companheirismo, incentivo e paciência.

Ao meu filho, por ser a principal motivação na luta por uma nova conquista acadêmica.

À minha família e parentes que me apoiaram nessa jornada.

Ao meu orientador, Prof. Igor Frota de Vasconcelos, por suas orientações, paciência e apoio em vários momentos difíceis nessa jornada.

Ao Prof. Elineudo Pinho de Moura por ter disponibilizado o laboratório para os experimentos de correntes parasitas e pela disponibilidade e atenção, principalmente no que se refere à transmissão de conhecimento envolvendo diversos assuntos que tratam esse trabalho.

Ao Prof. Manoel Ribeiro da Silva da UNIFEI, por sua parceria e colaboração para o desenvolvimento desse trabalho, disponibilizando o magnetômetro por amostra vibrante para a realização das medidas magnéticas.

Ao Prof. Freddy Armando Franco Grijalba da UNICAMP, por sua parceria e colaboração imprescindíveis para a realização desse trabalho, disponibilizando o equipamento para a realização das medidas de RMB.

Ao Prof. Cleiton Carvalho da Silva, pela importante e grandiosa colaboração para o desenvolvimento deste trabalho, principalmente no que diz respeito às informações envolvendo análise microestrutural.

Aos amigos Daniel de Castro Girão e Luis Paulo pelo apoio diversas etapas das atividades experimentais realizadas.

Aos colegas do Laboratório de Materiais Avançados pela amizade e apoio em diversos momentos.

Aos colegas do Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM), em especial ao colega Tiago pelo profissionalismo durante a operação do microscópio eletrônica de varredura.

Ao meu amigo e padrinho do meu filho André Araújo do Nascimento pelo incentivo e apoio.

À Central Analítica pela colaboração e disponibilização dos equipamentos de microscopia (Central Analítica-UFC/CT-INFRA/MCTI-SISNANO/Pró-Equipamentos CAPES).

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

A todos que colaboraram de maneira direta ou indireta para o desenvolvimento desse trabalho.

RESUMO

Nesse trabalho foram realizadas medidas magnéticas fazendo-se uso da técnica de magnetometria por amostra vibrante (MAV), medidas de ruído magnético de Barkhausen (RMB) e ensaios de correntes parasitas. Foram utilizadas amostras de aços inoxidáveis ferrítico (Fe-12Cr-5,5Mo) e superferrítico (Fe-25Cr-5,9Mo-5,6Ni). As amostras foram submetidas a tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento. Técnicas convencionais de caracterização microestrutural como microscopias ótica e eletrônica de varredura e difração de raios-X foram usadas. Carbonetos do tipo $M(\text{CrMo})_{23}\text{C}_6$ foram visualizados na microestrutura do aço inoxidável superferrítico. Também foram encontradas evidências da presença das fases α' e austenita de Widmanstätten, sendo também provável a formação de fases χ e σ . Quanto ao comportamento magnético, os dois materiais possuem baixa coercividade sendo classificados como ferromagnéticos moles. Os resultados mostraram uma tendência no aumento da dureza magnética do material em função do processo de precipitação de fases secundárias na matriz. Os tratamentos térmicos realizados a 600 °C foram os que causaram maiores variações no campo coercivo nas amostras de aço superferrítico. Para o aço ferrítico, essas variações se mostraram mais intensas nas amostras tratadas a 650 °C. Essa evidência está associada à intensificação do processo de ancoragem das paredes de domínio em consequência da precipitação de fases secundárias, principalmente, precipitação de fase χ no aço superferrítico. A magnetização remanente e a magnetização de saturação também sofreram alterações devido aos tratamentos térmicos de envelhecimento, com aumento da primeira e uma tendência de redução na segunda. O RMB se mostrou sensível às alterações na microestrutura ocasionadas pelos tratamentos térmicos. Observou-se que a intensidade do sinal diminui com o aumento do tempo de tratamento térmico. Esse comportamento é consequência direta do processo de precipitação de fases. Os resultados de correntes parasitas registraram que as amostras de superferrítico tratadas a 500 °C sofreram alterações significativas nas regiões em que foram medidas indicando possíveis alterações na microestrutura, o que acarretou em variações nas medidas de impedância. Os resultados mostraram que a precipitação de fases nos aços podem ser associadas a alterações nas propriedades magnéticas desses materiais. No entanto, deve-se considerar que a complexidade da microestrutura torna difícil estabelecer um critério individual que possa causar a alteração de um parâmetro específico associado ao processo de magnetização. O efeito coletivo do processo de ancoragem das paredes de domínio deve ser levado em consideração.

Palavras-chave: Propriedades magnéticas. Ruído magnético de Barkhausen. Microestrutura. Precipitados. Superferrítico.

ABSTRACT

In this work, magnetic measurements were carried out using vibrating sample magnetometry (VSM), Barkhausen magnetic noise measurements (BMN) and tests of eddy currents. Samples of ferritic (Fe-12Cr-5.5Mo) and superferritic (Fe-25Cr-5.9Mo-5.6Ni) stainless steels were used. The samples were submitted to thermal treatments of solubilization and aging. Conventional techniques of microstructural characterization like optical and scanning electron microscopy and X-ray diffraction. Carbides of the type $M(\text{CrMo})_{23}\text{C}_6$ were visualized in the microstructure of the superferritic stainless steel. Evidences of the presence of α' and Widmanstätten austenite were also found. The formation of χ and σ phases are likely as well. As for the magnetic behavior, the two materials have low coercivity being classified as soft ferromagnetic. The results showed a tendency in increasing the magnetic hardness as a function of the precipitation process of secondary phases in the matrix. Thermal treatments performed at 600 °C caused greater variations in the coercive field of the superferritic steel samples. For the ferritic steel, these variations were more intense in samples treated at 650 °C. This evidence is associated with the intensification of the anchoring process of the domain walls as a consequence of the precipitation of secondary phases, mostly σ phase in the superferritic steel. The remanent magnetization and the saturation magnetization also underwent changes due to the thermal treatments of aging, with increase of the first one and a tendency of reduction in the second one. The BMN was sensitive to changes in microstructure caused by thermal treatments. It was observed that the signal intensity decreases with increasing heat treatment time. This behavior is a direct consequence of the phase precipitation process. Eddy current results showed that the superferritic samples treated at 500 °C were significantly altered indicating possible changes in the microstructure, which resulted in variations in the impedance measurements. The results showed that phase precipitation in steels may be associated with changes in the magnetic properties of these materials. However, it must be considered that the complexity of the microstructure makes it difficult to establish an individual criterion that may cause the change of a specific parameter associated with the magnetization process. The collective effect of the anchoring process of domain walls should be taken into account.

Keywords: Magnetic properties. Barkhausen magnetic noise. Microstructure. Precipitates. Superferritic.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição dos aços utilizados	39
Tabela 2 – Medidas de calibração para o ensaio de correntes parasitas	47
Tabela 3 – Medidas magnéticas das amostras de aço superferrítico envelhecidas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.	53
Tabela 4 – Valores <i>rms</i> dos sinais de RMB das amostras de aço superferrítico.	59
Tabela 5 – Medidas magnéticas das amostras de aço ferrítico envelhecidas a 400 °C, 475 °C e 650 °C	89

LISTA DE SÍMBOLOS

σ	Fase sigma
χ	Fase chi
μ	Fase mu
α	Ferrita ccc
γ	Austenita cfc
H	Hamiltoniano
J_{tr}	Constante de troca (ou constante de Heisenberg)
S	spin
\mathbf{M}	Magnetização
\mathbf{m}	Momento magnético
\mathbf{H}	Campo magnético
M_s	Magnetização de saturação
H_s	Campo de saturação
M_r	Magnetização remanente
H_c	Campo coercivo
χ_m	Suscetibilidade magnética
μ_m	Permeabilidade magnética
T	Temperatura absoluta
T_c	Temperatura crítica (temperatura de Curie)
E	Energia
E_{anc}	Energia dissipada no processo de ancoragem das paredes de domínio
k	Constante relacionada à densidade de sítios de ancoragem
ε	Tensão elétrica induzida (fem)
B	Densidade de fluxo magnético
V	Tensão elétrica
G	Gradiômetro

f	Frequência
δ	Profundidade de penetração de campo
μ_0	Permeabilidade magnética do vácuo
μ_r	Permeabilidade magnética do material (permeabilidade relativa)
Z_0	Impedância
I_0	Corrente elétrica
j	Imagnário (puro) complexo ($\sqrt{-1}$)
R_0	Resistência elétrica
L_0	Indutância
X_0	Reatância
λ	Comprimento de onda
d_{hkl}	distância interplanar atômica
V_{rms}	Valor quadrático médio da tensão
d_{med}	Diâmetro médio (diâmetro de Feret)

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	13
1.1	Introdução	13
1.2	Objetivos	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1	Aços inoxidáveis ferríticos e superferríticos	16
2.2	Tratamentos térmicos e fases intermetálicas	16
2.2.1	<i>Fase sigma</i>	17
2.2.2	<i>Fase chi</i>	18
2.2.3	<i>Fase Laves</i>	19
2.2.4	<i>Carbonetos $M_{23}C_6$</i>	20
2.3	Magnetismo dos materiais	21
2.3.1	<i>Ferromagnetismo e paramagnetismo</i>	21
2.3.2	<i>Magnetização e histerese magnética</i>	22
2.3.3	<i>Histerese magnética e domínios magnéticos</i>	25
2.3.4	<i>Ruído magnético de Barkhausen</i>	28
2.4	Influência da microestrutura nas propriedades magnéticas	30
3	TÉCNICAS MAGNÉTICAS	34
3.1	Magnetometria por amostra vibrante	34
3.2	Ruído magnético de Barkhausen	35
3.3	Correntes parasitas	37
4	MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1	Materiais	39
4.1.1	<i>Diagramas de fases</i>	39
4.1.2	<i>Tratamentos térmicos</i>	42
4.2	Medidas magnéticas	43
4.2.1	<i>Magnetometria por amostra vibrante</i>	43
4.2.2	<i>Ensaio baseado no ruído magnético de Barkhausen</i>	43
4.2.3	<i>Correntes parasitas</i>	45
4.3	Microscopia	47
4.3.1	<i>Preparação metalográfica</i>	47

4.3.2	<i>Microscopia ótica</i>	47
4.3.3	<i>Microscopia eletrônica de varredura</i>	51
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	52
5.1	Aço superferrítico	52
5.1.1	Medidas magnéticas	52
5.1.1.1	<i>Medidas de MAV</i>	52
5.1.1.2	<i>Medidas de RMB</i>	59
5.1.1.3	<i>Medidas de correntes parasitas</i>	63
5.1.2	Análise microestrutural	67
5.1.2.1	<i>Difração de raios-X</i>	67
5.1.2.2	<i>Análise da distribuição de austenita</i>	69
5.1.2.3	<i>Microdureza</i>	71
5.1.2.4	<i>Microscopia eletrônica de varredura</i>	72
5.2	Aço ferrítico	88
5.2.1	Medidas de MAV	88
5.2.2	Análise microestrutural	91
5.2.2.1	<i>Difração de raios-X</i>	91
5.2.2.2	<i>Microscopia eletrônica de varredura</i>	92
6	CONSIDERAÇÕES FINAIS	96
7	CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS	99
7.1	Conclusões	99
7.2	Sugestões para Trabalhos Futuros	99
	REFERÊNCIAS	101
	APÊNDICES	108
	APÊNDICE A – Medidas de RMB	108
	APÊNDICE B – Histogramas	114

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1 Introdução

Uma das formas de analisar a influência das fases secundárias nas propriedades dos aços é através de análises na microestrutura do material. A microestrutura desempenha um papel importante nas propriedades físicas dos materiais. Com isso, o uso das diversas técnicas de caracterização microestrutural são extremamente importantes para o estudo do comportamento dos aços quando submetidos a ambientes que favorecem o processo de degradação. Dentre as técnicas convencionais de caracterização microestrutural mais utilizadas estão a difração de raios-X, microscopias óptica e microscopia eletrônica.

Medidas magnéticas têm sido frequentemente usadas para caracterização indireta de materiais metálicos que apresentam propriedades ferromagnéticas. A partir de dados experimentais associados ao processo de magnetização é possível obter informações que estejam relacionadas às condições microestruturais (1, 2).

Os mecanismos associados às alterações microestruturais dos aços refletem no comportamento magnético dos mesmos (3). Diversos estudos têm sido desenvolvidos visando a análise microestrutural a partir de técnicas associadas ao processo de magnetização. Além disso, é possível verificar estados de tensões e deformações levando-se em conta as propriedades magnéticas dos materiais (4, 5).

O estudo da microestrutura dos aços inoxidáveis a partir das propriedades magnéticas leva em consideração a análise de parâmetros associados à histerese magnética, dentre eles: o campo coercivo, a magnetização remanente, a susceptibilidade magnética, magnetização de saturação e o ruído magnético de Barkhausen (6). Para isso, é necessário que o material apresente comportamento similar ao dos materiais ferromagnéticos quando na presença de um campo magnético externo. É o caso dos aços com matriz ferrítica. Nessa categoria estão os aços inoxidáveis ferríticos, superferríticos e duplex.

Aços ferríticos e superferríticos são amplamente utilizados na indústria petroquímica. São usados na fabricação de tubos de troca de calor, tubulações para transporte e refino de petróleo, além de outros componentes (7, 8). Devido a excelente combinação de características como resistência à corrosão (especialmente corrosão por *pitting*), eles são empregados na fabricação de exaustores e trocadores de calor (9). Quando em serviço, esses aços estão constantemente submetidos a diversos processos de degradação. Isso ocorre, em geral, quando

esses materiais estão expostos a ambientes com elevadas temperaturas ou submetidos a esforços mecânicos (8, 10). Alguns fatores que influenciam no processo de degradação dos aços com matriz ferrítica estão associados à formação de fases secundárias. Em geral, essas fases são classificadas em seis principais categorias: martensita, fases intermetálicas, carbonetos, nitretos, boretos e fosforetos (11, 12).

Na categoria de fases intermetálicas estão as fases α' , sigma (σ), chi (χ) e mu (μ), além da fase de Laves. Em geral, consideradas como deletérias ao material, essas fases exercem profundas influências em suas propriedades mecânicas, por exemplo, na resistência mecânica do material, principalmente na resistência à fluência e à tenacidade (13, 14, 10).

O surgimento de fases secundárias nos aços ou em ligas metálicas podem ocorrer de diversas formas, por exemplo, a partir de tratamentos térmicos, de processos que envolvam deformações mecânicas ou da aplicação de campos magnéticos elevados (15, 16).

Aços ferríticos e superferríticos possuem uma matriz cuja estrutura cristalina apresenta simetria cúbica de corpo centrado (ccc). Esses aços possuem propriedades magnéticas que os classificam como materiais ferromagnéticos, ou seja, na presença de campos magnéticos externos eles tornam-se magnetizados. Esse mecanismo oferece a possibilidade de se coletar dados referentes ao processo de magnetização e, paralelo a isso, obter informações relacionadas a condições microestruturais do material (17, 2). Essa possibilidade ocorre devido a elevada sensibilidade das propriedades magnéticas às alterações microestruturais (18). Além disso, é possível coletar dados associados a estados de tensões e deformações (19).

O uso da técnica de RMB (Ruído Magnético de Barkhausen) pode fornecer informações sobre alterações na microestrutura dos aços a partir da análise de sinais de tensões elétricas induzidas em uma bobina de detecção próxima a superfície do material (19).

O RMB é sensível a diversas características microestruturais como contornos de grão, presença de precipitados e discordâncias, além de outros defeitos na rede cristalina. Isso ocorre devido ao movimento descontínuo das paredes de domínios magnéticos. As discontinuidades desses movimentos geralmente são causadas por qualquer tipo de defeito que dê origem aos efeitos de ancoragem das paredes de domínio (20, 21).

Além disso, devido a elevada sensibilidade a mudanças nos estados de tensões internas e externas do material, o RMB pode ser usado como uma técnica independente, não-destrutiva, para avaliação das condições de tensões e deformações as quais o material pode estar submetido (22).

1.2 Objetivos

O objetivo principal desse trabalho é analisar as influências de elementos microestruturais nas propriedades magnéticas dos aços inoxidáveis ferríticos e superferríticos. Tem-se como objetivos específicos:

- Descrever a influência da temperatura e tempos de tratamentos térmicos nos parâmetros de histerese magnética.
- Relacionar as propriedades magnéticas dos aços inoxidáveis ferríticos e superferríticos com as características microestruturais.
- Descrever as influências dos precipitados nos parâmetros de histerese magnética (campo coercivo, magnetização remanente e magnetização de saturação).
- Quantificar a distribuição de austenita formada e verificar a influência dessa distribuição nas propriedades magnéticas, em particular, na magnetização de saturação.
- Descrever a influência da microestrutura dos aços superferríticos na intensidade do sinal de ruído magnético de Barkhausen.
- Analisar a influência das alterações microestruturais dos aços superferríticos nos resultados de impedância obtidos nos ensaios de correntes parasitas.
- Por fim, estabelecer critérios de caracterização da microestrutura a partir de dados e informações obtidos das alterações nas propriedades magnéticas dos aços.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços inoxidáveis ferríticos e superferríticos

Os aços inoxidáveis superferríticos pertencem a classe dos aços que possuem matriz ferrítica e apresentam estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (ccc). Durante os tratamentos térmicos existe a possibilidade de surgimento de austenita (cfc) na microestrutura (9). Taxas elevadas de resfriamento podem favorecer a formação de austenita de Widmanstätten (23). Em geral, o que caracteriza um aço inoxidável superferrítico é o elevado teor de cromo em sua composição, geralmente em torno de 25% a 32% (24, 7).

Os aços inoxidáveis ferríticos e superferríticos operam comumente em ambientes bastante corrosivos e em locais onde as temperaturas de operação são, em geral, elevadas. Características como excelente resistência a corrosão e a esforços mecânicos fazem com que esses aços sejam bastante empregados nas indústrias petroquímicas, por exemplo, no processo de refino, transporte e prospecção de petróleo. São também usados em trocadores de calor e sistemas de exaustão automotivos, além de outras aplicações (9, 25, 7).

2.2 Tratamentos térmicos e fases intermetálicas

Os tratamentos térmicos nos aços são realizados com objetivos diversos, dentre eles, proporcionar o processo de precipitação de fases, uma etapa que está associada ao mecanismo de aumento da dureza mecânica. Um tipo de tratamento térmico que favorece o surgimento de fases intermetálicas nos aços é o envelhecimento térmico (*thermal aging*). Entretanto, anterior ao tratamento de envelhecimento térmico, recomenda-se fazer o tratamento de solubilização (26).

O tratamento de solubilização tem como objetivos principais a dissolução das fases secundárias, redução das tensões internas e obtenção de uma estrutura relativamente homogênea composta somente da fase ferrítica (para o caso dos aços que possuem essa fase como majoritária). Esse procedimento torna possível a comparação dos dados referentes a uma estrutura monofásica, composta somente por ferrita (ccc), com a estrutura apresentando fases secundárias, além de outras alterações microestruturais. Além disso, um dos objetivos desse procedimento é condicionar o material para o tratamento térmico de envelhecimento (27).

No tratamento de envelhecimento térmico diversas fases intermetálicas e carbonetos podem ser formados na matriz. A seguir serão apresentadas algumas informações importantes

de algumas fases que precipitam comumente em aços ferríticos e superferríticos: fase sigma (σ), fase chi (χ), fase de Laves e carbonetos do tipo $M_{23}C_6$.

2.2.1 Fase sigma

Nos aços superferríticos, os altos teores de Cr e Mo favorecem o surgimento de fases intermetálicas precipitadas na matriz, principalmente, o surgimento das fases σ e χ .

A fase σ aparece em sistemas metálicos do tipo Fe-Cr, Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mo, dentre outros (11). Sua estrutura cristalográfica é a tetragonal com 32 átomos por célula unitária e sua precipitação ocorre, geralmente, entre as temperaturas de 600 °C e 1000 °C, ainda que seja possível o surgimento dessa fase em temperaturas inferiores a 600 °C (28, 29). Rica em Cr e em Mo (elementos estabilizantes da ferrita), a fase σ geralmente apresenta características como dureza e fragilidade elevadas (30).

A fase σ possui propriedades paramagnéticas e é formada a partir da difusão de elementos de liga contidos, principalmente, na α -ferrita (31, 28). O cromo é um dos principais elementos químicos que participam da formação de fase σ , favorecendo a precipitação. Em geral, verifica-se que a fase σ se forma preferencialmente nas interfaces ferrita-austenita.

Outra característica relevante diz respeito à sua morfologia. Magnabosco (32) observou em aços inoxidáveis duplex precipitação de fase σ após tratamento térmico de envelhecimento a 850 °C durante 10 min. Os precipitados apresentaram morfologia globular e distribuídas como partículas isoladas umas das outras.

Em geral, considerada como uma fase deletéria, a fase σ pode ser formada em aços inoxidáveis a partir de tratamentos térmicos ou processos de soldagem (33). A precipitação de fase σ causa redução da ductilidade e da tenacidade do aço. Em aços duplex, por exemplo, causa redução na resistência à corrosão ao remover cromo e molibdênio da austenita (11).

Villanueva *et al.* (11) observaram nucleação de fase σ nos contornos de grãos da matriz ferrítica do aço superferrítico de composição 28Cr-4Ni-2Mo. Essas nucleações se concentravam, principalmente, nos "pontos triplos" de interseção dos grãos. Após a formação, a continuidade do processo de precipitação se dava no interior do grão (precipitação intragranular). Também podem ser verificadas mudanças na morfologia das fases precipitadas à medida em que se aumenta a temperatura de precipitação (11, 29).

2.2.2 Fase χ

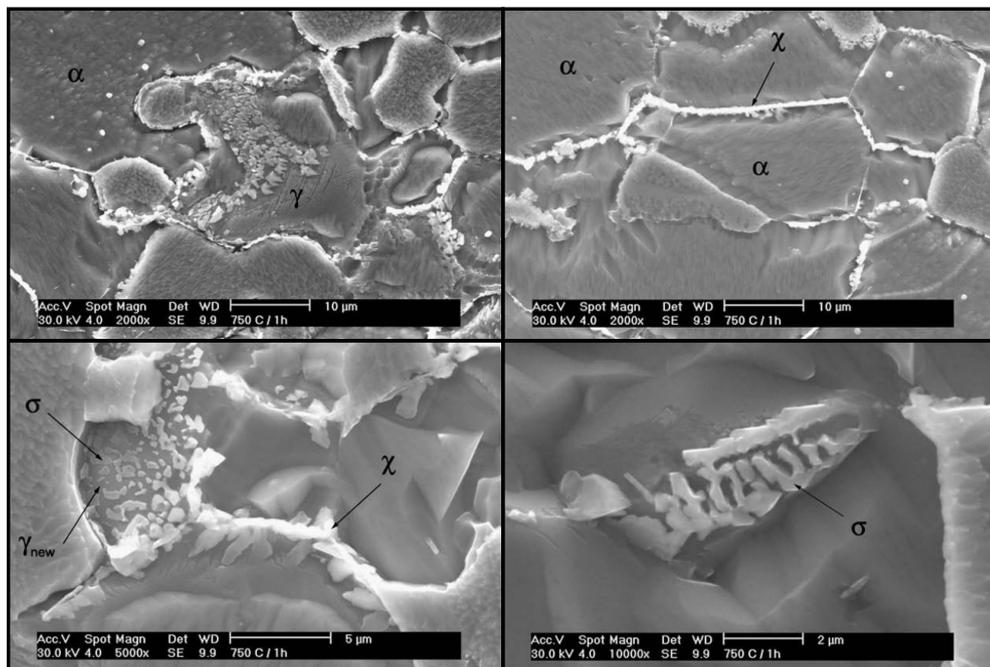
A fase χ pode ser formada em aços inoxidáveis ferríticos, austeníticos e duplex. Surge em sistemas metálicos do tipo Fe-Cr-Mo (34). A precipitação dessa fase pode acarretar em redução da resistência a corrosão e piora das propriedades mecânicas do aço (35).

A fase χ tem estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (ccc, grupo espacial I-43m) e possui em sua composição química elevado teor de Mo. Em geral, a fase χ possui mais Mo e menos Cr do que a fase σ (36, 12, 34).

De acordo com Escriba *et al.* (35) essa fase intermetálica pode ser facilmente identificada com base no contraste das imagens obtidas por elétrons retroespalhados no MEV, já que a fase χ é mais rica em molibdênio, que é um elemento mais pesado que os demais e, portanto, é a fase que aparece mais brilhante e sua composição pode ser avaliada por EDS.

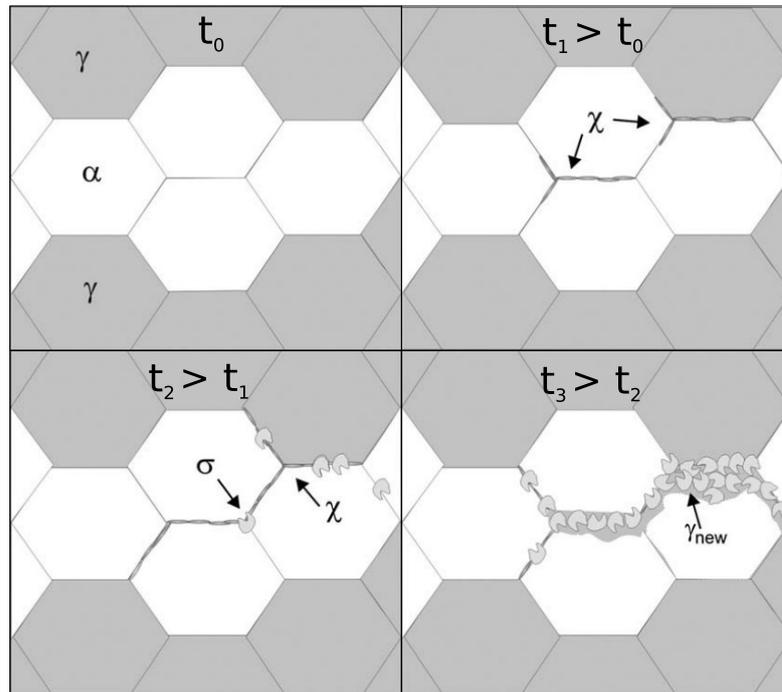
Escriba *et al.* (35) observaram a formação de fases σ e χ na interface ferrita-austenita e nos contornos de grão da ferrita em aços duplex como mostrado na figura 1. A figura 2 é uma representação esquemática que ilustra o processo de precipitação de fase χ e fase σ na interface ferrita-austenita e nos contornos de grãos da ferrita em aços inoxidáveis duplex.

Figura 1 – Micrografias de precipitados de fase σ e χ em um aço inoxidável duplex.



Fonte: Escriba *et al.* (35)

Figura 2 – Representação esquemática do processo de precipitação de fases σ e χ em aços inoxidáveis duplex.



Fonte: Escriba *et al.* (35)

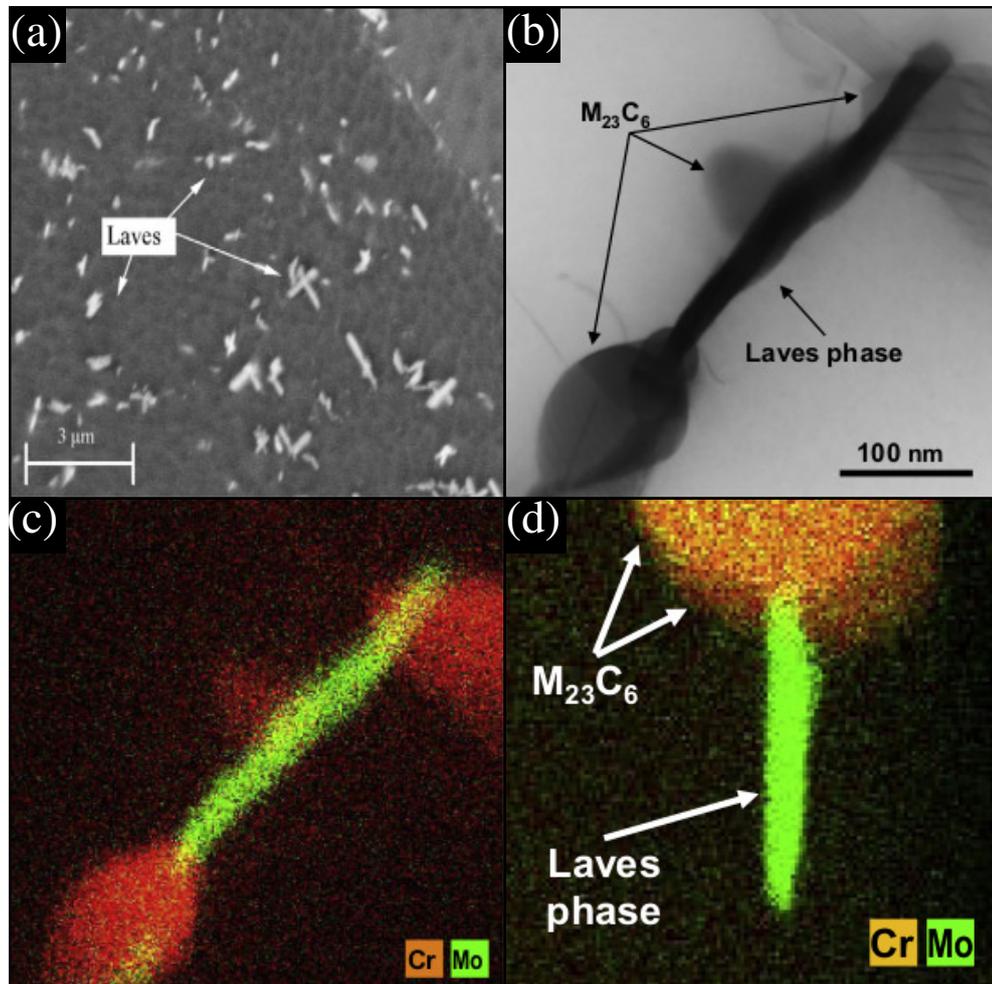
2.2.3 Fase Laves

Um dos mecanismos de nucleação da fase Laves é que sua formação se dá nas regiões adjacentes às partículas de carbonetos de tipo $M_{23}C_6$ (37). Essa fase precipita comumente em aços inoxidáveis austeníticos.

Existem basicamente três tipos de fases Laves que se formam em aços inoxidáveis, todas com estequiometria do tipo A_2B . Nessa fórmula, A é comumente Fe e B pode ser Mo, Nb ou Ti. A fase Laves apresenta estrutura cristalina $MgZn_2$. Levando-se em consideração uma grande diversidade de outras ligas metálicas, sabe-se que existem mais de sessenta tipos de fases Laves nas quais em todas um dos seus constituintes pertence à classe dos elementos de transição. As propriedades magnéticas dessas fases possuem certa complexidade, pois transitam entre fases paramagnéticas e antiferromagnéticas, dependendo da composição e distribuição dos elementos em sua estrutura (38, 36, 39).

A Figura 3 mostra imagens características e análises de composição realizada por EDS em fases Laves nucleadas em aços ferríticos-martensíticos. As imagens foram registradas por (39, 40).

Figura 3 – Fase Laves. (a) Imagem obtida por MEV; (b) Imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET); (c) e (d) mapas de composição obtidos por EDS.



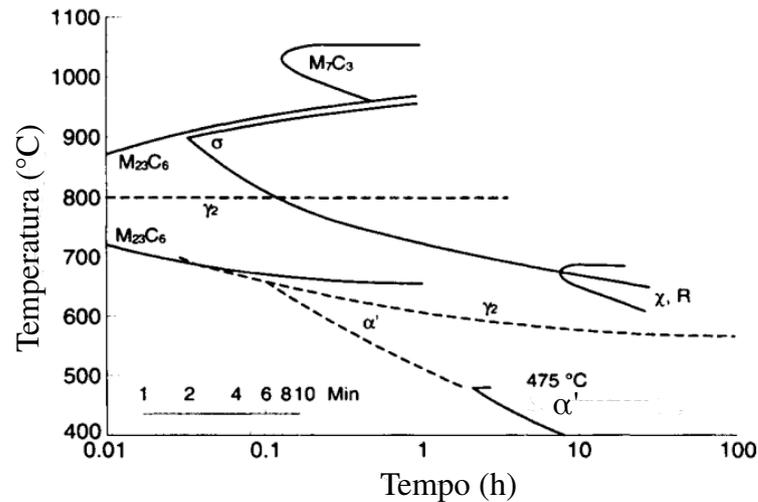
Fonte: Adaptado de Juuti *et al.* (39) e Isik *et al.* (40)

2.2.4 Carbonetos $M_{23}C_6$

Carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ precipitam comumente em aços inoxidáveis ferríticos, austeníticos e duplex quando submetidos a tratamentos térmicos de envelhecimento. Esse tipo de carboneto apresenta uma estrutura cristalina cfc (cúbica de face centrada). Na fórmula, M representa um metal que pode ser Cr, Fe, Mo ou Ni, ou uma combinação desses elementos químicos. Os parâmetros associados aos tratamentos térmicos, como temperatura e tempo de tratamento, exercem forte influência na composição dos carbonetos $M_{23}C_6$ (36, 9).

Em aços inoxidáveis duplex e superduplex com teores de carbono em torno de 0,03%, carbonetos $M_{23}C_6$ precipitam rapidamente entre as temperaturas de 650 °C e 900 °C, como pode ser visto no diagrama TTT da Figura 4 para uma liga com teor de carbono de 0,04% (41, 42).

Figura 4 – Diagrama TTT para a liga UNS S32404 (C = 0,04%).



Fonte: Gunn (41)

2.3 Magnetismo dos materiais

2.3.1 Ferromagnetismo e paramagnetismo

As propriedades magnéticas da matéria são estudadas observando-se o comportamento do material em presença de um campo magnético. De acordo com esse critério, os materiais podem ser classificados em diamagnéticos, paramagnéticos e ferromagnéticos.

Algumas das grandezas associadas ao processo de magnetização e que podem ser utilizadas para descrever as propriedades magnéticas dos materiais são a suscetibilidade magnética, a magnetização de saturação, o campo coercivo e a magnetização remanente. São utilizadas, por exemplo, para descrever características como dureza magnética e anisotropia magnética (43).

Materiais que apresentam propriedades magnéticas similares às do ferro metálico (por exemplo, níquel e cobalto), são classificados como ferromagnéticos. Esses materiais possuem a capacidade de apresentar ordem magnética espontânea e de longo alcance abaixo de uma temperatura crítica conhecida como temperatura de Curie (44, 45).

A explicação da magnetização espontânea existente nos materiais ferromagnéticos está relacionada à interação entre os momentos de dipolo magnético. Essa interação está associada a um momento intrínseco atômico e à orientação dos spins eletrônicos e é conhecida como interação de troca ou interação de Heisenberg (45):

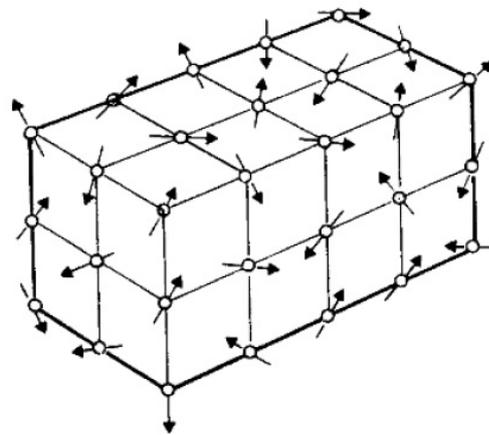
$$H = -2J_{tr} \sum_{i \neq j} \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j \quad (2.1)$$

onde J_{ir} é um termo associado à energia de troca, conhecido como constante de troca (ou constante de Heisenberg). \mathbf{S}_i e \mathbf{S}_j representam, respectivamente, as orientações dos spins referentes ao i -ésimo e j -ésimo átomos (46).

Uma propriedade importante dos materiais ferromagnéticos é a dependência da permeabilidade magnética com o campo aplicado. Isso não é observado em materiais paramagnéticos (exceto a temperaturas próximas do zero absoluto) (47). A histerese magnética é um atributo inerente e característico dos materiais ferromagnéticos e pode ser explicada pela interação dos domínios magnéticos com a microestrutura do material.

Materiais ferromagnéticos passam a apresentar comportamento paramagnético quando atingem uma temperatura superior à uma temperatura crítica conhecida como temperatura de Curie. O paramagnetismo dos materiais é caracterizado pela aleatoriedade das orientações dos domínios magnéticos como mostrado na Figura 5.

Figura 5 – Orientações dos momentos magnéticos em um material paramagnético.



Fonte: Padilha (48)

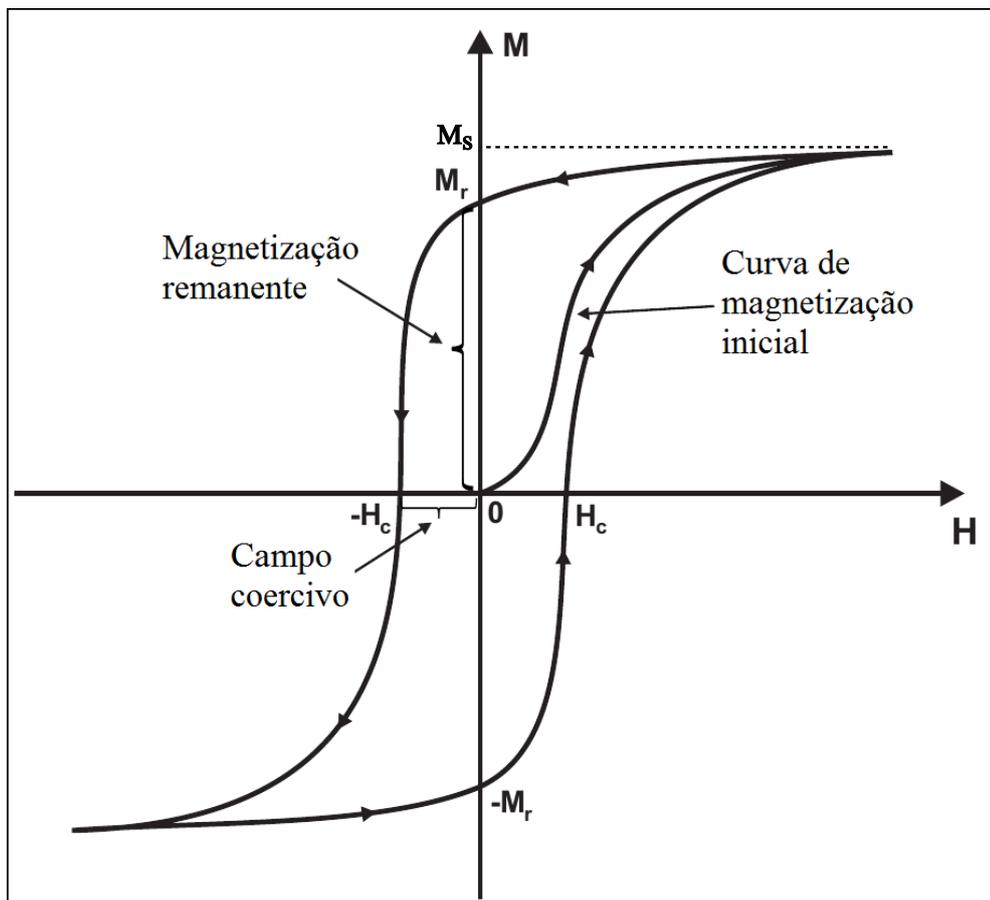
2.3.2 Magnetização e histerese magnética

O estudo das propriedades magnéticas dos materiais é realizada, principalmente, a partir das informações obtidas das curvas de magnetização. As curvas de magnetização refletem fenômenos que ocorrem nos materiais à medida em que são submetidos a campos magnéticos externos. São obtidas a partir de medidas do momento magnético total ($\mathbf{M} = \Sigma \mathbf{m}$) em função do campo magnético aplicado \mathbf{H} .

Um ciclo de histerese magnética como o mostrado na Figura 6 reflete o comportamento de um material ferromagnético quando submetido a um campo magnético que varia continuamente no tempo (49). Dependendo do tipo de material e do processo de magnetização, o ciclo de histerese pode assumir diversas formas. No ciclo de histerese podem ser destacados os seguintes parâmetros (46):

- magnetização de saturação (M_s): é a magnetização máxima atingida após o início do processo de magnetização;
- campo de saturação (H_s): o valor do campo magnético mínimo para se atingir a magnetização de saturação;
- magnetização remanente (M_r): trata da magnetização que o material retém após a retirada do campo magnético externo
- campo coercivo ou coercividade (H_c): é o campo necessário para reduzir a magnetização do material a zero após atingida a saturação.

Figura 6 – Ciclo de histerese magnética



Fonte: Próprio Autor

Os parâmetros magnéticos podem ser obtidos experimentalmente a partir do ciclo de histerese levando-se em conta as seguintes relações (46):

$$M_s = \max(M) \quad (2.2)$$

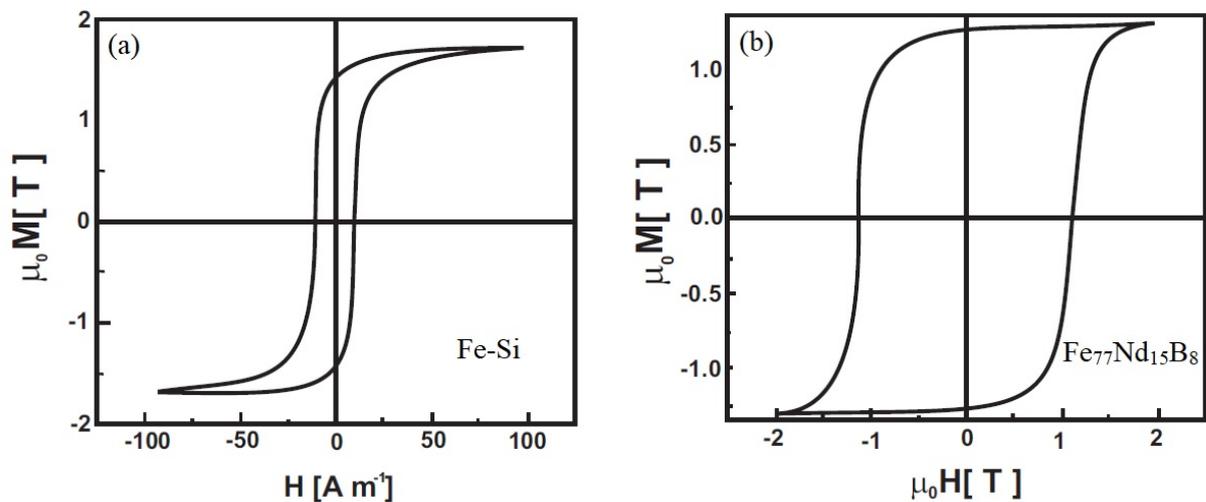
$$H_s = \min[H' | M(H') = M_s] \quad (2.3)$$

$$M_r = M(H = 0) \quad (2.4)$$

$$H_c = H(M = 0) \quad (2.5)$$

O campo coercivo é o parâmetro que caracteriza a dureza magnética do material. É usado para classificar os materiais magnéticos em moles (H_c pequeno) e duros (H_c grande) como ilustrado na Figura 7. Um material magnético mole é facilmente magnetizado, enquanto um material magnético duro praticamente não responde a alterações de campos magnéticos externos (50).

Figura 7 – Ciclo de histerese de um material magnético (a) mole (soft) e (b) um material magnético duro (hard)



Fonte: Cullity e Graham (44)

Além desses, outros parâmetros podem ser usados para a caracterização magnética dos materiais; por exemplo, a suscetibilidade magnética (χ_m) e a permeabilidade magnética (μ_m). Essas duas grandezas podem ser obtidas, respectivamente, a partir das relações

$$\chi_m = \frac{\partial M}{\partial H} \text{ e } \mu_m = \frac{\partial B}{\partial H} \quad (2.6)$$

2.3.3 *Histerese magnética e domínios magnéticos*

De acordo com a teoria de Jiles e Atherton (51) o fenômeno de histerese magnética tem origem no processo de ancoragem do movimento das paredes de domínio magnético. A hipótese da existência das paredes de domínio magnético teve origem com Wiedemann em 1888, que sugere a existência de forças de atrito e obstáculos que dificultam a rotação dos domínios magnéticos. À época, ele denominou os domínios de "moléculas magnéticas" (51, 45). Durante o processo de magnetização de um material surgem forças que se opõem a qualquer mudança nesse mecanismo. Essas forças têm origem nos obstáculos existentes na microestrutura do material. Os obstáculos constituem regiões conhecidas como sítios ou pontos de ancoragem das paredes de domínio. Podem ser consideradas regiões de ancoragem contornos de grãos, regiões heterogêneas no interior do grão, regiões com gradientes de tensões internas, presença de precipitados ou quaisquer inclusões de natureza não magnética.

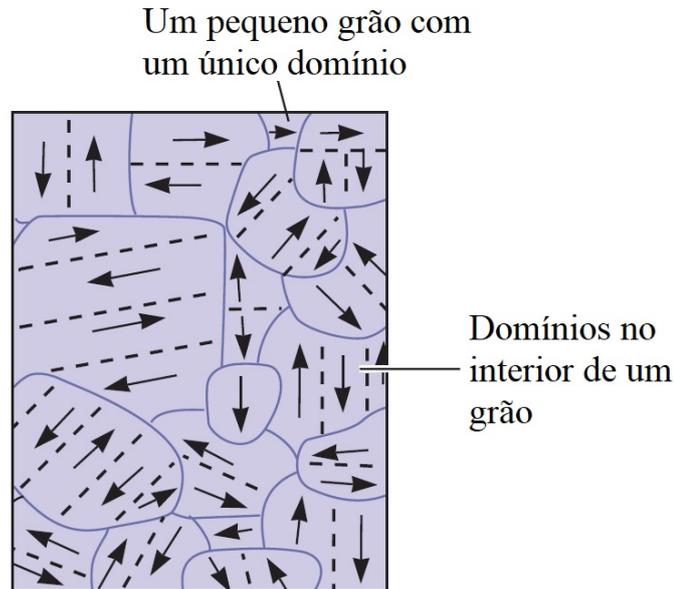
Os domínios magnéticos são regiões com magnetização uniforme. São agrupamentos de dipolos magnéticos orientados em uma mesma direção. Com isso, formam-se regiões no interior das quais a magnetização assume o maior valor possível, ou seja, regiões de máxima magnetização (52, 45).

As paredes de domínio magnético (ou simplesmente paredes de domínio) são fronteiras entre domínios magnéticos adjacentes. Submetendo-se um material ferromagnético a um processo de magnetização dá-se início a uma dinâmica de movimentação das paredes de domínio que é consequência das inversões de sentido e rotações dos momentos magnéticos.

Na escala microscópica os domínios magnéticos estão praticamente todos alinhados quando a temperatura é bem menor que uma temperatura crítica ($T \ll T_c$). Essa temperatura crítica é chamada temperatura de Curie. Em uma amostra macroscópica o momento magnético resultante é bem menor que o de saturação (53).

Um material policristalino com propriedades ferromagnéticas exhibe diversas regiões de máxima magnetização mas podem não apresentar magnetização líquida total. Isso se deve ao fato de que os domínios magnéticos estão orientados de forma aleatória como mostra a Figura 8.

Figura 8 – Domínios magnéticos em um material policristalino.



Fonte: Askeland *et al.* (54)

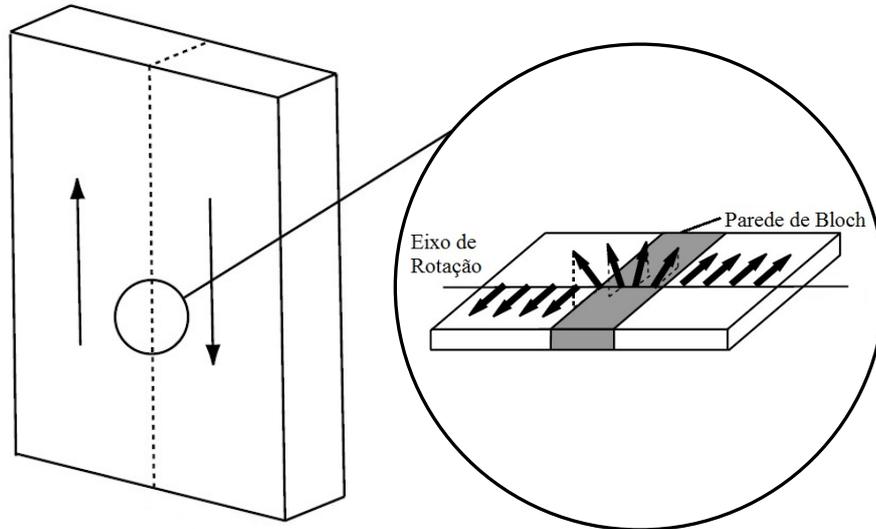
Um material ferromagnético não magnetizado consiste de um agrupamento de domínios magnéticos orientados aleatoriamente. Nessas condições diz-se que o material encontra-se com magnetização nula. Com a aplicação de um campo magnético externo, as paredes de domínio se movimentam devido ao alinhamento dos momentos magnéticos na direção do campo. Desta forma, o campo externo tende a alinhar os momentos magnéticos individuais no interior dos domínios (45, 55).

A formação dos domínios magnéticos ocorre a partir da minimização das cinco formas de energias envolvidas no processo: energia de troca, energia magnetostática, energia magnetocristalina, energia magnetoelástica e a energia associada às paredes de domínio, conhecida como energia da parede de domínio (*wall domain energy*). A configuração de um determinado domínio magnético é resultado da soma dessas cinco formas de energias presentes nos materiais ferromagnéticos (56):

$$E = E_{\text{troca}} + E_{\text{magnetostática}} + E_{\text{magnetocristalina}} + E_{\text{magnetoelástica}} + E_{\text{paredes}} \quad (2.7)$$

Fronteiras conhecidas como paredes de Bloch, separam os domínios magnéticos individuais adjacentes. As paredes de Bloch são zonas estreitas nas quais a direção do momento magnético muda gradual e continuamente de um domínio para outro como mostrado na Figura 9 (56). Tipicamente os domínios são muito pequenos, cerca de $50 \mu\text{m}$ ou menos, enquanto as paredes de Bloch têm cerca de 100 nm de espessura (54).

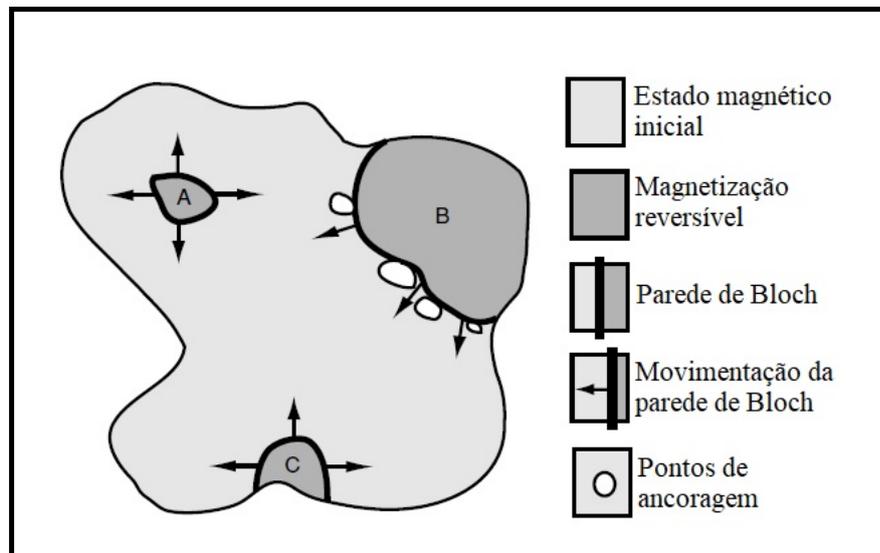
Figura 9 – Paredes de Bloch.



Fonte: Adaptado de Coey (56)

A movimentação das paredes de domínio sofre influência da presença de inclusões não-magnéticas no material e de regiões com distribuições não-homogêneas de tensões (51). Os obstáculos encontrados pelas paredes de domínio durante o processo de magnetização dá origem ao mecanismo de ancoragem das paredes de domínio magnético como mostra a Figura 10.

Figura 10 – Ancoragem das paredes de domínio magnético.



Fonte: Askeland *et al.* (54)

A energia E_{anc} dissipada devido ao processo de ancoragem das paredes de domínio é proporcional a mudança na magnetização do material. De acordo com Jiles e Atherton (51),

E_{anc} é dada por:

$$E_{anc}(M) = k \int_0^M dM \quad (2.8)$$

onde k é um termo relacionado à densidade de sítios de ancoragem existentes no material sólido. O elemento diferencial dM é obtido a partir da expressão dada por:

$$dM = m(1 - \cos \theta)A dx' \quad (2.9)$$

onde m é o momento magnético por unidade de volume, θ é o ângulo entre o vetor momento magnético \mathbf{m} e a direção do campo aplicado, A é a área da parede de domínio e dx' representa um deslocamento infinitesimal da parede. A integral da equação 2.8 é calculada considerando-se um certo deslocamento x da parede de domínio.

Em geral, as regiões de ancoragem das paredes de domínio tem o efeito de causar uma redução na permeabilidade inicial de um material ferromagnético e aumento no campo coercivo (51, 50). A magnetização remanente é influenciada pela presença de fases que se opõem ao comportamento ferromagnético (57). A magnetização de saturação é fortemente influenciada pela composição do material e pela composição das fases e inclusões não magnéticas presentes.

2.3.4 Ruído magnético de Barkhausen

O ruído magnético de Barkhausen é uma das técnicas micromagnéticas que tem sido considerada promissora e com grande potencial para caracterização microestrutural de materiais ferromagnéticos. Em geral, as medidas de RMB podem fornecer informações de materiais metálicos quando submetidos a determinadas condições como fadiga e exposição a tratamentos térmicos (58, 59).

O ruído magnético de Barkhausen ocorre devido a mudanças abruptas na resposta magnética de um material ferromagnético quando submetido a campos magnéticos que variam com o tempo (44, 60). É produzido pelo movimento irreversível das paredes de domínio durante um ciclo de magnetização (59)

Durante o processo de magnetização de um material ferromagnético, a movimentação das paredes de domínio magnético não ocorre de forma contínua. Uma sequência aleatória de movimentos descontínuos das paredes de domínio magnético caracteriza a dinâmica de magnetização. Esse mecanismo foi descoberto pelo físico alemão Heinrich Barkhausen em 1919 e dá origem a um fenômeno conhecido como *ruído magnético de Barkhausen* (RMB).

Esse fenômeno ocorre em função da interação das paredes de domínio com a microestrutura do material (61, 44).

Devido à sua elevada sensibilidade a alterações microestruturais, o RMB pode ser usado para coletar dados e informações sobre o estado microestrutural dos materiais com propriedades ferromagnéticas (62, 45) como os aços inoxidáveis ferríticos e superferríticos.

O fenômeno do RMB pode ser observado através da captação de uma tensão elétrica em uma bobina sensora colocada próxima a superfície do material durante o processo de magnetização. Essa bobina é excitada por campos magnéticos variáveis e induzidos na superfície do material (44). Durante a variação do campo magnético é possível observar alterações abruptas na magnetização de um material ferromagnético. Essas alterações são responsáveis pelo mecanismo de histerese em materiais ferromagnéticos e, conseqüentemente, dão origem ao RMB.

As mudanças descontínuas nos domínios magnéticos resultam em alterações na densidade de fluxo magnético \mathbf{B} no interior de um material ferromagnético. Esse fenômeno gera sinais (ruídos) magnéticos que podem ser medidos como uma sequência de pulsos de tensão. Os saltos abruptos da magnetização ocorrem com maior intensidade na parte íngreme da curva de magnetização caracterizando, assim, um RMB mais intenso nessa região (19, 50) como mostrado na Figura 11.

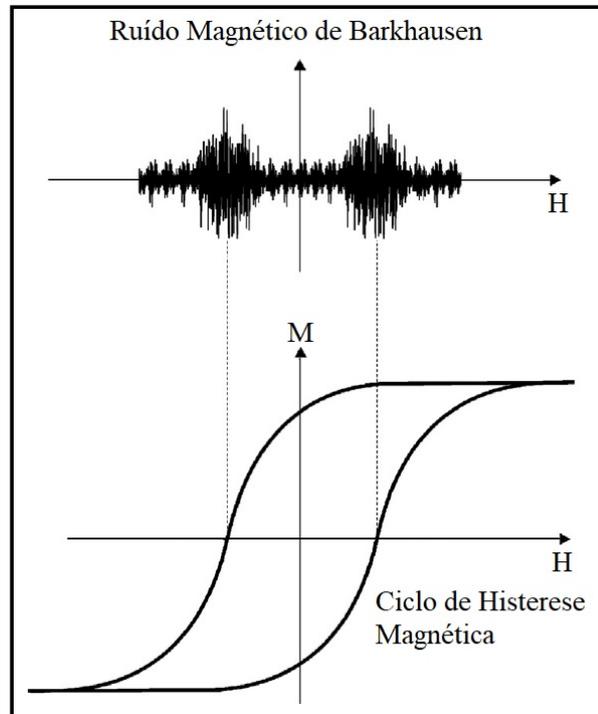
Diversos fatores podem influenciar no sinal de RMB tais como a presença de inclusões não magnéticas, a presença de precipitados, tamanho de grão, composição e tensões internas do material (21, 63, 33). Os contornos de grãos, por exemplo, atuam como regiões de ancoragem para o movimento das paredes de domínio. Em geral, uma microestrutura com elevado número de grãos resulta em maior número de picos do sinal de RMB. O aumento do tamanho de grão reduz o número de regiões de ancoragem causando aumento na intensidade do sinal de RMB. Em contrapartida, o aumento na quantidade de grãos acarreta em aumento na quantidade de pulsos medidos, porém, com menor amplitude (64, 65).

A anisotropia magnética também influencia o sinal de RMB. O termo anisotropia magnética expressa a dependência das propriedades magnéticas da direção cristalográfica em que são verificadas. Existem diversos tipos de anisotropia, dentre elas a anisotropia magnetocristalina, anisotropia de forma, além de anisotropias induzidas por deformações no material.

Submeter o material a esforços mecânicos (tração e compressão) altera as propriedades magnéticas do material que estão associadas à anisotropia induzida. Sabe-se, por exemplo,

que os domínios magnéticos tendem a se alinhar em determinadas direções dependendo do tipo de tensão externa aplicada ao material (4, 66).

Figura 11 – Exemplo de um sinal de RMB.



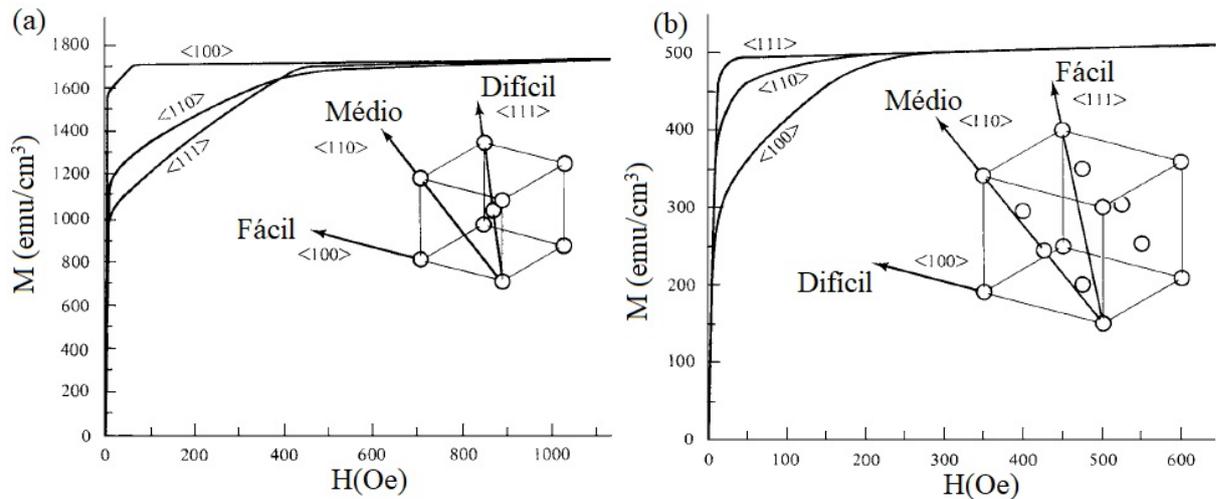
Fonte: Ghanei *et al.* (58)

A anisotropia magnetocristalina é intrínseca ao material e sua origem é devida ao fato de que os momentos magnéticos do material não estão orientados indiferentemente em direções quaisquer em relação aos eixos cristalinos (44). Existe uma direção preferencial de magnetização conhecida como *direção de fácil magnetização*. Essa direção pode ser determinada experimentalmente levando-se em consideração valores de magnetização de saturação com o menor campo aplicado (49). A Figura 12 mostra as curvas de magnetização para diferentes direções cristalinas do Fe e Ni. Para o ferro metálico a direção de fácil magnetização é a $\langle 100 \rangle$, enquanto para o níquel é a $\langle 111 \rangle$.

2.4 Influência da microestrutura nas propriedades magnéticas

O processo de magnetização de um material está diretamente relacionado com as interações entre a microestrutura e as paredes de domínio magnético. Sendo assim, a investigação da formação de fases na matriz dos aços, que inevitavelmente ocorre a altas temperaturas, tem influência direta nos mecanismos associados a processos de magnetização.

Figura 12 – Curva de magnetização obtidas com o campo aplicado ao longo de diferentes direções cristalográficas. Curvas de magnetização do (a) Fe e (b) do Ni.



Fonte: Cullity e Graham (44)

Durante os tratamentos térmicos, as fases formadas podem surgir no interior dos grãos (precipitação intragranular) ou nos contornos de grãos (precipitação intergranular). Esses precipitados normalmente apresentam características diferentes da matriz. Algumas características que podem diferenciar essas fases da matriz são: estrutura cristalina, composição, morfologia e estabilidade variadas (67).

Os precipitados originados nos aços a partir dos tratamentos térmicos de envelhecimento exercem grandes influências nas propriedades físicas dos aços. Por exemplo, características como tamanho, espaçamento e volume de precipitados exercem efeitos nas suas propriedades mecânicas (68). Defeitos microestruturais como inclusões, vazios e discordâncias dificultam o movimento das paredes de domínio. Os mecanismos associados ao processo de ancoragem das paredes de domínio tem relação com o tamanho relativo dos defeitos e inclusões quando comparados com a espessura da parede (6).

Além das fases intermetálicas citadas anteriormente, em determinadas ligas metálicas várias outras fases podem precipitar. Diversos carbonetos do tipo $M_{23}C_6$, M_7C_3 , M_6C podem ser formados durante os tratamentos térmicos. Nas fórmulas químicas anteriores M representa um metal (Fe, Ni, Cr, Mo ou uma possível combinação desses elementos). A composição desses carbonetos está relacionada ao teor de cada elemento na composição da liga (69, 70). Por exemplo, Jayan *et al.* (71) identificaram no aço 2.25Cr-1Mo formações de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ e M_7C_3 ricos em Cr.

Em geral, a segregação dos elementos de liga que compõem o material metálico se intensifica com aumento do percentual desses elementos presentes. A formação de precipitados nos aços está diretamente ligada a esta segregação. Desta forma, materiais com maiores concentrações destes elementos apresentam maiores quantidades de fases precipitadas. O tipo de tratamento térmico e os parâmetros envolvidos, como temperatura e tempo de exposição, também exercem influência direta na formação dessas fases (69, 72).

Qualquer região não-homogênea ou de defeitos na rede cristalina dos aços atua como sítios de ancoragem para as paredes de domínio magnético. Em muitos casos, quando se estuda a magnetização de um material que contém uma mistura de fases, pode-se considerar que as magnetizações das fases paramagnéticas ou diamagnéticas são nulas em relação as fases que apresentam comportamento ferromagnético (49).

Existem na literatura científica modelos e resultados experimentais que tratam das influências das características microestruturais, em particular dos precipitados, nas propriedades magnéticas dos aços.

De acordo com Sablik (64), o campo coercivo aumenta com o aumento da densidade de discordâncias e com a diminuição do tamanho de grão. O mesmo acontece com a densidade de fluxo magnético e a permeabilidade magnética do material. O modelo de Sablik (64) foi desenvolvido a partir do modelo de Jiles e Atherton (51). Este último descreve a magnetização desenvolvida em um material ferromagnético com mudanças na magnetização por meio do movimento das paredes de domínio e da interação das paredes com a microestrutura.

A composição influencia diretamente na magnetização de saturação. O carbono e outros elementos não-magnéticos, por exemplo, atua na redução do momento magnético médio do ferro existente no material (47). Cromo e molibdênio atuam efetivamente nas propriedades magnéticas como dureza magnética e permeabilidade magnética, pois participam ativamente da formação de precipitados (47, 48). Cr e Mo são elementos químicos paramagnéticos (48).

Diversos estudos têm sido realizados com o objetivo de detectar fases e caracterizar a microestrutura dos aços a partir das propriedades magnéticas. Normando *et al.* (33) obtiveram resultados que verificam que é possível monitorar a formação de fase σ usando informações dos ensaios de correntes parasitas e RMB. O material utilizado foi o aço inoxidável duplex UNS S31803. Tavares *et al.* (73) utilizaram medidas de saturação magnética obtidas por magnetometria por amostra vibrante e testes de ferritoscópio, para detectar fase σ na microestrutura de um aço inoxidável duplex.

Byeon e Kwun (6) associaram a redução do campo coercivo medido para o aço 2.25Cr-1Mo com a morfologia dos carbonetos precipitados durante os tratamentos térmicos. Foi verificado que a redução da coercividade estava associada à diminuição da quantidade de carbonetos na forma de agulhas.

Em geral, a redução na quantidade de fases com propriedades ferromagnéticas causa redução na magnetização de saturação e na intensidade do sinal de RMB. Huallpa *et al.* (31) verificaram que a redução da intensidade do sinal de RMB medido em amostras de aço duplex estava associada à diminuição da quantidade de fases ferromagnéticas, ou seja, na condição analisada após tratamento térmico o baixo valor medido no sinal de RMB indicava uma fração volumétrica muito pequena de ferrita.

Para o aço 1.25Cr-0.50Mo, Das *et al.* (18) observaram que a amplitude do sinal de RMB diminuí com o tempo de tratamento térmico de envelhecimento realizado na temperatura de 500 °C. Foi atribuída a essa redução a formação de carbonetos na matriz do aço.

3 TÉCNICAS MAGNÉTICAS

3.1 Magnetometria por amostra vibrante

Desenvolvido por Simon Foner em 1955, o magnetômetro por amostra vibrante (MAV) funciona baseado na Lei de Faraday da indução (74). De acordo com a Lei de Faraday, a variação do fluxo magnético em uma bobina condutora dá origem a um campo elétrico e, por consequência, a uma corrente elétrica que se opõe à variação do fluxo magnético que a originou. A força eletromotriz ε que surge na bobina é dada pela expressão:

$$\varepsilon = -N \frac{d}{dt}(BA \cos \theta) \quad (3.1)$$

onde N é o número de espiras (ou número de voltas do fio que constitui a bobina), A é a área da seção transversal da bobina e θ é o ângulo entre o campo \mathbf{B} e a direção normal à superfície da bobina.

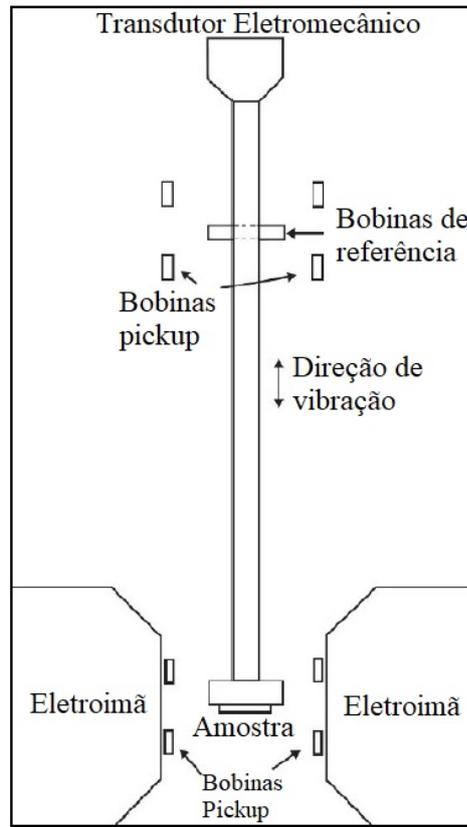
No MAV, uma amostra vibra ao longo de uma direção perpendicular a um campo magnético uniforme como mostrado na Figura 13 (74). Bobinas de detecção (bobinas *pickup*) são usadas para captar o sinal proveniente da variação do fluxo magnético consequente do movimento de vibração da amostra. O sinal captado pode ser amplificado e filtrado para obtenção dos dados e construção das curvas de magnetização (75). O sinal de tensão E obtido depende de alguns parâmetros que, em geral, estão relacionados de acordo com:

$$E = \sigma GA 2\pi f \cos(2\pi ft) \quad (3.2)$$

onde σ é o momento magnético da amostra, G é um fator conhecido como gradiômetro que é função da geometria e disposição das bobinas, A e f são, respectivamente, a amplitude e frequência de vibração da amostra.

O diagrama da Figura 14 mostra o esquema de funcionamento de um MAV juntamente com seus componentes constituintes.

Figura 13 – Magnetômetro por amostra vibrante.



Fonte: Cullity e Graham (44)

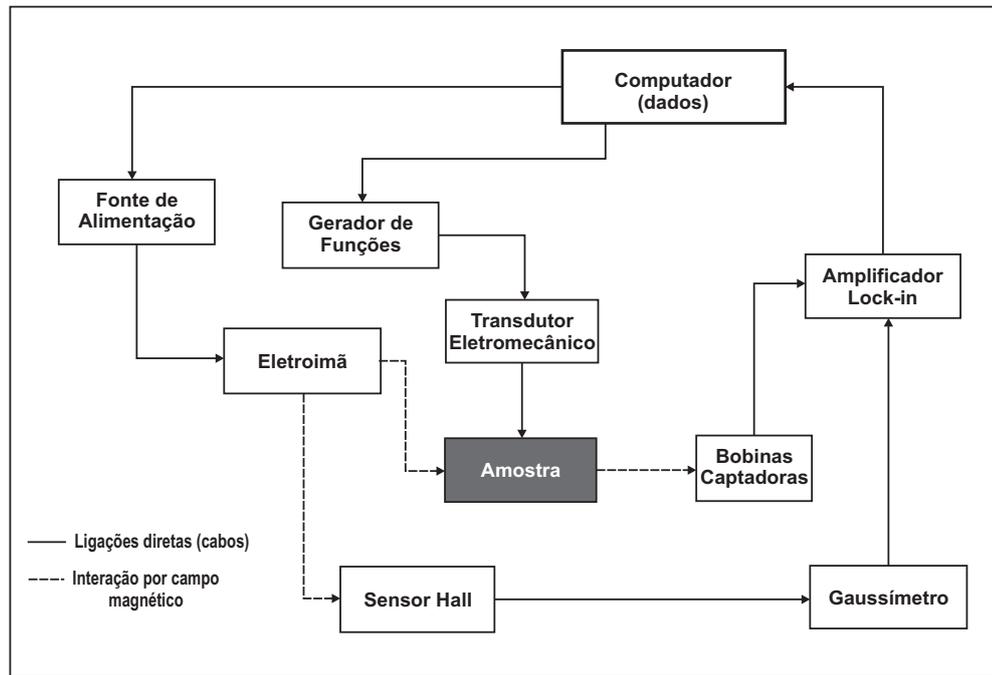
3.2 Ruído magnético de Barkhausen

A aplicação do ruído magnético de Barkhausen (RMB) para a caracterização microestrutural inclui a extração de certas características do sinal medido e a comparação dessas informações com as propriedades do material analisado. Em geral, os parâmetros analisados são: a raiz quadrática média (*root mean square - rms*) do sinal de RMB; a energia do sinal; altura e posição de pico associados ao perfil do sinal (58).

O experimento para obtenção do ruído magnético de Barkhausen (RMB) consiste basicamente da aproximação de uma bobina magnetizante (um *yoke* ou núcleo com um enrolamento de fio de cobre) a um material ferromagnético. Esse procedimento induz "saltos" de tensões elétricas em uma segunda bobina próxima à superfície do material.

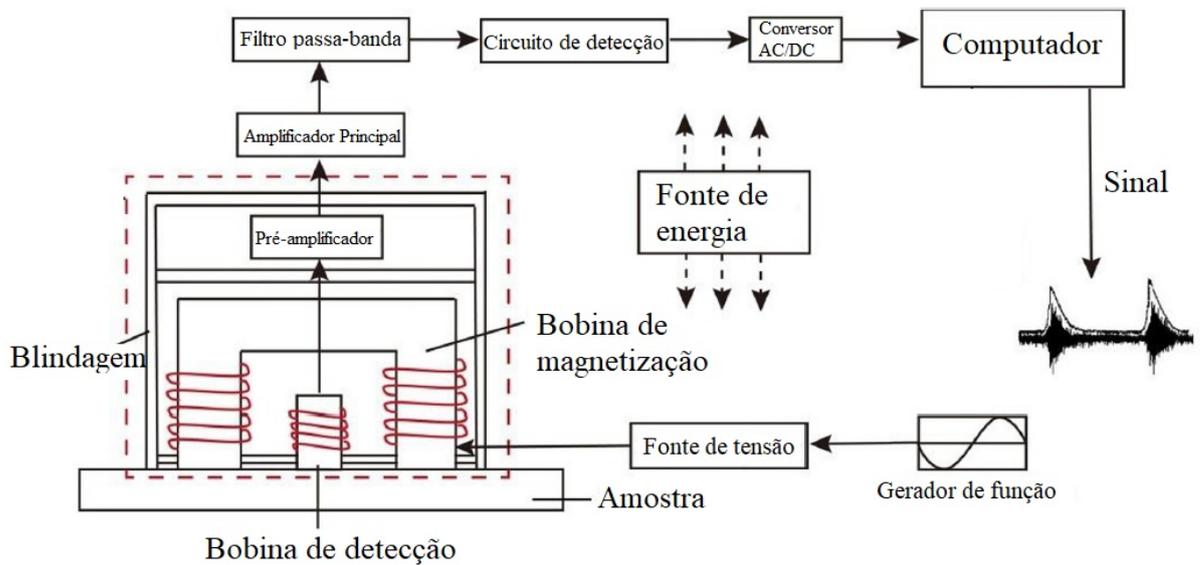
O sinal de tensão elétrica obtido é função da densidade de fluxo magnético B . Esses sinais podem ser amplificados e processados para análise de determinados parâmetros de interesse. A Figura 15 ilustra um diagrama esquemático dos equipamentos e dispositivos utilizados num ensaio de RMB.

Figura 14 – Diagrama mostrando o esquema básico de funcionamento de um magnetômetro de amostra vibrante e seus componentes.



Fonte: Próprio Autor

Figura 15 – Diagrama esquemático do aparato experimental para medidas de RMB.



Fonte: Deng *et al.* (76)

No ensaio de RMB um item a ser observado é a *profundidade de penetração do campo*. A expressão 3.3 é utilizada para a determinação desse parâmetro:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{f\sigma\mu_0\mu_r}} \quad (3.3)$$

onde a profundidade δ é função da frequência f de excitação da bobina de magnetização, da condutividade elétrica σ e da permeabilidade magnética μ_r do material.

3.3 Correntes parasitas

O ensaio de correntes parasitas (*eddy currents*) é uma técnica de ensaio não destrutivo que pode ser explorada com o intuito de detectar discontinuidades no material analisado, bem como analisar dados sobre composição e condições microestruturais.

Os princípios físicos de um ensaio de correntes parasitas estão esquematizados na Figura 16. Neste ensaio, uma corrente alternada é estabelecida numa bobina gerando um campo magnético. Quando a bobina é aproximada de um material condutor, outras correntes são induzidas. Essas correntes induzidas produzem seu próprio campo magnético (chamado de campo secundário) que se opõe ao campo magnético primário. O efeito líquido é um campo magnético mais "fraco" que produz uma indutância (77). A partir desse mecanismo, é possível obter medidas associadas à mudanças na resistência elétrica e na reatância indutiva da bobina. Com essas informações é possível calcular a impedância Z (33).

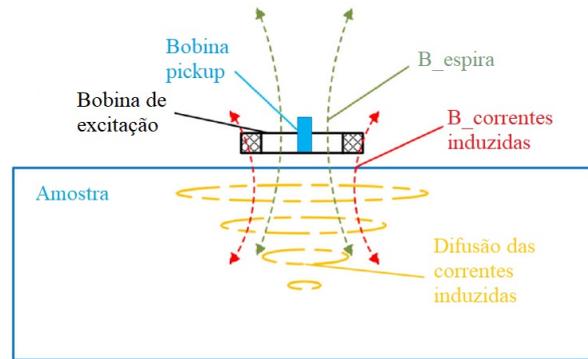
Este método é sensível a mudanças na resistência elétrica e na permeabilidade magnética do material. Essas propriedades são influenciadas por mudanças na composição química, propriedades mecânicas como dureza e resistência mecânica.

O ensaio de correntes parasitas fornece uma medida da impedância que é calculada em função da reatância indutiva e da resistência elétrica da bobina. Porém, os valores registrados pelo equipamento durante a medição correspondem aos valores líquidos das contribuições do campo primário gerado pela bobina de excitação e do campo secundário proveniente da resposta da amostra.

A impedância da bobina de excitação do material é dada pela relação entre a tensão V_0 e a corrente I_0 para uma excitação senoidal com uma frequência definida da seguinte forma:

$$Z_0 = \frac{V_0}{I_0} \quad (3.4)$$

Figura 16 – Princípios físicos do ensaio de correntes parasitas



Fonte: Sophian *et al.* (77)

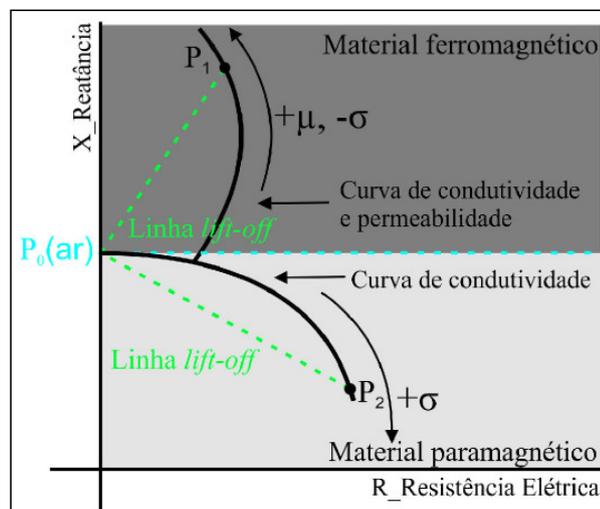
A impedância também pode ser calculada a partir da resistência elétrica R_0 e da reatância indutiva X_0 da seguinte forma (78):

$$Z_0 = R_0 + jX_0 = R_0 + j2\pi fL_0 = \sqrt{R_0^2 + X_0^2} \quad (3.5)$$

onde $j = \sqrt{-1}$, f é a frequência de excitação da bobina e L_0 é um fator conhecido como coeficiente de indução (ou indutância).

A impedância é geralmente representada em um gráfico conhecido como diagrama ou plano de impedância como o mostrado na Figura 17. Nesse diagrama, a resistência elétrica R é dada ao longo de um dos eixos, enquanto no outro eixo são registrados os valores da reatância indutiva X . No diagrama é possível verificar o comportamento do sinal para materiais ferromagnéticos e materiais paramagnéticos (78).

Figura 17 – Plano de impedância para materiais ferromagnéticos e materiais paramagnéticos.



Fonte: García-Martín *et al.* (78)

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Amostras de aço ferrítico Fe-12Cr-5,5Mo e superferrítico Fe-25Cr-5,9Mo-5,6Ni foram obtidas para realização das medidas experimentais propostas nesse trabalho. A análise da composição química dos materiais foi feita usando um espectrômetro de emissão ótica Shimadzu PDA 7000. A Tabela 1 mostra a composição do aço ferrítico e do aço superferrítico.

Tabela 1 – Composição dos aços utilizados.

aço inoxidável ferrítico										
elemento	Cr	Mo	Ni	C	V	Nb	Mn	P	Si	Fe
wt. %	12,27	5,47	0,88	0,06	0,06	0,12	0,38	0,01	0,64	Equil.
aço inoxidável superferrítico										
elemento	Cr	Mo	Ni	C	N	Nb+Ti	Mn	P	Si	Fe
wt. %	25,1	5,9	5,6	0,007	0,03	0,09	0,58	0,03	1,2	Equil.

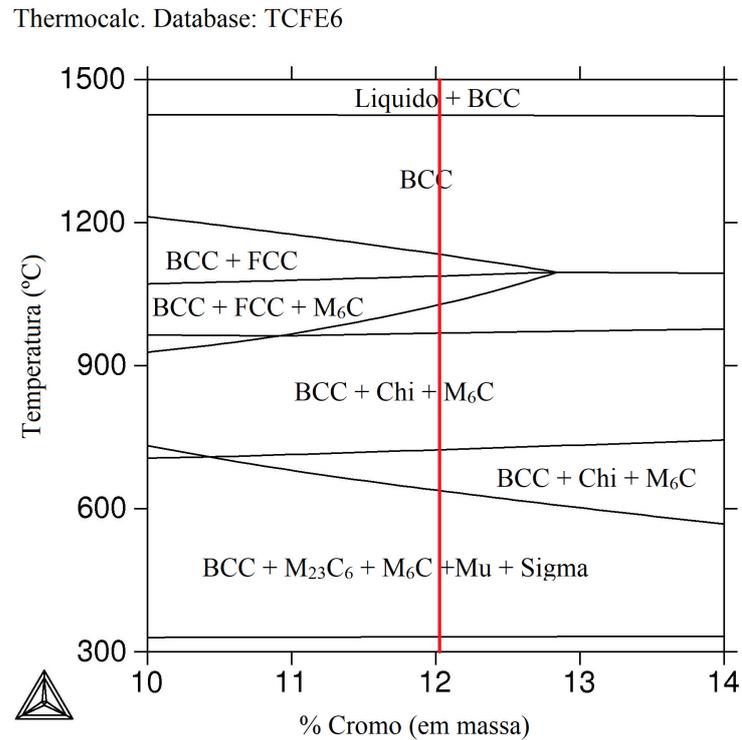
Fonte: Próprio autor

4.1.1 Diagramas de fases

Os diagramas de fases dos aços ferrítico e superferrítico foram obtidos usando TCW4 Thermo-Calc com o banco de dados TCFE6 pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Universidade Federal do Ceará (UFC). A partir dos diagramas obtidos foram definidas as temperaturas de tratamentos térmicos das amostras, ou seja, as temperaturas de solubilização e as temperaturas de envelhecimento.

A figura 18 mostra o diagrama de fases obtido para o aço ferrítico. A linha vermelha vertical corresponde à composição de cromo na liga estudada. De acordo com o diagrama, é prevista a formação de fases σ , μ e χ , além de alguns carbonetos como $M_{23}C_6$ e M_6C . Nessa nomenclatura, M representa um metal, geralmente Fe, Cr, Mo ou Ni, ou uma combinação desses elementos. A temperatura de solubilização do aço ferrítico é prevista em torno de 1150 °C. Com base nessa informação, o tratamento de solubilização foi realizado à temperatura de 1180 °C durante 30 min.

Figura 18 – Diagrama de fases do aço ferrítico



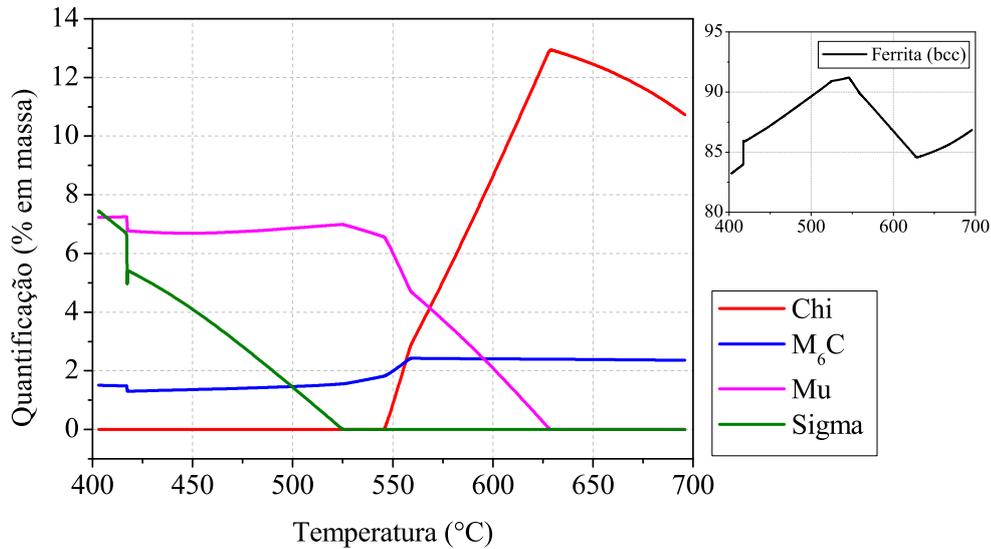
Fonte: Próprio autor

A figura 19 mostra a quantificação de fases previstas pelo diagrama anterior. Como é possível observar, a simulação prevê a formação de fase σ entre as temperaturas de 400 °C e 525 °C, de fase μ até a temperatura de 625 °C e fase χ na faixa compreendida entre 550 °C e 700 °C. Na mesma imagem (canto superior direito) encontra-se um anexo mostrando a quantificação da fase ferrita bcc prevista para a faixa de temperatura compreendida entre 400 °C e 700 °C.

Foram escolhidas as temperaturas de 400 °C, 475 °C e 650 °C para os tratamentos térmicos de envelhecimento do aço ferrítico. Os tempos de exposição das amostras nessas temperaturas foram de 1 h, 24 h, 100 h e 120 h. Para escolha das temperaturas de envelhecimento térmico, levou-se em consideração a formação de fases secundárias previstas no diagrama de fases da figura 18.

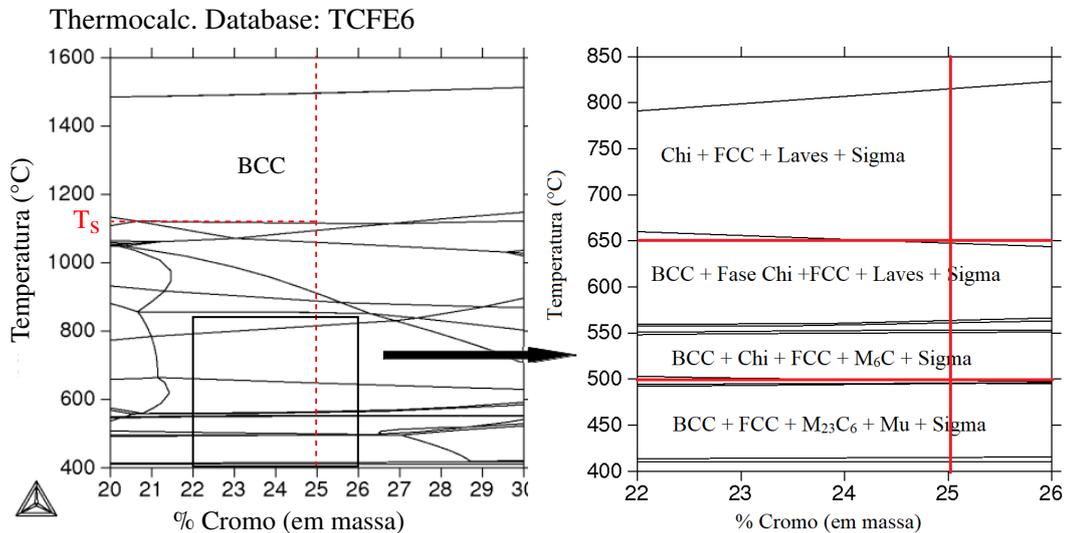
O diagrama de fases do aço superferrítico está mostrado na figura 20. A linha vermelha vertical corresponde à composição de cromo na liga estudada. Observa-se que a existência de ferrita bcc ocorre até a temperatura de 650 °C. Além disso, as fases intermetálicas μ , σ e χ também são previstas. Destaca-se também a formação de fase de Laves, alguns carbonetos além da fase austenita fcc.

Figura 19 – Quantificação de fases do aço ferrítico



A solubilização do aço superferrítico foi feita à temperatura de 1150 °C durante 30 min. Essa temperatura se encontra acima do valor previsto (T_s) como pode ser visto no diagrama de fases mostrado na figura 20.

Figura 20 – Diagrama de fases do aço superferrítico

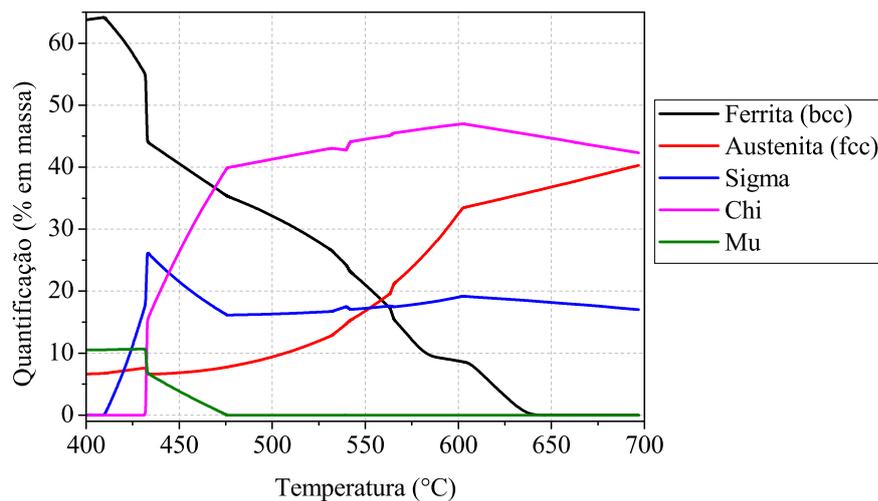


A quantificação das fases está mostrada na figura 21. Observa-se na simulação que ocorre redução da fase ferrita e aumento da fase austenita à medida em que se aumenta a temperatura até o limite de 650 °C. Após essa temperatura a simulação indica ausência de ferrita. Não foram realizados tratamentos térmicos acima da temperatura de 650 °C pois é necessário a

existência de uma fase com propriedades ferromagnéticas, como a ferrita bcc, para a obtenção das medidas magnéticas.

As temperaturas de envelhecimento das amostras de aço superferrítico foram 500 °C, 550 °C e 600 °C por 10 min, 30 min, 1 h, 3 h, 6 h, 24 h, 48 h e 96 h. Esta série de tratamentos térmicos foi escolhida objetivando a análise do processo de precipitação nessas temperaturas desde o início do processo (10 min, 30 min) até tempos mais longos de exposição, como em 96 h. Essas temperaturas abrangem, de uma forma geral, as temperaturas de operações desses aços (14, 9). Além disso, as temperaturas de 500 °C e 550 °C foram escolhidas com o objetivo de proporcionar precipitação de fase fase α' que, apesar de não estar prevista no diagrama de equilíbrio, pode ser formar em temperaturas próximas de 475 °C.

Figura 21 – Quantificação de fases do aço superrítico



Fonte: Próprio autor

4.1.2 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados em forno do tipo mufla existentes no Laboratório de Materiais Avançados pertencente ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFC. Os tratamentos térmicos foram realizados a uma temperatura constante (temperatura de envelhecimento) seguido de resfriamento rápido, procedimento conhecido como têmpera (26). Esse tratamento térmico proporciona a formação de precipitados e outras fases, além de outras alterações microestruturais. Após retiradas do forno, as amostras foram resfriadas em água à temperatura ambiente objetivando prevenir a difusão dos elementos de ligas e formações de fases durante o processo de resfriamento (68, 26). As amostras utilizadas para

análise microestrutural foram submetidas aos tratamentos térmicos juntamente com as amostras confeccionadas para as medidas magnéticas no magnetômetro objetivando, assim, as mesmas alterações microestruturais (ou mais próximas possíveis) das amostras analisadas numa mesma condição de tratamento térmico.

Para a apresentação dos resultados as amostras foram rotuladas seguindo os seguintes critérios: *F* para ferrítico, *SF* para superferrítico, seguido da temperatura de envelhecimento térmico e do tempo de tratamento térmico. Por exemplo: o rótulo *SF60096h* corresponde a uma amostra de aço superferrítico submetida a tratamento térmico de envelhecimento a temperatura de 600 °C durante 96 horas.

4.2 Medidas magnéticas

4.2.1 Magnetometria por amostra vibrante

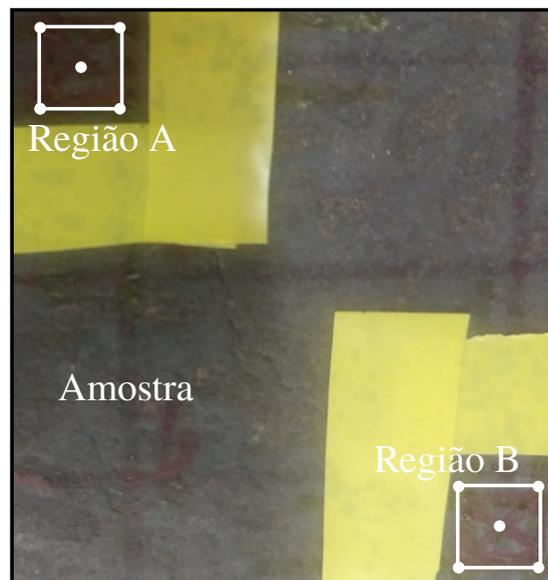
Para as medidas de magnetização por amostra vibrante foram confeccionados cilindros de dimensões 3 mm (diâmetro) × 3 mm (altura) obtidos por processo de usinagem. As medidas magnéticas nas amostras de aço ferrítico tratadas a 400 °C, 475 °C e 650 °C foram realizadas em temperatura ambiente no magnetômetro pertencente ao Departamento de Física da Universidade Federal do Itajubá em Minas Gerais. Já as medidas magnéticas nas amostras de aço superferrítico tratadas à temperatura de 500 °C, 550 °C e 600 °C foram feitas em temperatura ambiente no magnetômetro pertence ao Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - INMETRO. Nos dois laboratórios o equipamento usado para as medidas foi o magnetômetro por amostra vibrante modelo 7404 da Lakeshore, sensibilidade de 0,4 μ emu e campo máximo podendo atingir valores de até 2,17 T (teslas).

4.2.2 Ensaio baseado no ruído magnético de Barkhausen

As medidas de RMB foram realizadas no Departamento de Sistemas Integrados da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade de Campinas (UNICAMP). Para a realização das medidas de RMB foram obtidas placas de dimensões 10,0 cm × 10,0 cm × 1,00 cm. Foram escolhidas duas regiões nas placas, uma de menor intensidade do sinal que foi chamada de *região A* e outra de maior intensidade denominada *região B*. Esse procedimento foi necessário devido a heterogeneidade da placa em relação aos sinais de RMB. A localização dessas regiões foi feita durante uma varredura completa com a sonda na superfície da amostra.

Para cada região foram captados sinais de cinco pontos distintos para a realização das medidas. Quatro desses pontos estão situados no vértice de um quadrado de lado 5 mm e uma quinta medida foi feita no centro do quadrado como mostrado na figura 22. Foram feitas medições de RMB em 13 amostras de material superferrítico.

Figura 22 – Regiões e pontos onde foram capturados os sinais de RMB. Região A de menor intensidade e região B de maior intensidade do sinal.

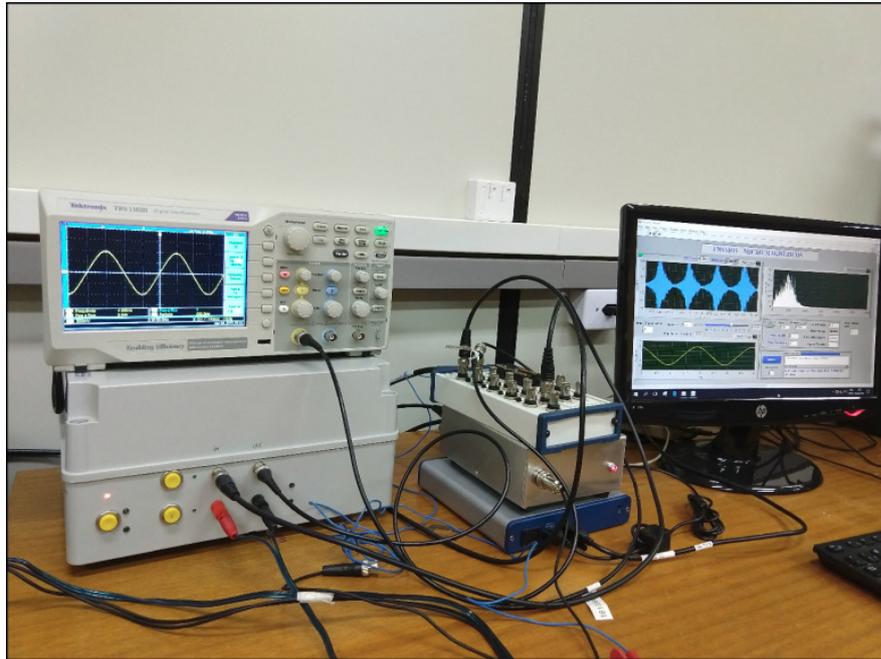


Fonte: Próprio autor

A figura 23 mostra o equipamento e sistemas de medição do sinal de RMB. A sonda utilizada para o ensaio de Barkhausen é composta por um *yoke* juntamente com uma bobina de magnetização com 360 espiras de fio de cobre AWG24 (diâmetro de 0,51 mm) e a bobina leitora com 6.000 voltas de fio de cobre AWG44 (diâmetro de 0,050 mm).

Inicialmente é gerado um sinal (onda senoidal) de referência que é enviada a uma fonte de tensão que gera o sinal de excitação na bobina de magnetização. Utilizando a placa de aquisição (NI USB-6361 da National Instruments) é feita a conversão digital/analógica e transmissão do sinal para a fonte (ou amplificador) bipolar de voltagem. O sinal amplificado da fonte alimenta o eletroímã (*yoke*) que excita magneticamente o material a ser inspecionado. Dessa maneira é feito o controle da amplitude e frequência de campo aplicado. O sinal de RMB medido pela bobina leitora passa por um condicionador de sinal que amplifica (30 dB) e filtra o sinal numa banda de frequência de 1 – 150 kHz. Em seguida, o sinal é adquirido com a mesma placa NI USB-6361 (16 bits) utilizando uma frequência de aquisição de dados de 300 kHz.

Figura 23 – Equipamento e sistemas de medição do sinal de RMB.



Fonte: Próprio autor

Valores de amplitude de corrente, frequência de excitação e frequência de amostragem de 0,66 A, 5 Hz e 300 kHz, respectivamente, foram usados. O valor rms do sinal RMB (V_{rms}) corresponde à raiz quadrática média dos valores da voltagem induzida V . Esse valor é obtido levando-se em consideração a expressão:

$$V_{rms} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - V_m)^2}{n - 1}} \quad (4.1)$$

onde V_i é tensão medida num dado instante, V_m é o valor médio do sinal.

4.2.3 Correntes parasitas

As medidas de correntes parasitas foram realizadas com o equipamento Omniscan MX, modelo OMNI-P-UT-2C da marca Olympus mostrado na Figura 24(a). A sonda utilizada nos ensaios é mostrada na Figura 24(b) e trabalha em uma faixa de frequência entre 500 kHz a 2 MHz. Os equipamentos pertencem ao Centro de Ensaios Não-Destrutivos (CENDE) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará.

Anterior à realização das medidas, foi necessário fazer a calibração do equipamento. Os parâmetros de ajuste obtidos foram os seguintes:

- Frequência: 1,0 MHz
- Tensão: 1,0 V

- Ganho: 38,0 dB
- Impedância de referência (Z_r): 0,0

Figura 24 – Instrumentação utilizada nos ensaios de correntes parasitas.



Fonte: Próprio autor

Esses valores foram obtidos a partir de ensaios realizados com uma placa padrão de calibração como mostrada na Figura 25. A Tabela 2 mostra os valores obtidos durante a calibração do equipamento.

Figura 25 – Placa padrão de calibração para os ensaios de correntes parasitas.



Fonte: Próprio autor

Tabela 2 – Medidas de calibração para o ensaio de correntes parasitas. As medidas de impedância foram normalizadas em relação à uma corrente padrão I_0 utilizada em todas as medidas.

Material	Ferrita	Austenita	Cu/Ni
Impedância (V/I_0)	12,06	1,82	2,50
Ângulo polar ($^\circ$)	56	-37,0	-47

Fonte: Próprio autor

4.3 Microscopia

4.3.1 Preparação metalográfica

A preparação metalográfica das amostras foi realizada com o objetivo de revelar as fases de interesse para esse trabalho. As amostras utilizadas para análise microestrutural possuem geometria de um prisma com base retangular e dimensões próximas às dimensões das amostras usadas nas medidas magnéticas no MAV.

Inicialmente, foram feitos lixamentos das amostras usando lixas de granulometrias 100, 120, 240, 400, 600 e 1200, seguido de polimento com pasta de diamante de granulometrias $6\ \mu\text{m}$, $3\ \mu\text{m}$ e $1\ \mu\text{m}$. Após o polimento as amostras foram submetidas a ataques químicos. Para as amostras de aço ferrítico submetidas a tratamentos de envelhecimento térmico, foi usada uma solução contendo 100 ml de água destilada, álcool etílico, 100 ml de HCl, 2 g de CuCl_2 + 7 g de FeCl_2 e 5 ml de HNO_3 . Esse reagente é comumente chamado *Ralph*. Para o aço superferrítico e para a amostra de aço ferrítico solubilizada foi usado uma solução com 100 ml de água destilada, 30 ml de HCl e 1,5 g de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ aquecida a $70\ ^\circ\text{C}$ (79).

4.3.2 Microscopia ótica

A técnica de microscopia ótica (MO) foi utilizada com dois objetos principais: primeiro para verificar a condição da amostra para visualização de detalhes microestruturais no microscopia eletrônico de varredura; segundo, para a análise das características e distribuição da fase austenítica na matriz ferrítica. Para isso, foram obtidas imagens de diferentes regiões da amostra com o objetivo de determinar alguns parâmetros estatísticos que estejam relacionados à distribuição de austenita. Além disso, foram feitos procedimentos com o objetivo de quantificar dimensões e características geométricas associadas a distribuição dessa fase. O equipamento

utilizado foi o microscópio ótico Leica modelo DMI 3000M pertencente ao Laboratório de Pesquisa em Corrosão (LPC) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará (UFC).

A partir das imagens obtidas por microscopia ótica foram realizados procedimentos que envolvem o tratamento de imagens usando o software de edição de imagens ImageJ (80, 81). A Figura 26 mostra um exemplo de imagem tratada. Os parâmetros quantificados para análise das características e distribuição de austenita presente na matriz ferrítica foram:

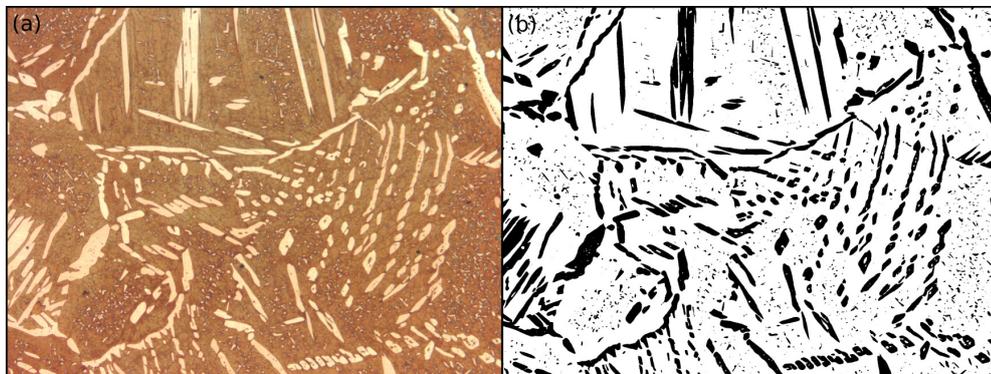
- **Perímetro médio:** parâmetro que está associado à media dos perímetros individuais dos objetos quantificados;
- **Diâmetro médio:** o diâmetro médio (ou *diâmetro de Feret*) corresponde ao diâmetro de um círculo de área igual a área do objeto analisado. Esse parâmetro considera a distância entre duas retas paralelas que tangenciam o objeto, levando-se em consideração a mínima e a máxima distância entre essas retas. Uma dessas distâncias é chamada *diâmetro mínimo* e a outra *diâmetro máximo* (82, 83). A Figura 27 ilustra esse esquema. O diâmetro de Feret é dado por:

$$d_{Feret} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{d_{min,i} + d_{max,i}}{2} \right) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i \quad (4.2)$$

onde n é o número de objetos quantificados.

- **Área média:** correspondente à média das áreas dos objetos quantificados.
- **Percentual de área:** corresponde ao percentual da área ocupada pelos objetos quantificados em relação à área total da imagem.

Figura 26 – Tratamento de imagem para obtenção dos histogramas de distribuição.

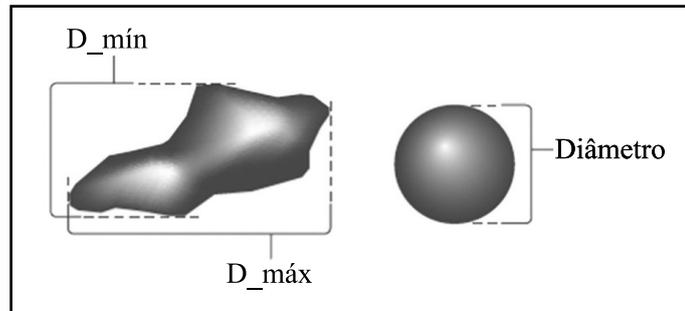


Fonte: Próprio Autor

Para cada um dos parâmetros listados anteriormente foram gerados histogramas de distribuição. Para isso, foram determinados intervalos dos valores quantificados, e com base

nesses valores, realizada a contagem do número de ocorrências (*freqüência*). Esse procedimento está de acordo com os critérios de organização e descrição de um conjunto de dados estatísticos que obedecem uma distribuição aleatória (84).

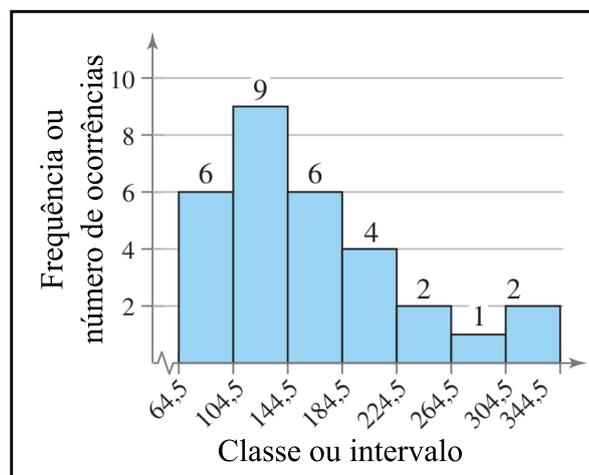
Figura 27 – Exemplo de como obter o diâmetro de Feret.



Fonte: (81)

Uma *distribuição de freqüência* é uma Tabela que mostra *classes* ou *intervalos* dos valores com a contagem do número de ocorrências em cada classe ou intervalo. A partir de uma distribuição de freqüências é possível gerar histogramas que são representações gráficas dessas distribuições. A freqüência f de uma classe é o número de ocorrências de dados numa determinada classe (84). A Figura 28 mostra um exemplo de um histograma de uma distribuição de freqüências.

Figura 28 – Exemplo de um histograma de distribuição de freqüências.

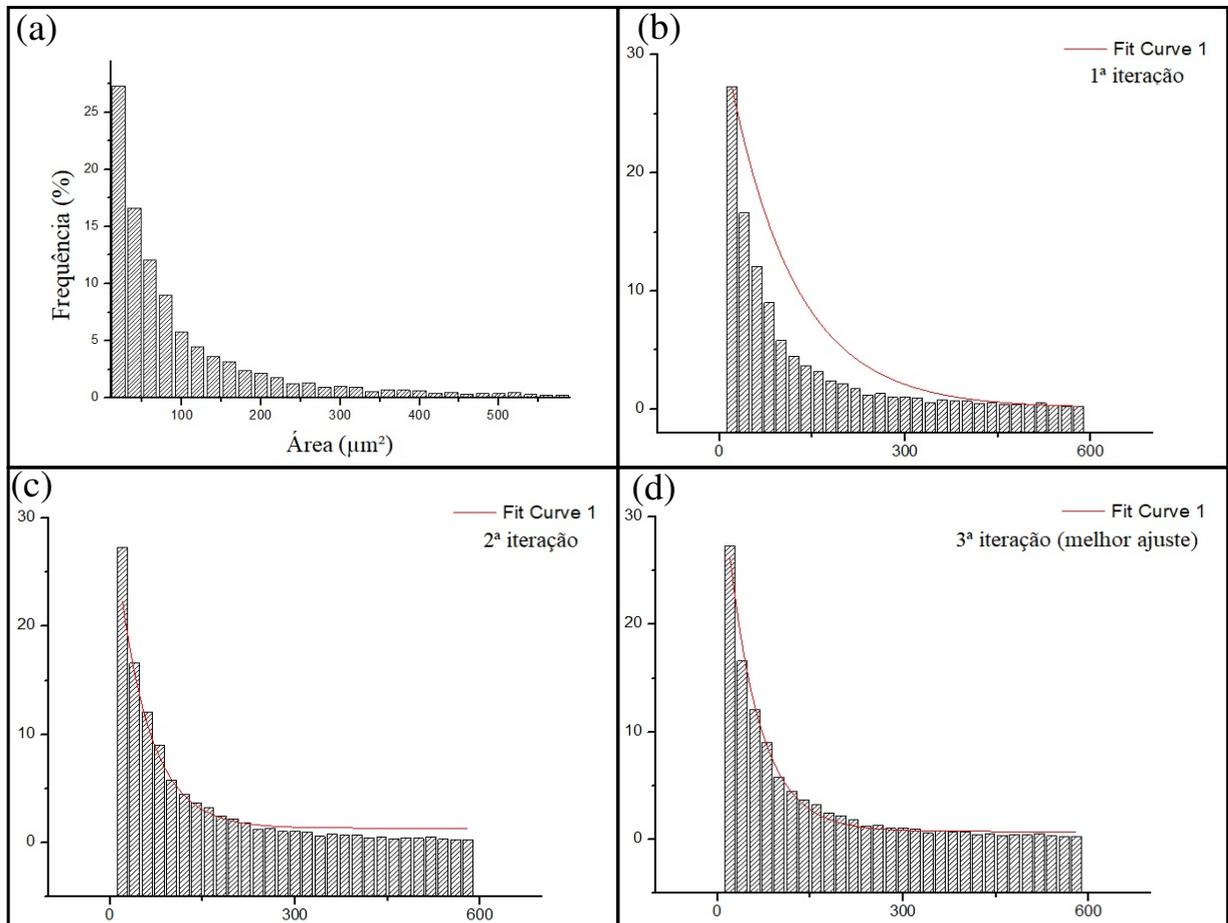


Fonte: Adaptado de Larson e Farber (84)

Após a construção dos histogramas a partir das informações de distribuição, os dados foram utilizados para que fosse obtida uma curva de aproximação ou curva de ajuste. Na maioria

das medidas, o melhor ajuste foi feito a partir de uma curva exponencial. A Figura 29 mostra um exemplo do procedimento realizado.

Figura 29 – Procedimento de ajuste das curvas de distribuição.



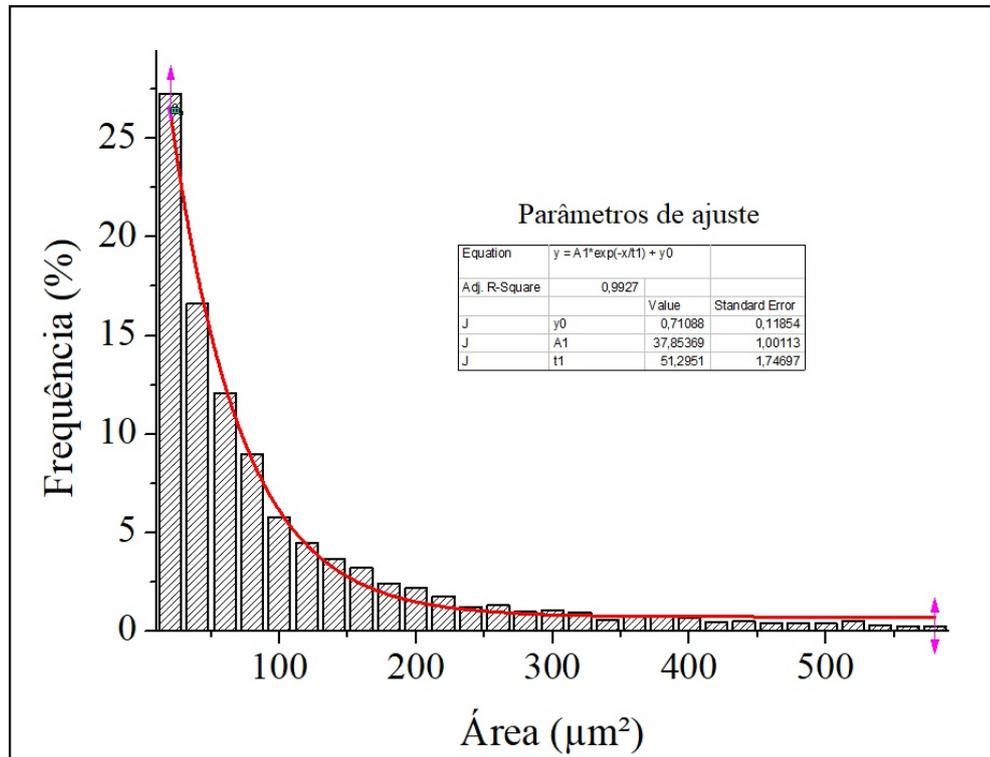
Fonte: Próprio autor

A Figura 29(a) mostra um exemplo de um histograma de distribuição, enquanto as Figuras 29(b), 29(c) e 29(d) ilustram, respectivamente, as curvas de ajuste (*em vermelho*) após a primeira, segunda e terceira iterações. Observa-se que o melhor ajuste (nesse exemplo) foi obtido na terceira iteração. A Figura 30 mostra o resultado final após os procedimentos de obtenção da curva de ajuste. Observa-se que a função associada a esse ajuste é uma função do tipo exponencial:

$$y(x) = c_1 e^{-\lambda x} + c_0 \quad (4.3)$$

onde, c_0 , c_1 e λ são parâmetros de ajuste. Para esse tipo de ajuste, o valor médio é dado por $1/\lambda$ para o caso ideal em que $c_1 = \lambda$ e $c_0 = 0$ (85).

Figura 30 – Histograma com a curva de ajuste exponencial.



Fonte: Próprio autor

4.3.3 Microscopia eletrônica de varredura

A visualização dos detalhes microestruturais foi feita a partir do uso da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foram obtidas micrografias de determinadas regiões do material que apresentaram detalhes e características relevantes. Além disso, foram obtidas composições de determinadas regiões da microestrutura, bem como de elementos e inclusões de destaque que se encontravam presentes na matriz. A composição das fases foi analisada fazendo-se uso da técnica de espectroscopia por dispersão de energia de raios-X (EDS).

A maioria das análises foi realizada no microscópio eletrônico de varredura modelo VEGA XMU da marca Tescan pertencente ao Instituto de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação (IPDI) do estado do Ceará, enquanto outra parte foi feita no microscópio eletrônico de varredura Inspect S50-FEI com resolução nominal de 3 nm, da Central Analítica da Universidade Federal do Ceará.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

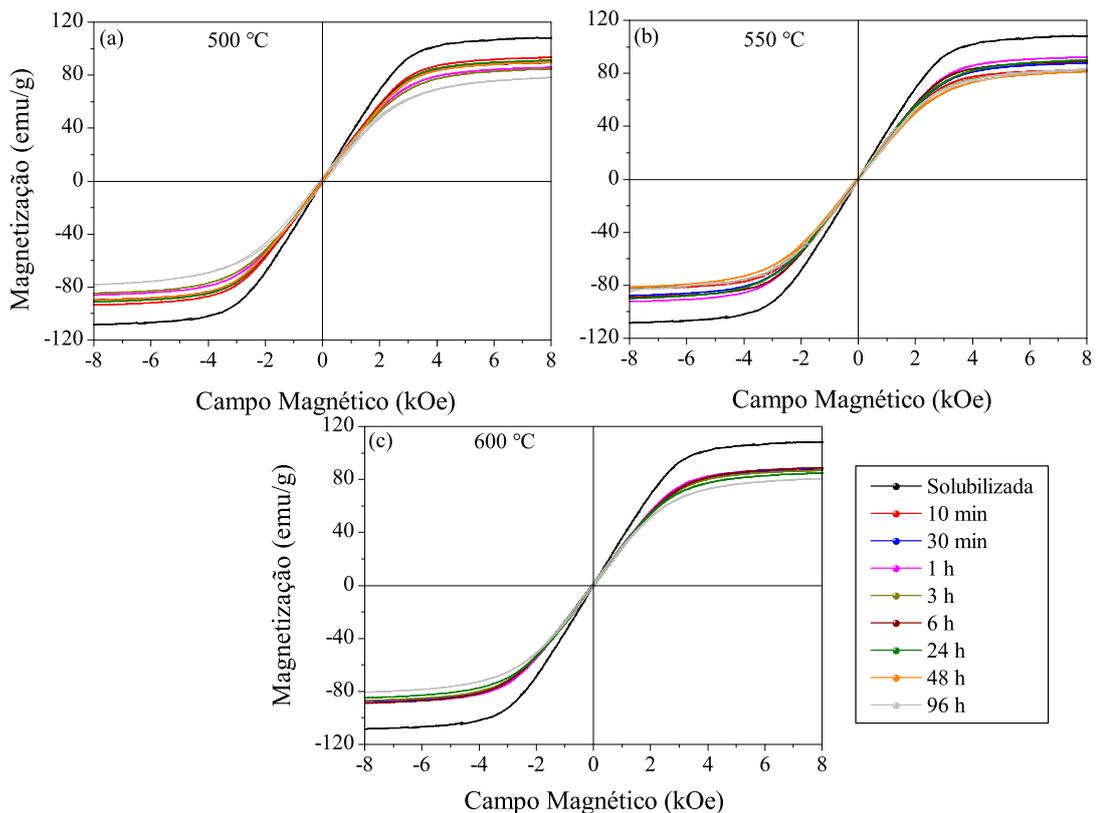
5.1 Aço superferrítico

5.1.1 Medidas magnéticas

5.1.1.1 Medidas de MAV

A Figura 31 ilustra as curvas de magnetização das amostras de aço superferrítico tratadas a 500 °C, 550 °C e 600 °C por 10 min, 30 min, 1 h, 3 h, 6 h, 24 h, 48 h e 96 h, além da solubilizada. Os dados referentes ao campo coercivo, a magnetização remanente e a magnetização de saturação estão organizados na Tabela 3.

Figura 31 – Curvas de magnetização das amostras de aço superferrítico envelhecidas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.



Fonte: Próprio Autor

Todas as amostras submetidas aos tratamentos térmicos de envelhecimento apresentaram valores de saturação magnética abaixo do valor registrado para a amostra solubilizada. O material apresenta pequena coercividade relativa (entre 14 Oe e 116 Oe) e baixa remanência

magnética (entre 0,50 emu/g e 3,20 emu/g) (ver Tabela 3). Baseado nessas informações o aço é classificado como um material ferromagnético mole com baixa remanência (86). Para todas as amostras é possível observar que os valores da magnetização de saturação estão situados na faixa entre 70 emu/g e 110 emu/g.

Tabela 3 – Medidas magnéticas das amostras de aço superferrítico envelhecidas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.

Amostra	H_c (Oe)	M_r (emu/g)	M_s (emu/g)
SFSOL	14,54	0,54	109,18
SF50010min	31,44	0,96	94,43
SF50030min	31,94	0,94	91,21
SF5001h	35,16	1,03	87,23
SF5003h	34,34	0,98	86,04
SF5006h	35,79	1,06	91,04
SF50024h	38,00	1,09	92,27
SF50048h	39,07	1,13	91,15
SF50096h	115,14	3,18	79,17
SF55010min	45,36	1,27	84,02
SF55030min	41,09	1,19	89,06
SF5501h	40,75	1,20	93,30
SF5503h	39,37	1,11	83,14
SF5506h	40,85	1,21	90,10
SF55024h	58,65	1,72	91,33
SF55048h	71,09	1,99	83,04
SF55096h	53,02	1,55	84,49
SF60010min	36,96	1,06	88,24
SF60030min	38,41	1,11	89,14
SF6001h	37,16	1,10	89,57
SF6003h	52,60	1,54	88,17
SF6006h	52,87	1,53	90,17
SF60024h	51,31	1,52	86,36
SF60096h	55,36	1,62	82,28

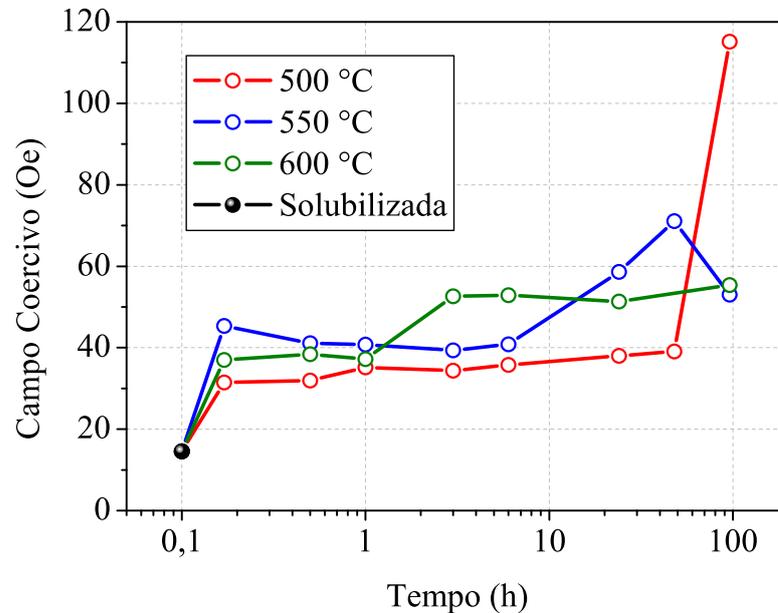
Fonte: Próprio Autor

A partir dos dados das curvas de magnetização apresentadas na Figura 31 e que constam na Tabela 3, foram extraídos os valores de campo coercivo H_c , magnetização remanente M_r e magnetização de saturação M_s . Esses valores estão ilustrados graficamente nas Figuras 32, 33, 34, respectivamente.

Com exceção da amostra tratada a 10 min, observa-se que as amostras envelhecidas a 500 °C não sofreram variações significativas até 48 h de tratamento térmico (Figura 32). Entre

48 h e 96 h foi observado grande aumento de H_c , onde foi registrado o valor de 115,14 Oe para essa condição de envelhecimento térmico. O valor anterior (para 48 h) foi de 39,07 Oe.

Figura 32 – Campo coercivo das amostras de aço superferrítico envelhecidas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.



Fonte: Próprio Autor

As amostras envelhecidas a 550 °C tiveram variações relevantes após 6 h de tratamento térmico. Até 48 h houve aumento do campo coercivo, seguido de redução até 96 h. Nessa amostra também foi registrado considerável aumento na coercividade da amostra envelhecida durante 10 min. Após 10 min, houve uma pequena redução até 30 min na coercividade e, a partir daí, não houve variações significativas até 6 h de tratamento.

Os tratamentos realizados a 600 °C causaram aumento do campo coercivo nas amostras envelhecidas entre 1 h e 3 h. A partir daí praticamente não houve variação significativa. Nas amostras tratadas a 500 °C e 550 °C, também foi registrado aumento da coercividade na amostra envelhecida durante os 10 min iniciais.

Em geral, verifica-se que em relação à amostra solubilizada, todas as amostras envelhecidas apresentaram valores superiores de campo coercivo. O que se observa é que a coercividade do material tende a aumentar com a evolução dos tratamentos térmicos. Para todas as temperaturas foi registrado aumento de H_c entre a amostra solubilizada e a tratada até 10 min, ou seja, no início dos tratamentos térmicos. Entre 10 min e 1 h não houve variações relevantes nos tratamentos realizados nas três temperaturas. Comportamento similar para a

coercividade foi registrado por Souza *et al.* (87) em ligas Fe-xMo-5Ni-0.05C submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento que observaram aumentos relevantes do campo coercivo no início dos tratamentos térmicos de envelhecimento em ligas de aço ferrítico contendo acima de 5% de molibdênio. Esses aumentos foram atribuídos ao teor de Mo da liga, já que o aumento no percentual de Mo favorece o processo de precipitação e contribui para o aumento da dureza magnética (87, 88). Nesse trabalho, o aço superferrítico utilizado possui em sua composição 5,9% de Mo. Como será visto no tópico de caracterização microestrutural, diversas fases ricas em Mo e Cr, principalmente, estão presentes na microestrutura das amostras.

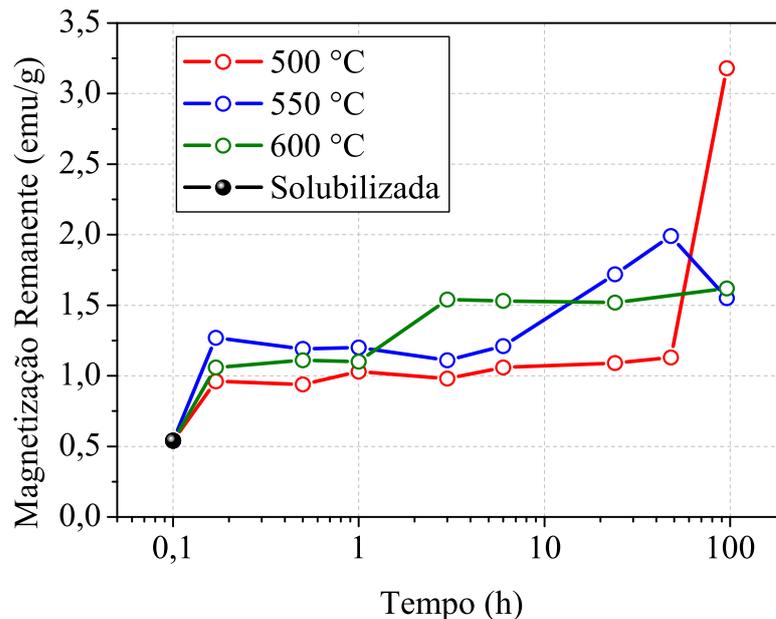
Variações significativas na coercividade foram registradas em tempos maiores de tratamentos térmicos. Para longos períodos de tratamentos, o comportamento magnético pode ser afetado por mudanças na morfologia e composição das fases precipitadas (89). Com isso, existe a possibilidade de alterações nas características das fases formadas nessa faixa de temperatura, principalmente, no que diz respeito à composição das mesmas. Mohapatra *et al.* (3) verificaram alterações na coercividade e associaram essas variações a mudanças na morfologia e composição dos precipitados ricos em Cr.

Nas amostras tratadas a 500 °C existe a possibilidade de formação de fase α' rica em Cr. Em geral, essas fases, que precipitam intensamente na temperatura de 475 °C, causam fragilização do aço e redução na resistência à corrosão (90). Moura *et al.* (91) realizaram estudos em aços inoxidáveis superferrítico contendo 25% de cromo e diferentes teores de molibdênio (5% e 7%) e observaram precipitação de fase α' na faixa de temperatura entre 300 °C e 550 °C. Esse processo de precipitação se mostrou mais intenso na temperatura de 475 °C (91). Os precipitados com essas características exercem profunda influência na dureza mecânica do material, bem como, na dureza magnética. Muitas vezes, considerados como aglomerados de Cr, a fase α' precipita em dimensões extremamente pequenas (na escala nanométrica) e possuem propriedades paramagnéticas (92).

Sobre a magnetização remanente (Figura 33), observa-se que houve um comportamento similar ao do campo coercivo. Os valores registrados para M_r são todos superiores ao da amostra solubilizada. O que se verifica é uma tendência de aumento da magnetização remanente nas amostras submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento. Destaque novamente para a amostra envelhecida a 500 °C durante 96 h, onde foi registrado grande aumento de M_r (3,18 emu/g).

Da mesma forma que o campo coercivo, a magnetização remanente sofre influência das fases precipitadas e defeitos microestruturais que atuam como sítios de ancoragem das paredes de domínio magnético (93). Os aumentos iniciais (até 10 min) na magnetização remanente estão associados a precipitação de fases que se opõem ao campo de desmagnetização e, assim, ao movimento das paredes de domínio magnético. O grande aumento da magnetização remanente verificado na amostra envelhecida a 500 °C durante 96 h pode ser atribuído à grande quantidade de fase paramagnética precipitada na matriz. Em particular a presença de fase α' pode ter sido a principal responsável pelo aumento da magnetização remanente. Atuando como sítios de ancoragem, essas fases dificultam os movimentos das paredes de domínio magnético tanto no processo de magnetização como durante a desmagnetização do material.

Figura 33 – Magnetização remanente das amostras de aço superferrítico envelhecidas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.

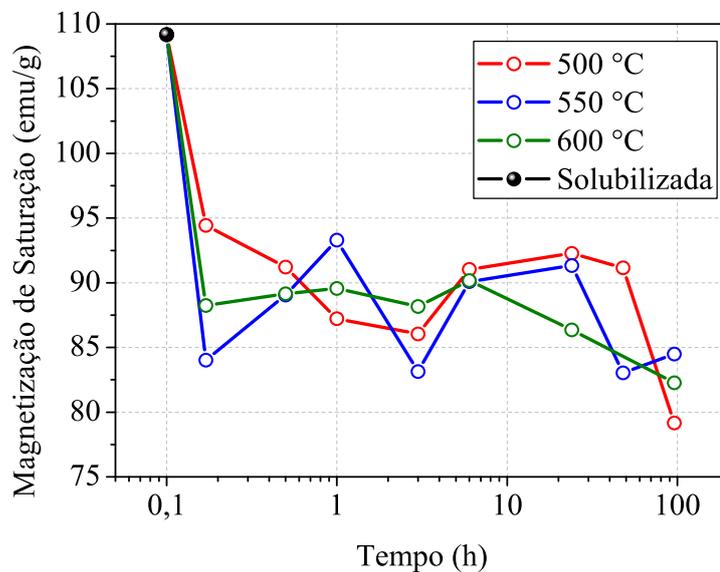


Fonte: Próprio Autor

Os gráficos da magnetização de saturação são apresentados na Figura 34. Os valores de M_s se mostraram bastante aleatórios em relação aos tempos de tratamentos térmicos. Praticamente não foi verificada nenhuma tendência única para as amostras tratadas nas três temperaturas. Somente na faixa compreendida entre 3 h e 96 h é que se verificou um comportamento similar nas três temperaturas, ou seja, aumento da M_s entre 3 h e 24 h seguido de redução após 24 h para as amostras tratadas a 500 °C e 550 °C. Porém, a amostra envelhecida a 600 °C apresentou redução no valor de M_s a partir de 6 h.

Em relação a amostra solubilizada todas as amostras apresentaram redução no valor da magnetização de saturação. Para o início do tratamento de envelhecimento, ou seja, após 10 min de exposição, destaca-se grande redução de M_s para todas as amostras. Após 10 min, a saturação magnética continuou reduzindo até o tratamento realizado durante 3 h. Para a amostra tratada a 550 °C houve aumento de M_s entre 10 min e 1 h, seguido de redução até 3 h. Não houve variações relevantes entre 10 min e 3 h para os tratamentos a 650 °C. As variações que ocorrem na magnetização de saturação em geral possuem comportamento inverso ao do campo coercivo e à magnetização remanente.

Figura 34 – Magnetização de saturação das amostras de aço superferrítico envelhecidas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.



Fonte: Próprio Autor

A magnetização de saturação tem relação direta com a composição da liga e com a composição das fases precipitadas. Como será visto, neste trabalho a austenita(γ) é uma fase presente em todas as etapas dos tratamentos térmicos realizados nos aços superferríticos (tópico 5.1.2.2). O aumento na quantidade de austenita (fase paramagnética) pode ser considerada como a principal responsável pela redução na magnetização de saturação (94). Entretanto, as reduções observadas na maioria das curvas referentes à esse parâmetro pode estar relacionada ao processo de aumento dos sítios de ancoragem bem como à distribuição dos elementos de liga nas fases existentes, inclusive na matriz. Além disso, características como morfologia das fases e composição estão associadas aos campos de desmagnetização originados a partir da presença dessas fases que se opõem ao processo de magnetização (64).

Os resultados obtidos das medidas de magnetização mostram que existe uma tendência no aumento da dureza magnética do material e na magnetização retida pela amostra durante evolução dos tratamentos térmicos. Esses dois parâmetros são analisados a partir das medidas de campo coercivo e magnetização remanente, respectivamente. São dois parâmetros de histerese magnética que estão diretamente ligados ao processo de ancoragem das paredes de domínio (51, 57). O aumento dos tempos e temperaturas de tratamentos térmicos intensificam, de forma geral, o mecanismo de ancoragem das paredes de domínio magnético devido à precipitação de fases. Entretanto, dependendo do tempo de tratamento, essas as fases precipitadas sofrem alterações em suas dimensões, morfologias e composição que, de certa forma, influenciam no movimento das paredes de domínio (55, 51).

Os resultados mostram que a intensificação do processo de ancoragem das paredes de domínio ocorre já no início dos tratamentos realizados nas três temperaturas. Esses registros evidenciam que o início do processo de precipitação ocorre no início dos tratamentos térmicos.

O aumento da fração volumétrica de precipitados ricos em Cr é um mecanismo promissor para explicar o comportamento da coercividade em ligas com elevado teor de Cr. Em particular, para o tratamento realizado na temperatura de 500 °C durante 96 h, o aumento excessivo da coercividade reflete a intensa precipitação de α' . Esta afirmação é reforçada consideravelmente com os resultados obtidos nos ensaios de microdureza. Os mecanismos pelos quais o movimento da parede é impedido por inclusões paramagnéticas, estão relacionados ao tamanho relativo dessas inclusões em comparação com a espessura da parede. O processo de ancoragem torna-se mais eficaz quando o diâmetro das inclusões são aproximadamente iguais às espessuras das paredes de domínio (6). No caso do ferro, a espessura (δ) da parede pode ser obtida pela expressão dada por

$$\delta = \sqrt{\frac{0,3kT_c\pi^2}{4Ka}} \quad (5.1)$$

onde k é a constante de Boltzmann, T_c é a temperatura de Curie (para o ferro $T_c = 1.043 K$), K é uma constante de anisotropia e a é o parâmetro de rede. Para o caso do ferro, a espessura da parede tem dimensões da ordem de 30 nm, ou seja, uma aproximação da ordem das dimensões das fases α' precipitadas e de alguns carbonetos (47, 44).

Durante a precipitação de fases ricas em Cr, a redução do teor de Cr também ocorre na matriz (95). No material analisado observa-se redução tanto do teor de Cr como no percentual

de Mo na matriz enquanto as fases precipitadas são ricas nesses elementos. Essa mudança nas condições da matriz também altera as propriedades de histerese magnética das ligas por meio da mudança de parâmetros intrínsecos, como a anisotropia cristalina e o coeficiente de magnetostricção, além de afetar o momento magnético líquido da amostra causando, assim, redução na magnetização de saturação (95, 47).

Os mecanismos que afetam as propriedades magnéticas dos aços através do processo de ancoragem das paredes de domínio magnético influenciam, também, fortemente outro parâmetro associado à histerese magnética e bastante sensível à presença de fases paramagnéticas. Esse parâmetro é o ruído magnético de Barkhausen, o qual será discutido no próximo tópico.

5.1.1.2 Medidas de RMB

As Figuras 75, 76 e 77 contidas no apêndice A mostram os sinais referentes às medidas de RMB das amostras de superferrítico tratadas a 500 °C, 550 °C e 600 °C, respectivamente. Os tratamentos foram realizados para a amostra solubilizada e envelhecidas durante os tempos de 1 h, 3 h, 6 h e 24 h.

A Tabela 4 mostra os valores de intensidade do sinal. Esses valores correspondem ao *rms* do sinal de RMB, ou seja, o valor quadrático médio das intensidades dos sinais medidos. A partir dos dados apresentados na Tabela 4 foram obtidos os gráficos da Figura 35.

Tabela 4 – Valores *rms* dos sinais de RMB das amostras de aço superferrítico.

Amostra	valor <i>rms</i> de RMB	
	região A	região B
SFSOL	0,074	0,122
SF5001h	0,046	0,048
SF5003h	0,050	0,076
SF5006h	0,032	0,052
SF50024h	0,036	0,034
SF5501h	0,067	0,073
SF5503h	0,081	0,155
SF5506h	0,087	0,095
SF55024h	0,036	0,085
SF6001h	0,082	0,102
SF6003h	0,043	0,074
SF6006h	0,029	0,033
SF60024h	0,025	0,031

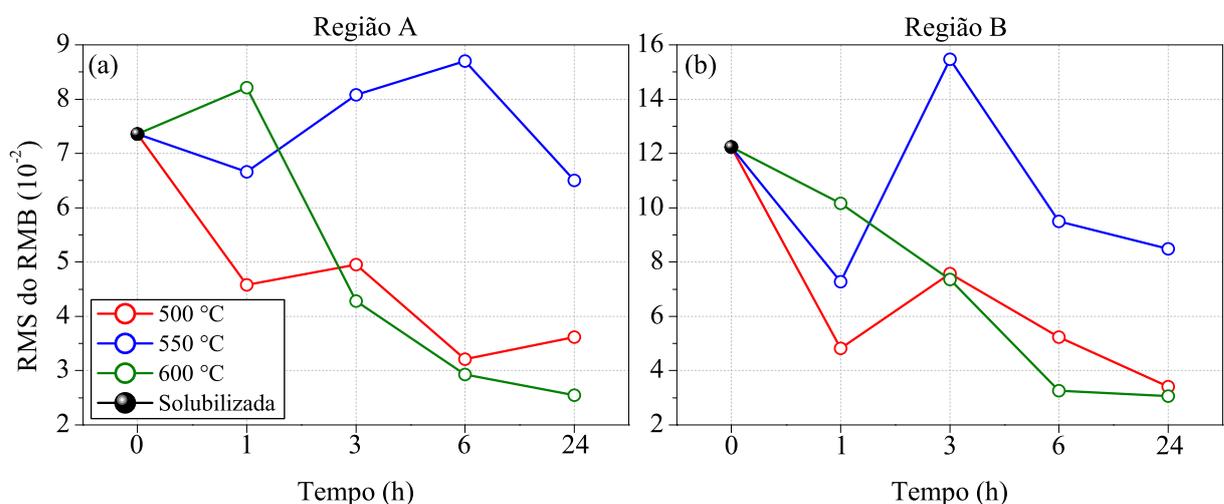
Fonte: Próprio Autor

Os gráficos da Figura 35a mostram uma tendência de diminuição da intensidade do sinal obtido na região A para as amostras tratadas a 500 °C e 600 °C. Para a amostra tratada a 600 °C foi verificado aumento entre a solubilizada e a tratada durante 1 h. Após esse tempo houve redução até a amostra tratada durante 24 h. Verificou-se também aumento entre 1 h e 3 h e entre 6 h e 24 h para a amostra envelhecida a 500 °C. Entre os intervalos correspondentes à amostra solubilizada e 1 h, e de 3 h a 6 h, houve redução na intensidade do sinal para essa mesma temperatura. Os tratamentos térmicos realizados a 500 °C acarretaram redução na intensidade do RMB entre a solubilizada e a tratada durante 1 h, seguido de aumento até 6 h. A partir desse tempo foi registrado redução do sinal até 24 h.

Os gráficos mostrados na Figura 35b ilustram as medidas de intensidade do sinal de RMB realizadas na região B das amostras. Em geral, nesta região, a intensidade do sinal é maior do que as realizadas no ponto A.

Em relação às variações dos valores registrados, o que se observa é um comportamento, em geral, semelhante aos valores registrados na região A das amostras. Algumas diferenças podem ser observadas, por exemplo, na amostra tratada a 500 °C onde houve redução do valor do sinal após 3 h, o mesmo acontecendo com as amostras envelhecidas a 550 °C. Além disso, as variações registradas para as amostras envelhecidas a 550 °C na região B foram maiores que as registradas no região A para essa mesma temperatura. Para as amostras envelhecidas a 600 °C, houve redução na intensidade do sinal durante a evolução dos tratamentos térmicos.

Figura 35 – Valores *rms* do sinal de RMB das amostras de aço superferrítico tratadas a 500 °C, 550 °C e 600 °C agrupados por região de medida.



Fonte: Próprio Autor

A Figura 36 mostra os resultados agrupados por temperatura onde é possível comparar as medidas de RMB realizadas numa mesma amostra para diferentes temperaturas e realizadas nas duas regiões diferentes (região A e região B).

As leituras realizadas numa mesma linha vertical (nos gráficos) se referem à medidas feitas numa mesma amostra, porém, em regiões diferentes. É importante salientar que as regiões A e B se referem, respectivamente, às medidas mínima e máxima do sinal de RMB verificadas após uma varredura completa em toda a amostra.

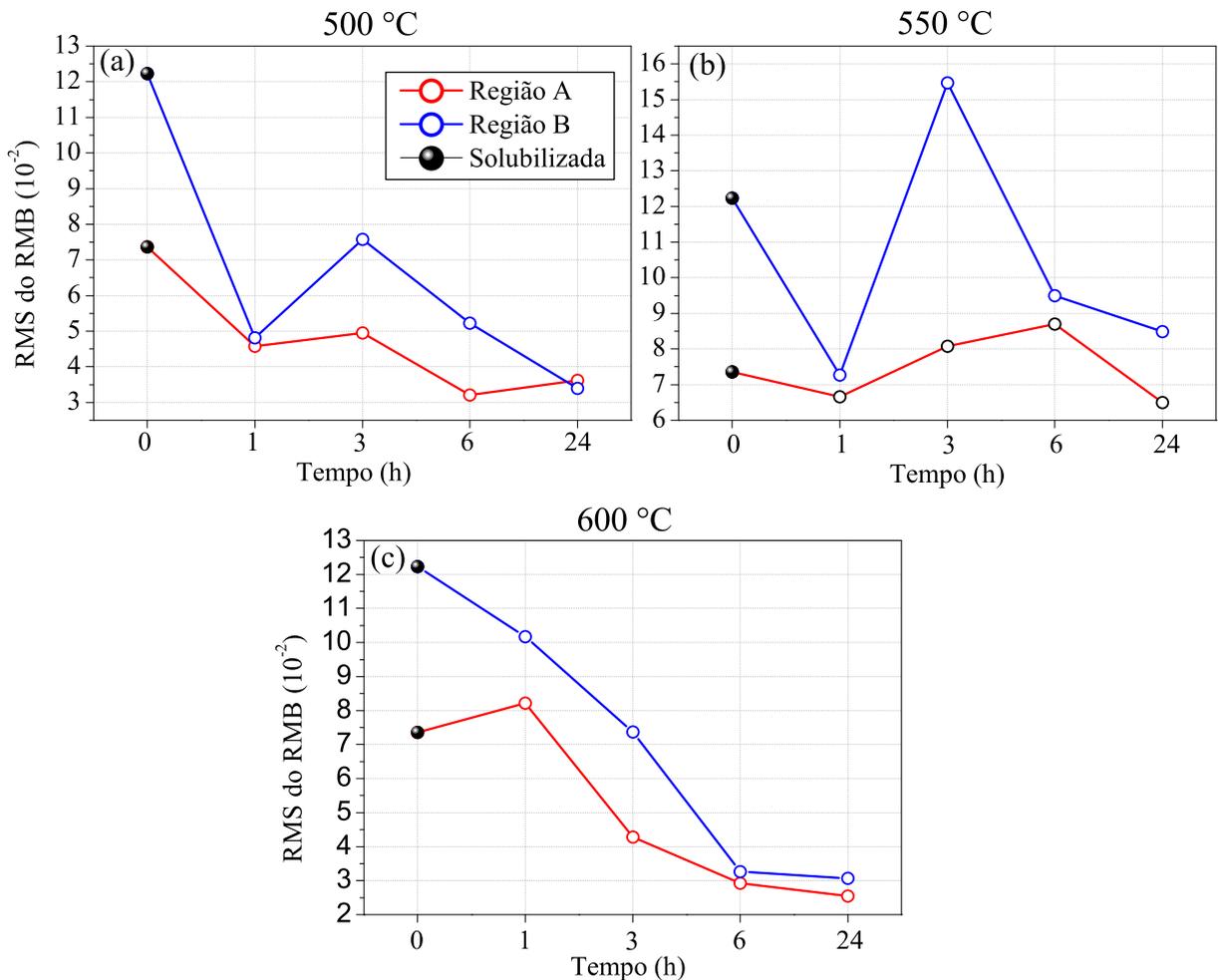
A separação entre as curvas referentes às medidas na região A (curvas em vermelho) e região B (curvas em azul) reflete o grau de heterogeneidade das amostras no que diz respeito às intensidades do sinal de RMB. Quanto mais separados estiverem os dois gráficos mais heterogênea (para o RMB) será a amostra. Os resultados ilustrados na Figura 36 mostram que a amostra solubilizada é bastante heterogênea em relação aos sinais de RMB. Isso é verificado pela grande separação entre os pontos que representam as leituras iniciais nos gráficos (pontos em preto). As amostras tratadas durante 1 h se mostram mais homogêneas em relação ao sinal de RMB. Para a temperatura de 500 °C praticamente não houve separação dos pontos que representam as medidas na região A e na região B. Essa dispersão aumenta para as temperaturas de 550 °C e 600 °C, nessa ordem.

Nas medidas realizadas na amostra tratada a 550 °C durante 3 h foi onde se observou maior heterogeneidade quando comparada com todas as outras medidas. Nesse tempo de tratamento térmico, a dispersão entre as medidas nas regiões A e B na amostra envelhecida a 500 °C foi praticamente nula. A amostra envelhecida a 600 °C possui uma relativa dispersão, porém, bem menor que a registrada para a temperatura de 550 °C.

As dispersões dos sinais obtidos para as amostras tratadas durante 6 h mostraram um comportamento oposto ao descrito para as de 1 h. A amostra se torna menos heterogênea em sua extensão à medida em que se aumentam as temperaturas de envelhecimento. Os pontos que representam as medidas realizadas em A e B nas amostras, vão se aproximando tornando-se quase coincidentes como visto no gráfico para a temperatura de 600 °C. Por fim, as amostras tratadas durante 24 h se mostraram com pouca dispersão aos sinais de RMB. Somente na amostra envelhecida a 550 °C é que houve uma separação relevante nos valores dos sinais.

Fazendo-se uma análise geral sobre os resultados de RMB, o que se observa é que os tratamentos térmicos de envelhecimento fizeram com que as amostras se tornassem mais homogêneas em relação ao sinal de RMB, quando comparadas com a amostra solubilizada.

Figura 36 – Valores *rms* do sinal de RMB das amostras de aço superferrítico tratadas a 500 °C, 550 °C e 600 °C agrupados por temperatura de envelhecimento.



Fonte: Próprio Autor

Com exceção das amostras tratadas a 550 °C durante 3 h, onde foi registrada grande dispersão nos valores do sinal. É importante ressaltar que os tratamentos térmicos foram realizados em placas com dimensões de 10,00 cm x 10,00 cm x 1,00 cm. Ao serem resfriadas bruscamente, foi observado que o resfriamento ocorre das bordas das amostras para as regiões mais internas. Como a temperatura de solubilização é bem maior que as de envelhecimento térmico, esse fator pode ter sido relevante para causar essa heterogeneidade na amostra solubilizada, em relação às demais.

Os resultados obtidos dos ensaios de RMB verifica-se que estão, em sua maioria, de acordo com as medidas de campo coercivo e magnetização remanente. O aumento da densidade de pontos de ancoragem causam redução na intensidade do sinal de RMB. Como foi verificado, o campo coercivo e a magnetização remanente aumentaram com a evolução dos tratamentos térmicos em uma mesma temperatura, em paralelo a essa tendência, foram registradas reduções

nas intensidades do sinal de RMB. O'Sullivan *et al.* (96) verificaram uma relação inversa entre a coercividade e o sinal de RMB no aço inoxidável ferrítico AISI 430 submetido a tratamentos térmicos. Os autores associaram as alterações nos parâmetros magnéticos às mudanças nos níveis de densidade de discordâncias. Essa mesma relação inversa, entre a coercividade e o sinal de RMB, também foi verificada por Mohapatra *et al.* (89) em um aço 5Cr-0.5Mo submetido a tratamentos térmicos de envelhecimento. Outro parâmetro microestrutural que influencia o sinal de RMB é o tamanho dos grãos de ferrita. Em geral, o aumento no tamanho de grão acarreta em aumento no sinal de RMB (65, 97). Nesse trabalho, não foram relacionados os dados de RMB com os tamanhos de grãos de ferrita, porém, devido à tendência de redução nas intensidades dos sinais, a maior influência pode estar associada à formação de fases precipitadas na matriz ferrítica.

A redução do sinal RMS do RMB tem relação direta com o a precipitação de fases que se opõem ao processo de magnetização e, assim, atuam como sítios de ancoragem das paredes de domínio. A precipitação de fases acarreta em redução no sinal de RMB, entretanto, durante os tratamentos térmicos podem ocorrer o coalescimento dessas fases dando origem a fases mais massivas e de maiores dimensões, fazendo com que o sinal de RMB aumente e ocorra redução da coercividade em função da diminuição da quantidade de pontos de ancoragem das paredes de domínio magnético (98). A formação e o crescimento de carbonetos, em particular do tipo $Cr_{23}C_6$ exercem influência direta nas propriedades magnéticas dos aços. Esses carbonetos induzem campos de desmagnetização que restringem os movimentos das paredes de domínio magnético (99). Como será visto na seção 5.1.2, houve intensa precipitação de carbonetos $Cr_{23}C_6$ em diferentes condições após os tratamentos térmicos.

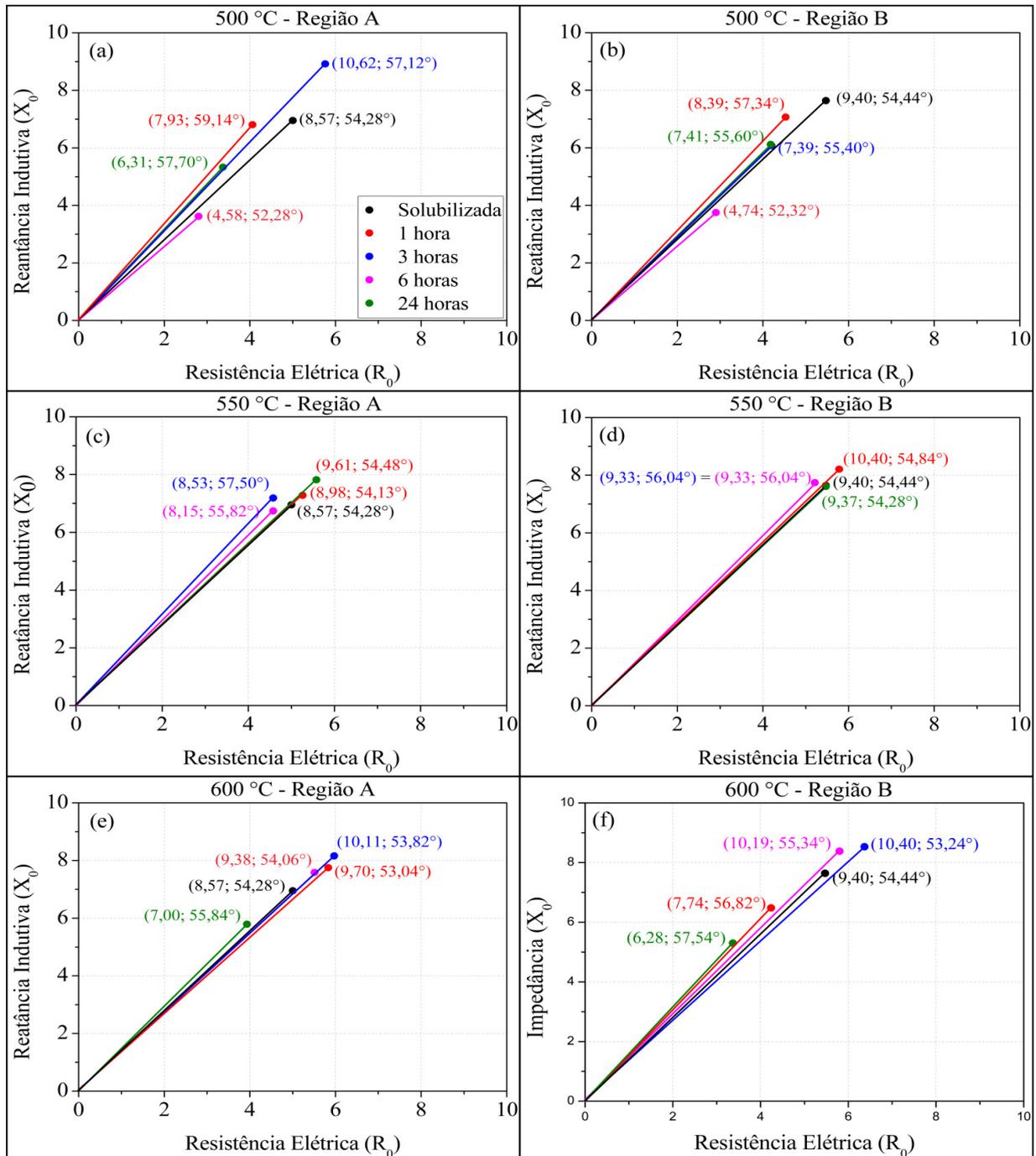
Convém ressaltar, que as medidas de RMB foram realizadas nas placas confeccionadas para esse ensaio, com isso, é possível que os tratamentos térmicos das amostras, possivelmente, originaram regiões bastante heterogêneas na microestrutura. Além disso, o RMB é uma medida local e não global como ocorre com as medidas realizadas no MAV. Com isso, sofre influências das características microestruturais nos locais de medição.

5.1.1.3 Medidas de correntes parasitas

As medidas de impedância foram realizadas nas mesmas regiões e mesmos pontos onde foram feitas as medidas de RMB. A Figura 37 mostra as medidas distribuídas em gráficos traçados de acordo com um sistema de coordenadas polares. A partir desses gráficos é possível

analisar o grau de dispersão relativa dos resultados obtidos para os tratamentos realizados nas regiões A e B a uma mesma temperatura com tempos de tratamentos térmicos diferentes.

Figura 37 – Medidas de impedância em coordenadas polares para as amostras tratadas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.



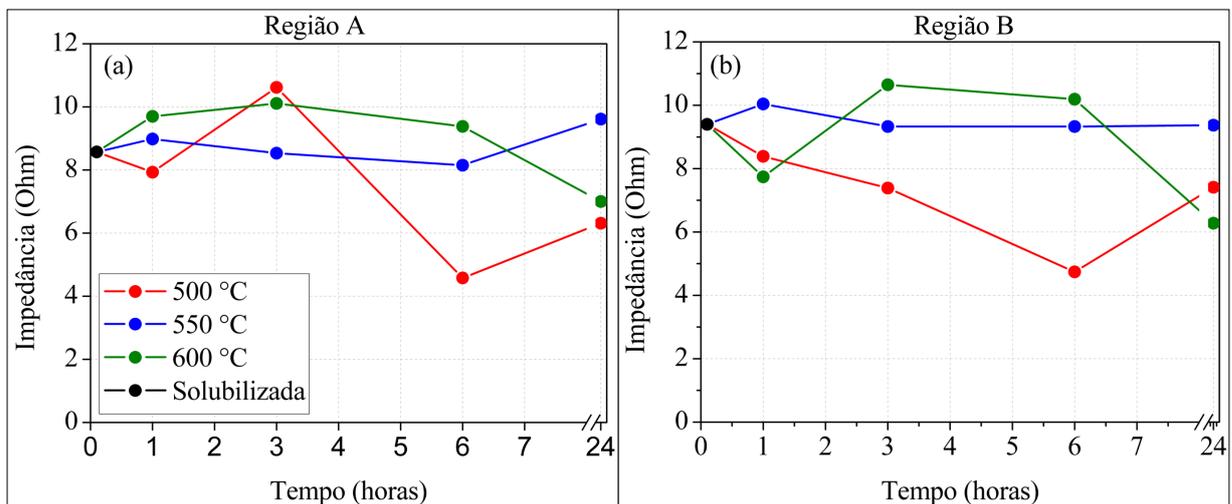
Fonte: Próprio Autor

Nos gráficos das Figuras 37a e 37b os resultados mostraram-se bastante dispersos. As amostras tratadas a 500 °C tiveram variações consideráveis em suas propriedades associadas

a impedância. Esse efeito está relacionado a consideráveis alterações na microestrutura das amostras que causam variações nos parâmetros que refletem na resistência elétrica das amostras. O mesmo acontece com as amostras tratadas a 600 °C (Figuras 37e e 37f). Nas amostras tratadas a 550 °C (Figuras 37c e 37d) houve diminuição na dispersão dos resultados. Nas amostras tratadas a 550 °C os pontos nos gráficos que representam os resultados de impedância estão situados bem próximos uns dos outros. Inclusive, para as amostras tratadas durante 3 h e 6 h nesta temperatura, os valores são coincidentes nas medidas realizadas na região B (Figura 37d).

A Figura 38 apresenta os gráficos com os valores de impedância em função do tempo de tratamento térmico. Esses resultados também estão contidos nos gráficos da Figura 37. Entretanto, essa forma de apresentação dá condições de analisar a evolução dos valores de impedância com os tempos de tratamento térmico realizado nas amostras. As maiores variações ocorreram para os tratamentos na temperatura de 500 °C. Para as medidas na região A a esta temperatura, os valores oscilaram relativamente aos tempos de tratamentos, enquanto que na região B houve uma tendência de redução da impedância no intervalo entre a amostra solubilizada e a tratada durante 6 h seguido de aumento entre esta última e a tratada durante 24 horas.

Figura 38 – Medidas de impedância em função dos tempos de tratamentos térmicos para as amostras tratadas a 500 °C, 550 °C e 600 °C.

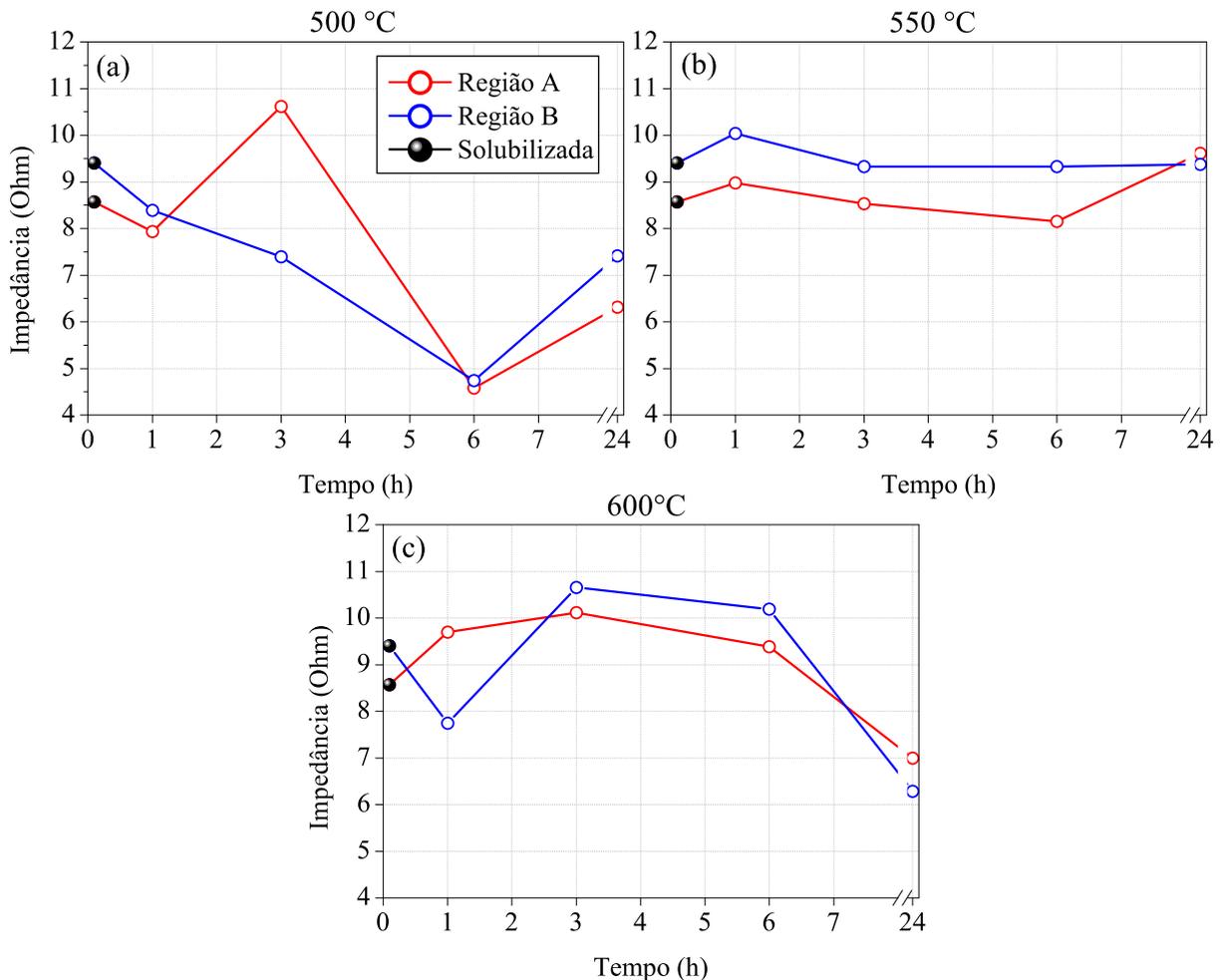


Fonte: Próprio Autor

Para a amostra tratada a 600 °C houve redução nos valores de impedância entre as amostras tratadas durante 3 horas e 24 horas. Como já comentado anteriormente, para as medidas de impedância, praticamente não foi verificada nenhuma tendência de aumento ou redução desse parâmetro nos tratamentos realizados a 550 °C.

Para análise das dispersões dos resultados nas medidas realizadas numa mesma amostra, os gráficos foram traçados fixando-se a temperatura temperatura como mostra a Figura 39.

Figura 39 – Gráficos das medidas de impedância das amostras tratadas a (a) 500 °C, (b) 550 °C e (c) 600 °C.



Fonte: Próprio Autor

Observa-se relativa dispersão para os resultados a 500 °C entre as amostras tratadas a 3 h (gráficos da Figura 39a). Praticamente não houve separação dos pontos referentes às medidas realizadas na região A e na região B para o tratamento térmico de 6 h. Nos tratamentos realizados durante 1 h e 6 h houve pequena dispersão nos resultados.

Nas amostras tratadas a 550 °C os gráficos mostram que as amostras seguiram um mesmo padrão de resultados até a tratada durante 6 h (gráficos da Figura 39b). Em relação às envelhecidas durante 24 h, as amostras se mostraram praticamente homogêneas para as medidas de impedância. Comportamento similar foi registrado para os tratamentos a 600 °C. Com exceção da amostra tratada durante 1 h, onde houve aumento da Z_0 medido no ponto A entre a amostra

solubilizada e a envelhecida nesse tempo, enquanto para a medida realizada na região B houve redução de Z_0 . Nas amostras solubilizadas houve pequena dispersão.

Comparando-se os resultados de impedância com os resultados de RMB, o que se observa é uma concordância nas variações dos resultados em alguns intervalos de medidas. Por exemplo, para as temperaturas de 500 °C e 600 °C entre a solubilizada e a tratada durante 1 h é possível identificar essa sincronia dos resultados. Para as amostras envelhecidas a 500 °C as variações ocorridas (em termos de aumentos e reduções) tiveram, em geral, o mesmo comportamento em todos os tratamentos; única exceção para a medida na região B entre 6 h e 24 h.

Os tratamentos realizados a 550 °C diferem bastante no comportamento dos gráficos de RMB e impedância. Para os tratamentos a 600 °C é possível observar sincronia entre os valores de RMB e impedância para as amostras tratadas a partir de 3 h, porém, com intervalos de variações não correspondentes. Isso se verifica pois a variação ocorrida entre 3 h e 6 h teve uma queda mais acentuada no gráfico de RMB quando comparada com intervalo entre 6 h e 24 h no mesmo gráfico. Nos gráficos de impedância ocorre o inverso nesse mesmo intervalo.

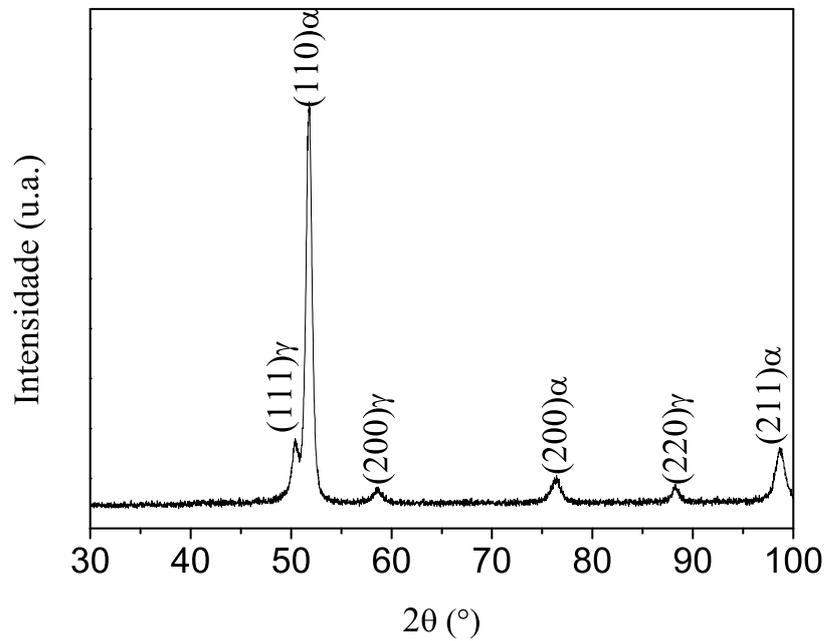
Constata-se assim que as alterações microestruturais ocorridas em determinados intervalos e temperaturas de envelhecimento térmico afetam da mesma forma os valores de impedância e RMB registrados. Entretanto, a precipitação de determinadas fases podem alterar de forma diferente a resposta do material aos dois ensaios. Dependendo das características e propriedades das fases precipitadas, as influências podem ocorrer diferentemente em relação à sensibilidade dos ensaios de RMB e correntes parasitas. A análise detalhada da microestrutura é necessária para avaliar essas influências. Além disso, condições envolvendo distribuições de tensões internas no material exercem influência direta nos resultados de RMB e impedância, pois as medidas são feitas em determinadas regiões da amostra.

5.1.2 Análise microestrutural

5.1.2.1 Difração de raios-X

O difratograma da amostra de aço superferrítico tratada a 500 °C por 3 h é mostrado na Figura 40. Os picos de difração são característicos da fase α -Fe com planos cristalográficos $(110)\alpha$, $(200)\alpha$ e $(211)\alpha$. Essa fase apresenta estrutura cristalina cúbica de corpo centrado. No mesmo difratograma é registrado a presença da fase austenita γ -Fe e seus planos cristalográficos $(111)\gamma$, $(200)\gamma$ e $(220)\gamma$. A fase γ -Fe possui uma estrutura cristalina cúbica de face centrada.

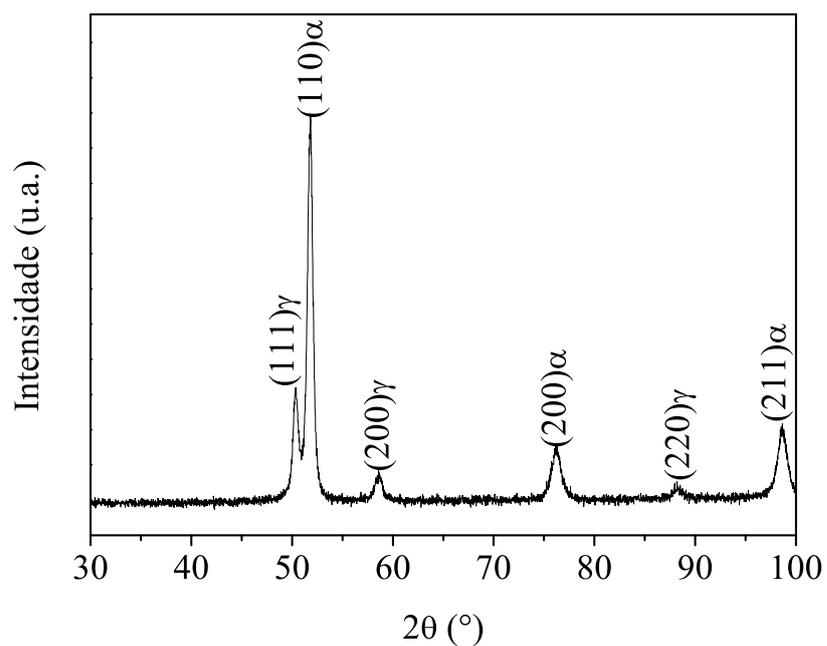
Figura 40 – Difratoograma de raio-X da amostra de aço superferrítico tratada a 500 °C durante 3 horas.



Fonte: Próprio Autor

A Figura 41 mostra o padrão de difração de uma amostra de aço superferrítico tratada a 500 °C durante 3 horas. Os mesmos picos referentes às fases α -Fe e γ -Fe estão presentes no difratograma.

Figura 41 – Difratoograma de raio-X da amostra de aço superferrítico tratada a 550 °C durante 3 horas.



Fonte: Próprio Autor

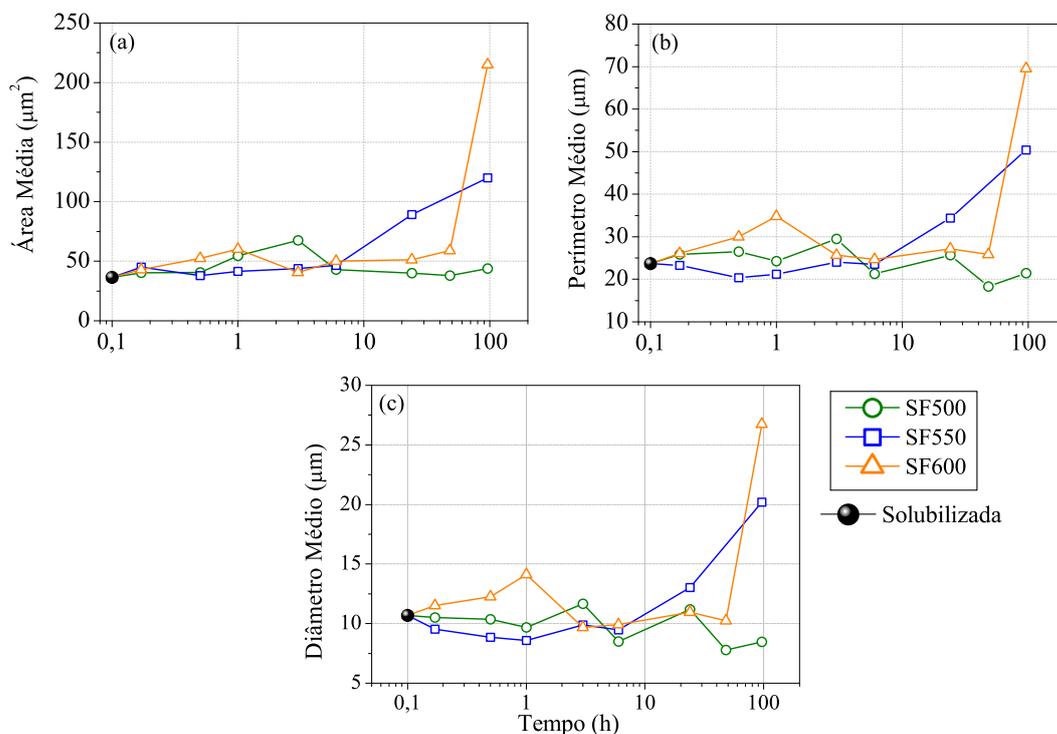
Verifica-se que não é possível visualizar picos referentes a fases precipitadas (fases intermetálicas) na matriz ferrítica do aço. Desta forma, faz-se necessário a utilização de outras técnicas de caracterização microestrutural, como microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura para visualização de fases precipitadas.

5.1.2.2 Análise da distribuição de austenita

A partir das imagens obtidas por microscopia ótica foi feita a análise da distribuição de austenita na matriz ferrítica do aço superferrítico. Esse estudo foi realizado para a amostra solubilizada e para as amostras tratadas nas temperaturas de 500 °C, 550 °C e 600 °C. As micrografias e os histogramas de distribuição podem ser vistos no apêndice B.

A Figura 42 mostra os gráficos obtidos a partir dos valores calculados para a área média, perímetro médio e o diâmetro médio (gráficos das Figuras 42a, 42b e 42c, respectivamente). Esses parâmetros foram utilizados para análise das características da austenita precipitada na matriz.

Figura 42 – Distribuição de austenita na matriz do aço superferrítico. (a) Área média; (b) perímetro médio e (c) diâmetro médio.



Fonte: Próprio Autor

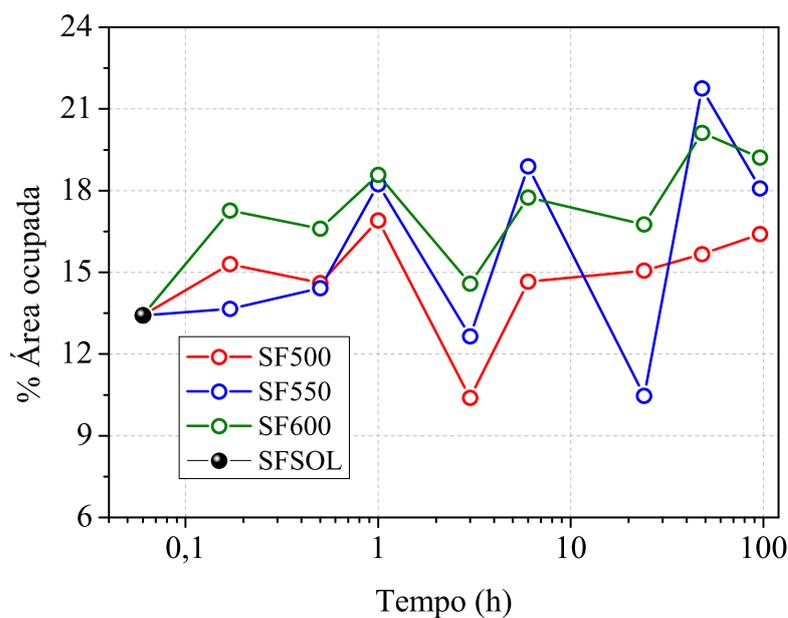
É possível verificar que existe um padrão de variação, envolvendo aumentos e diminuições, tanto para os três parâmetros analisados como para as três temperaturas, ou seja, onde há aumentos no área média, por exemplo, observa-se comportamento similar na perímetro médio e diâmetro médio.

Em relação à evolução desses parâmetros com o tempo de tratamento térmico, registrou-se que as variações mais relevantes ocorreram nos tratamentos realizados a 600 °C. Destaque para a temperatura entre 48 h e 96 h onde foi registrado aumento considerável nos três parâmetros. Nessa mesma temperatura foi verificado aumento do perímetro médio e do diâmetro médio entre a amostra solubilizada e a amostra envelhecida até 1 h. Após esse tempo houve redução dos dois parâmetros até 6 h. Entre 6 h e 48 h de tratamento não houve variações relevantes.

Para as amostras tratadas a 500 °C não foi registrada nenhuma tendência nos parâmetros analisados. Os valores oscilaram nos três parâmetros analisados. Nos tratamentos térmicos realizados a 550 °C houve aumento nos três parâmetros a partir dos tratamentos realizados com tempos acima de 6 h. Antes disso, não houve consideráveis variações.

A Figura 43 mostra a quantificação do percentual de austenita presente na matriz do aço superferrítico após os tratamentos térmicos. O percentual de área ocupada é calculado levando-se em conta a área ocupada pela fase- γ em comparação com a área total da imagem.

Figura 43 – Percentual de área ocupada pela fase γ na matriz.



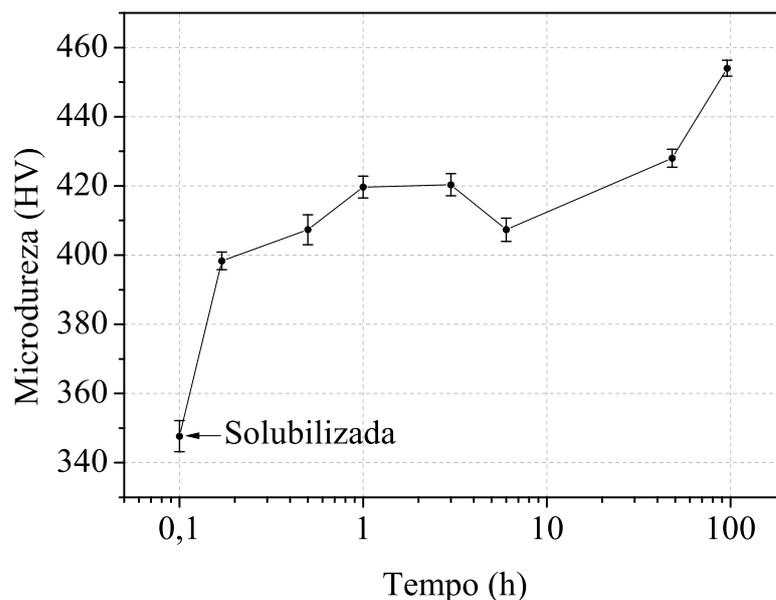
Fonte: Próprio Autor

Os gráficos apresentam, em sua maior parte, comportamentos similares de aumento e diminuição do parâmetro analisado. Destaque para as amostras envelhecidas em todas as temperaturas durante 3 h, onde foi registrado redução no percentual de fase- γ seguido de aumento até o 6 h. Para a amostra envelhecida a 550 °C, foi registrado redução entre os tempos de 6 h e 24 h, seguido de considerável aumento até 48 h. Por fim, nessa mesma temperatura, o percentual de austenita foi reduzido até 96 h.

5.1.2.3 Microdureza

Devido a possibilidade de precipitação de partículas α' para as amostras tratadas a 500 °C foram realizadas medidas de microdureza. A figura 44 mostra a evolução da dureza em função do tempo de tratamento térmico.

Figura 44 – Microdureza Vickers das amostras de aço superferrítico tratadas a 500 °C.



Fonte: Próprio Autor

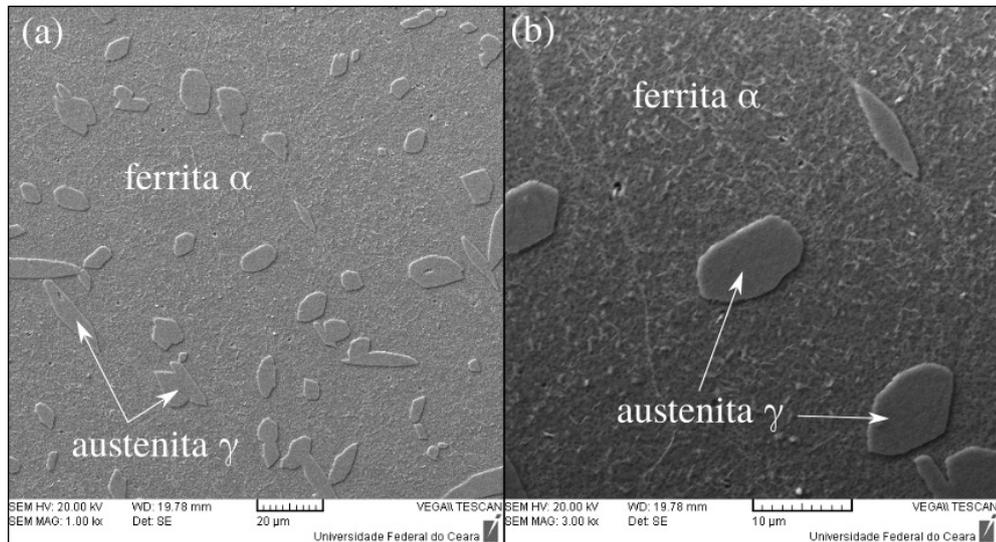
Como se observa, com exceção da amostra tratada durante 6 h, o que se registrou foi o aumento da dureza do material em função do tempo de tratamento térmico. Esse aumento está associado à precipitação de fase α' na matriz ferrítica. Com isso, pode-se associar o aumento do campo coercivo verificado nas amostras tratadas à 500 °C à intensa precipitação de α' . Partículas α' precipitam comumente em temperaturas próximas de 475 °C e são comumente associadas ao aumento da dureza mecânica e da dureza magnética em aços inoxidáveis (100, 101).

5.1.2.4 Microscopia eletrônica de varredura

Nessa seção serão apresentados os resultados de maior relevância obtidos por microscopia eletrônica de varredura. Serão mostradas micrografias e análises de composição de determinadas regiões e pontos de interesse, além de informações de fases precipitadas.

A Figura 45a mostra a micrografia obtida para a amostra do aço inoxidável superferítico submetida a tratamento térmico de solubilização (SFSOL). O tratamento de solubilização não foi suficiente para a homogeneização da matriz. É possível visualizar a presença de austenita com morfologia, em sua maioria, globular, além de pequenos elementos em forma de agulhas, em escala nanométrica, distribuídos em toda a matriz ferrítica (Figura 45b).

Figura 45 – Micrografias obtidas por MEV da amostra SFSOL.

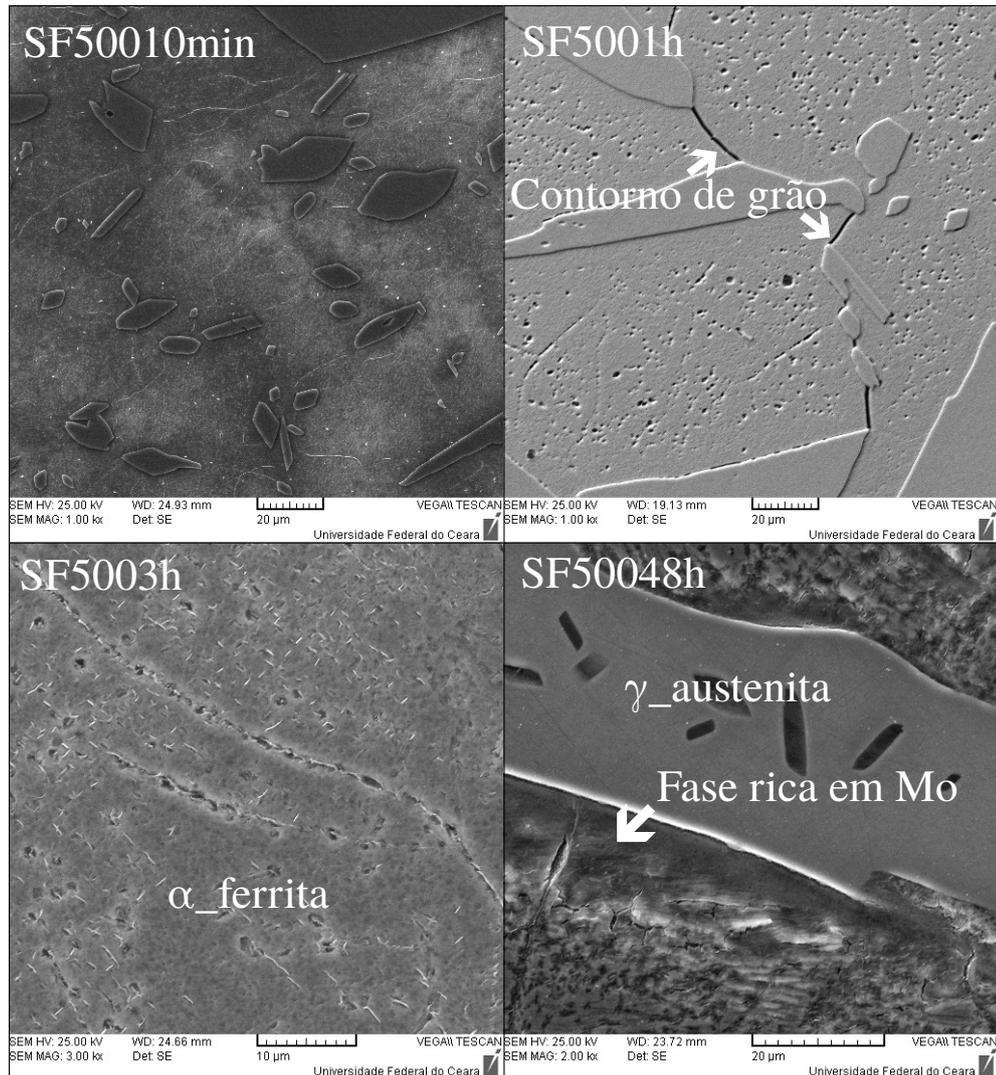


Fonte: Próprio Autor

A Figura 46 apresenta micrografias das amostras tratadas a 500 °C durante 10 minutos, 1 h, 3 h e 48 h. Para a amostra SF50010min verifica-se a presença de austenita, ainda com morfologia globular, porém, é possível também visualizar a presença dessa fase em formatos mais alongados.

Na amostra SF5001h é possível visualizar diversos pontos indicando vazios. Além disso, foi revelado, no contorno de grão da ferrita, indicação de crescimento de austenita a partir do contorno de grão.

Figura 46 – Micrografia obtida por MEV das amostras tratadas a 500 °C.

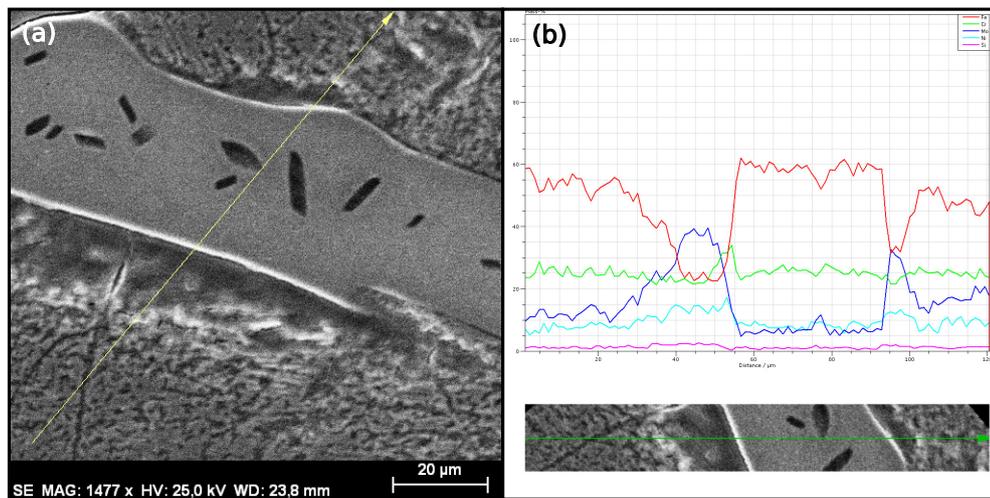


Fonte: Próprio Autor

Na amostra SF5003h verifica-se a presença de fases precipitadas na matriz com morfologias de pequenas agulhas. Observa-se distribuição dessas fases em toda a matriz e nos contornos de grão da ferrita.

Ainda na Figura 46, na amostra SF50048h foi registrada a formação de uma fase rica em Mo na interface austenita-ferrita. A Figura 47 mostra a análise da composição em linha nessa amostra. A Figura 47a ilustra a linha de análise enquanto a Figura 47b mostra a distribuição dos elementos químicos. Essa análise confirma a existência de uma região rica em molibdênio. Distanciando-se da interface ferrita-austenita, no interior da ferrita, a composição se redistribui.

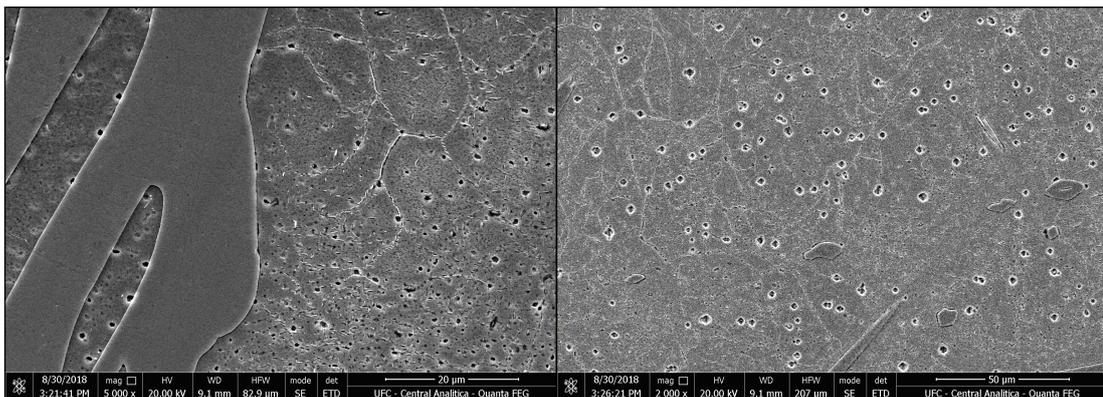
Figura 47 – Linha de composição obtida por EDS da amostra SF50048h: (a) micrografia da região analisada e (b) gráfico de composição.



Fonte: Próprio Autor

Na Figura 48 é possível visualizar a microestrutura da amostra tratada a 500 °C durante 6 horas. A região que se apresenta homogênea corresponde a fase γ . O restante é a matriz ferrítica, onde é possível visualizar os contornos de grãos da ferrita e cavidades espalhadas por toda a matriz. Nota-se que essas cavidades não são visualizadas na região da austenita.

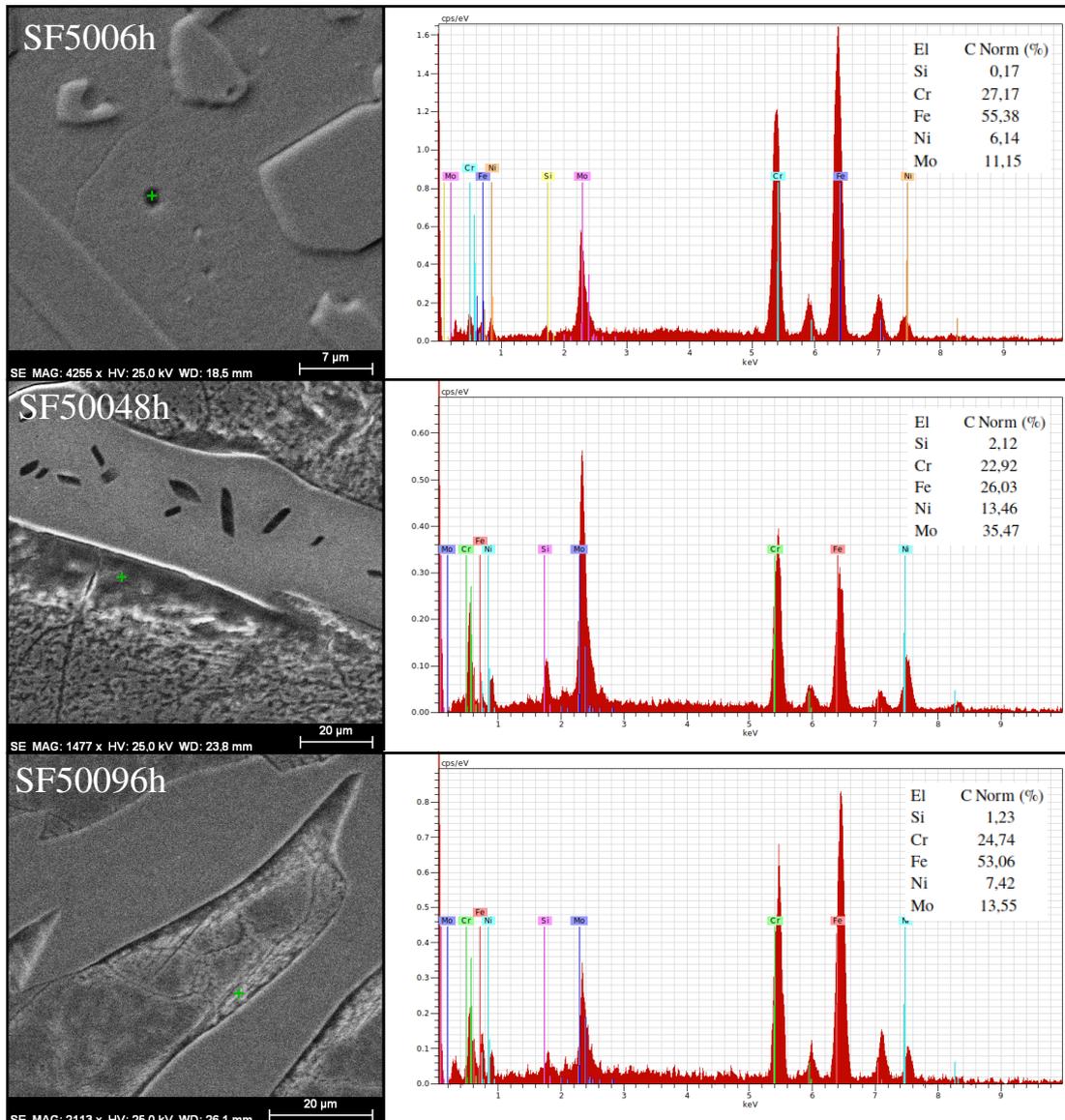
Figura 48 – Micrografias de MEV da amostra SF5006h. Aumentos: (a) 5000 e (b) 2000.



Fonte: Próprio Autor

Por fim, para as amostras tratadas a 500 °C foram realizadas análises de composição em determinados pontos, como mostrado na Figura 49. Na amostra SF5006h verifica-se uma inclusão com elevada concentração de Mo. Para as amostras SF50048h e SF50096h (estas já citadas anteriormente) confirma-se elevador teor de Mo em regiões próximas às interfaces ferrita-austenita.

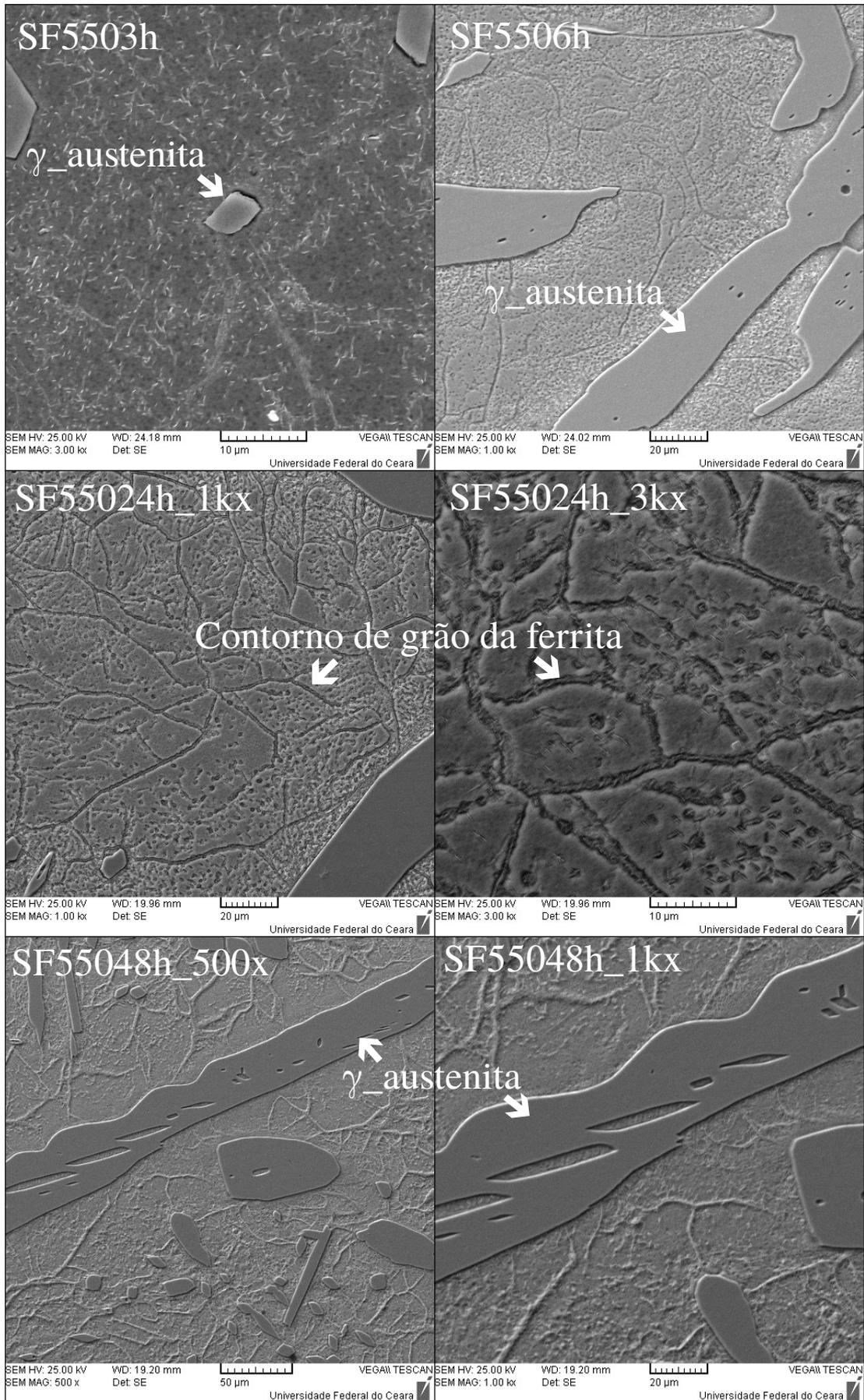
Figura 49 – Micrografias e análise de composição por EDS das amostras tratadas a 500 °C.



Fonte: Próprio Autor

A Figura 50 apresenta micrografias obtidas por MEV de amostras tratadas a 550 °C durante 3 h, 6 h, 24 h e 48 h. Nas envelhecidas durante 6 h e 24 h é possível visualizar os contornos de grãos da ferrita. Na amostra SF5503h existem algumas estruturas com formas de pequenas agulhas. Essas mesmas estruturas são visualizadas na amostra SF55024h, inclusive concentradas nos contornos de grãos. Na amostra tratada durante 48 h, visualiza-se precipitação na matriz ferrítica bem como estruturas que se concentram nos contornos de grãos da ferrita. Entretanto, nessa amostra não foi possível identificar detalhadamente o tipo de precipitação existente.

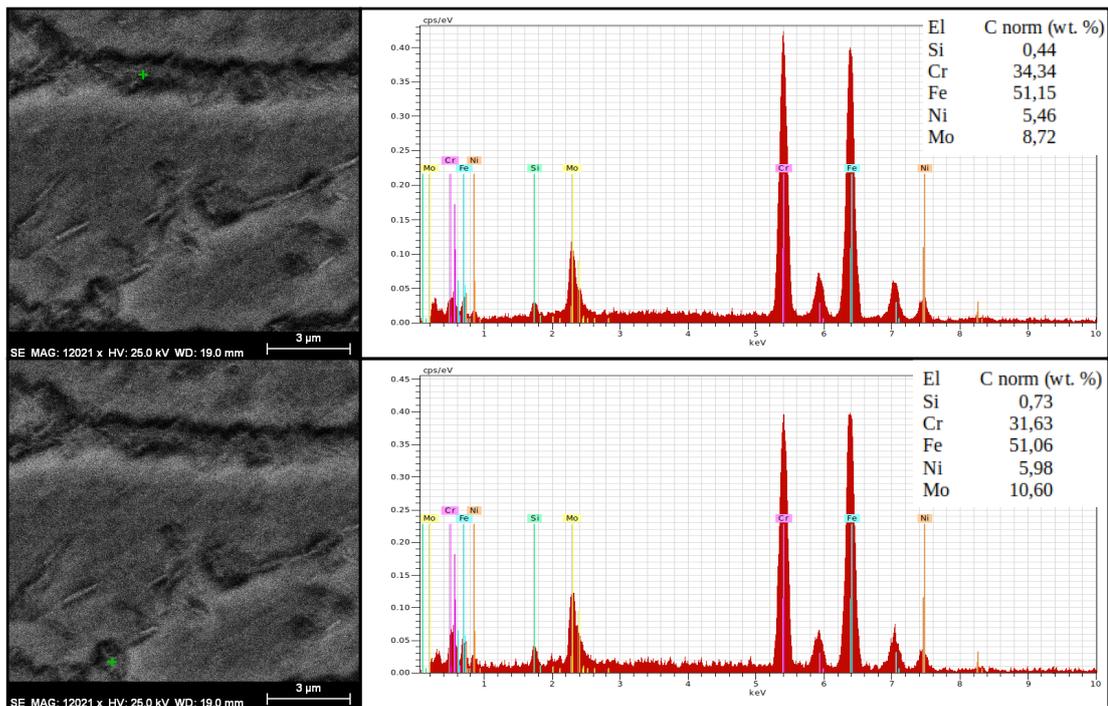
Figura 50 – Micrografias obtidas por MEV das amostras tratadas a 550 °C.



Fonte: Próprio Autor

A Figura 51 mostra detalhes da microestrutura da amostra tratada a 550 °C durante 24 h. Com magnificação de 12000× é possível visualizar fases precipitadas e com grande concentração principalmente no contorno de grão da matriz ferrítica. Como mostram as análises de composição, essas fases são ricas em Cr e Mo e possuem morfologias em forma de agulhas.

Figura 51 – Medida de EDS da amostra SF55024h.



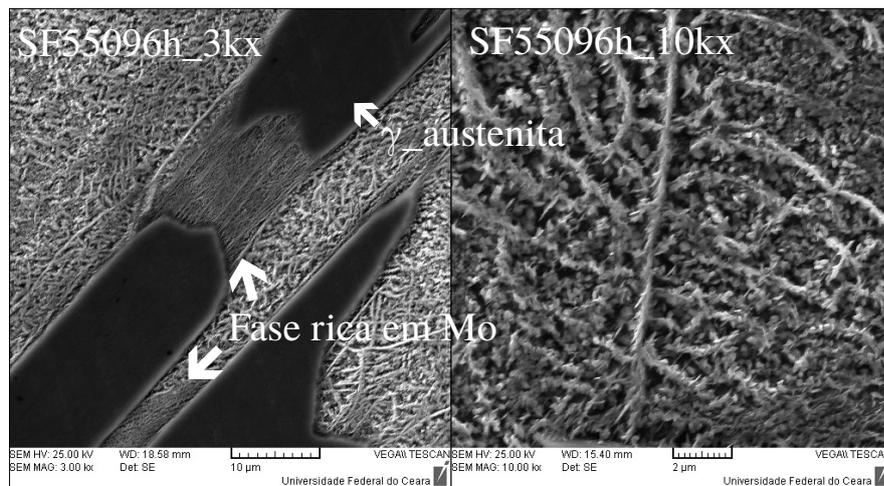
Fonte: Próprio Autor

A microestrutura da amostra SF55096h é mostrada na Figura 52. Verifica-se para a amostra de aço superferrítico nessas condições uma microestrutura bastante diferenciada em relação às anteriores. Com aumento de 3000× (3k×), observa-se a presença de uma região diferenciada da matriz e rica em Mo. Essa região está compreendida entre duas fases γ adjacentes. No aumento de 10000 vezes é possível visualizar a microestrutura da região da ferrita com maiores detalhes onde é possível identificar um emaranhado de estruturas granulares em escala nanométrica.

Maiores detalhes da microestrutura da amostra tratada a 550 °C durante 96 h podem ser vistas na Figura 53. Essas imagens foram obtidas sem ataque com reagente químico, ou seja, somente com polimento. Observam-se estruturas na escala nanométrica (Figura 53a) presentes na matriz ferrítica. Essas estruturas encontram-se distribuídas em toda a matriz ferrítica da amostra. Além disso, a região diferenciada (citada anteriormente) presente nas adjacências da austenita

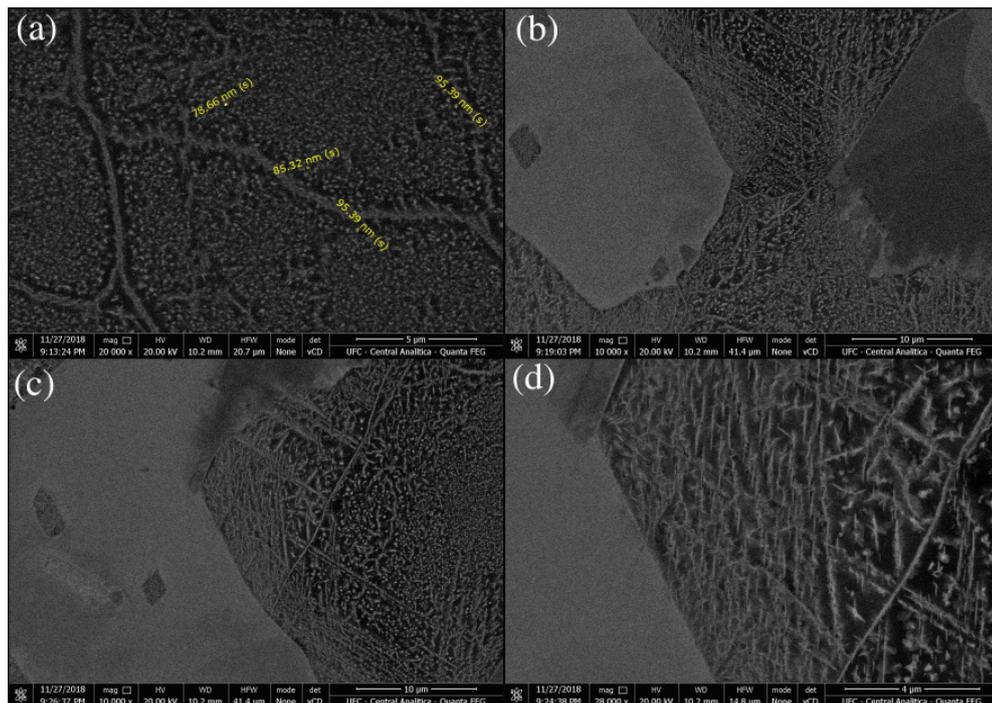
é vista como estruturas nanométricas em formas de agulhas. A princípio, não há evidências de formação de nitretos devido aos tratamentos térmicos em atmosfera normal. A presença de nitretos estaria associada à visualização de pontos escuros já que os mesmos produzem poucos elétrons BSE. O que se vê são estruturas que se apresentam de modo brilhante. Essa visualização está associada à composição de objetos analisados ricos em elementos com elevado peso atômico, no caso o molibdênio.

Figura 52 – Micrografias obtidas por MEV da amostra SF55096h.



Fonte: Próprio Autor

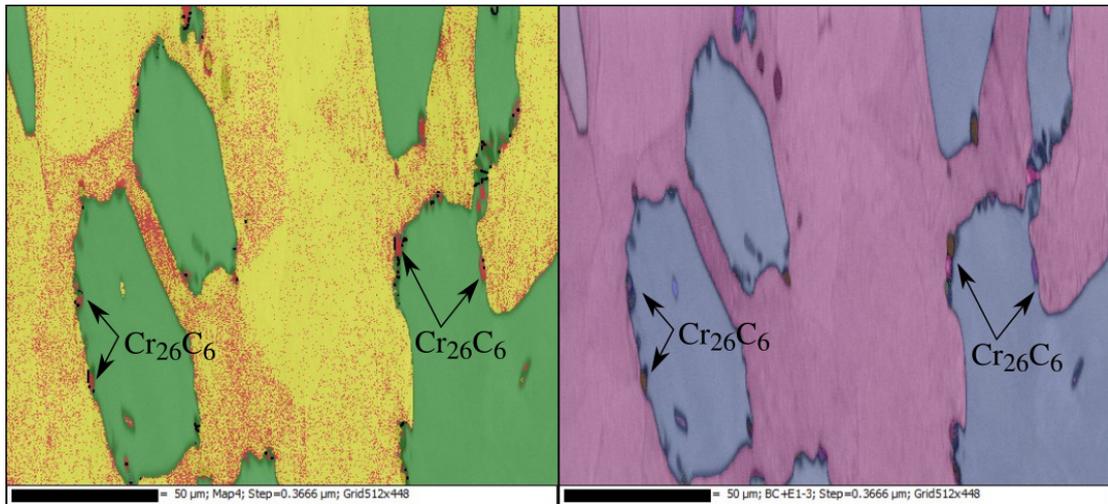
Figura 53 – Micrografias obtidas por MEV da amostra SF55096h sem ataque químico.



Fonte: Próprio Autor

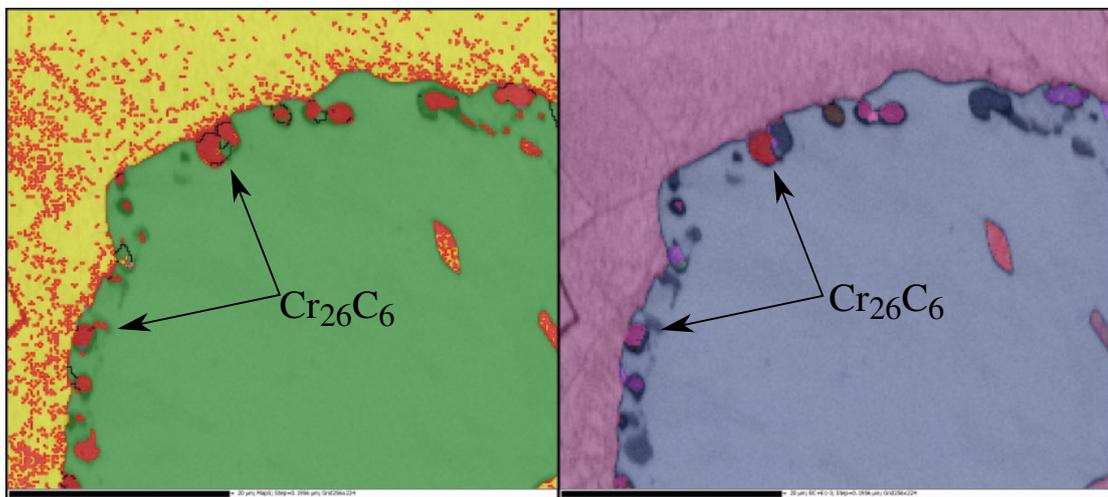
Além das estruturas citadas anteriormente, carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ ricos em cromo precipitaram nos contornos da austenita. Essa indicação está evidenciada nas análises realizadas por EBSD como podem ser visualizadas nas Figuras 54 e 55.

Figura 54 – Mapa de fases obtido por EBSD da amostra tratada a 550 °C durante 96 horas.



Fonte: Próprio Autor

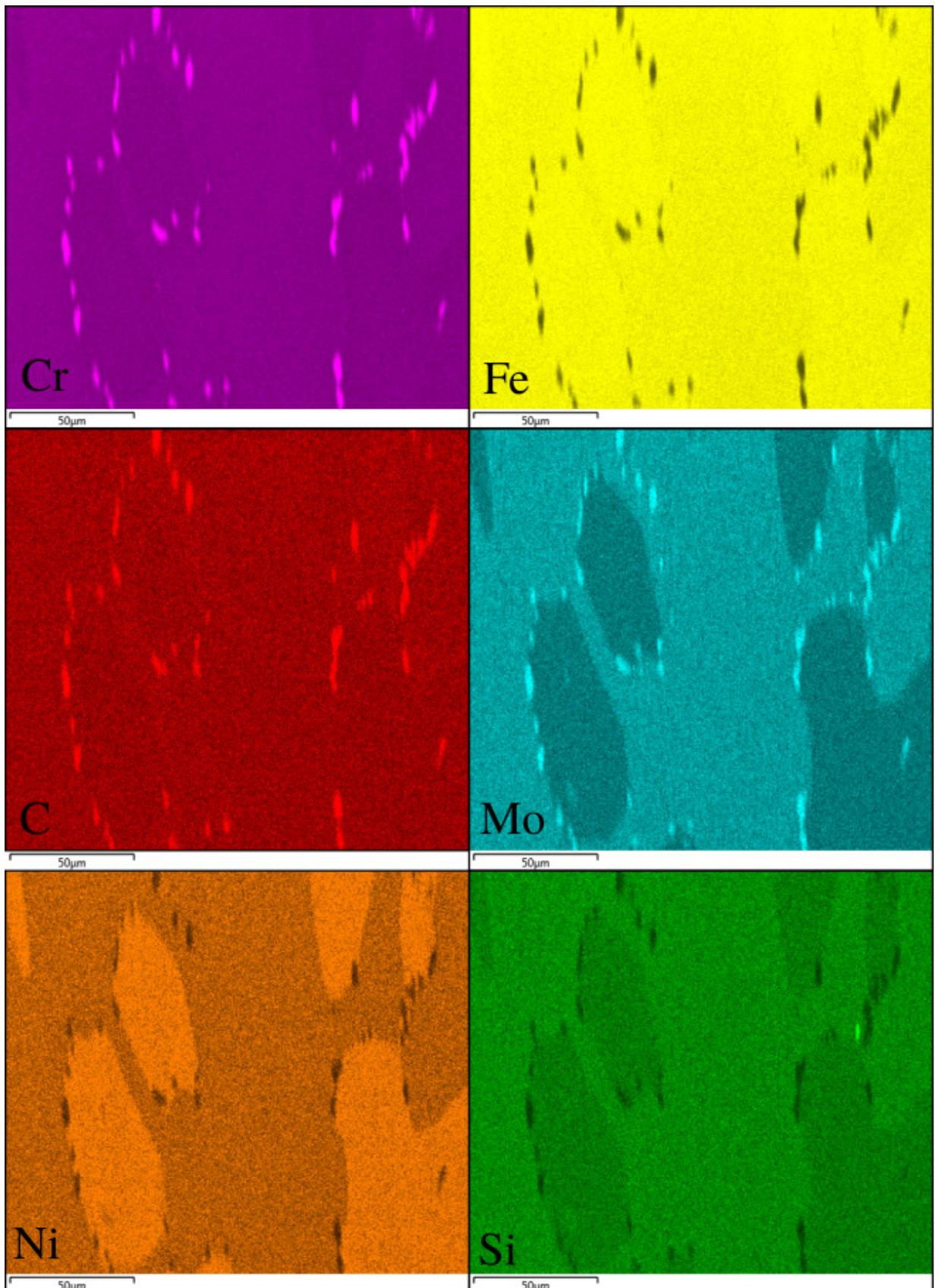
Figura 55 – Mapa de fases obtido por EBSD da amostra tratada a 550 °C durante 96 horas.



Fonte: Próprio Autor

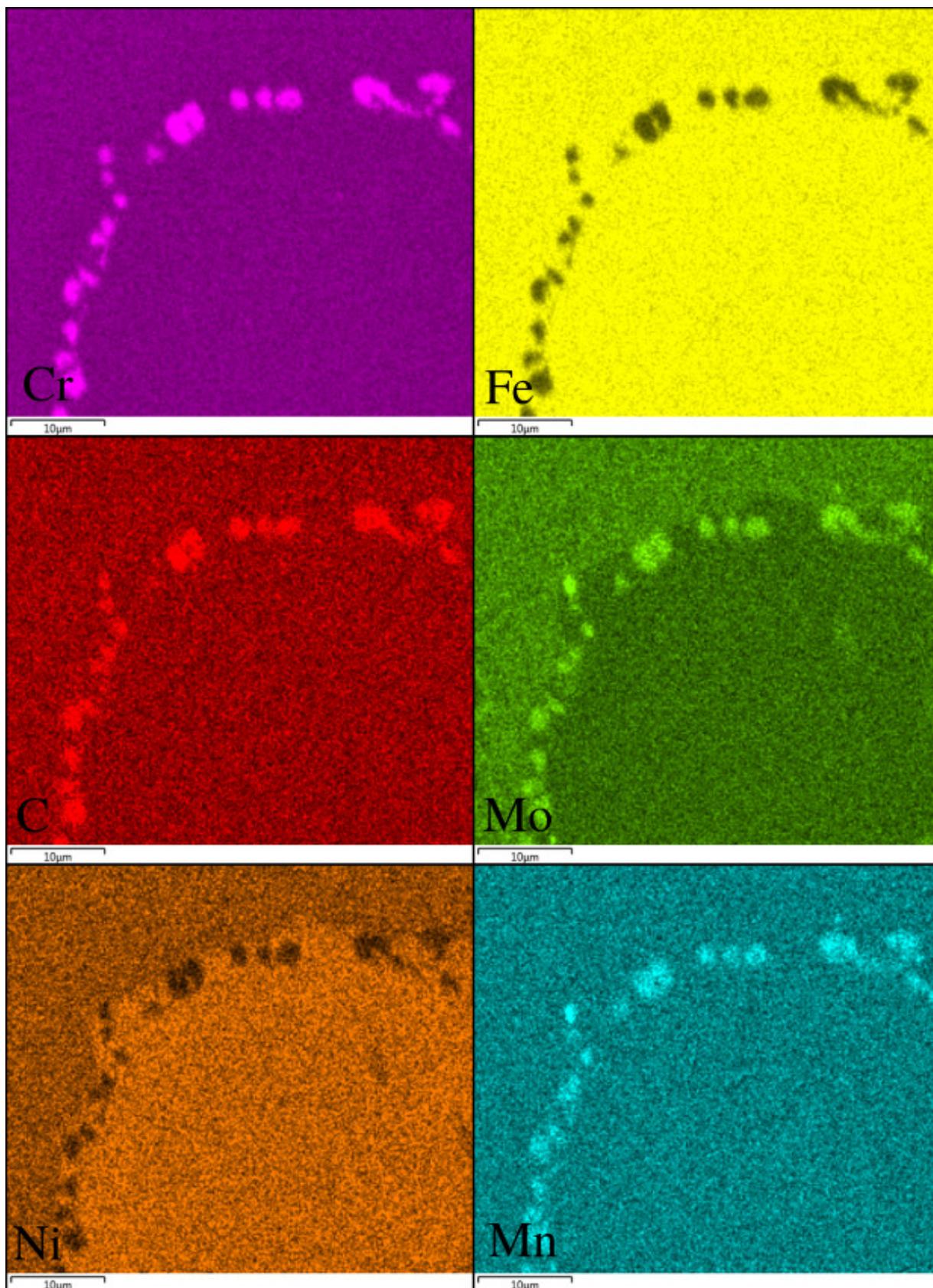
As Figuras 56 e 57 ilustram mapas de composição das fases visualizadas nas Figuras 54 e 55, respectivamente. Observa-se que as fases precipitadas e identificadas nessa análise são ricas em Cr e Mo. Além disso, apresentam empobrecimento de Fe e possuem elevado teor de carbono, evidenciando-se, assim, a formação de carbonetos $M(CrMo)_{26}C_6$.

Figura 56 – Mapa de composição de fases obtido por EBSD da amostra tratada a 550 °C durante 96 horas.



Fonte: Próprio Autor

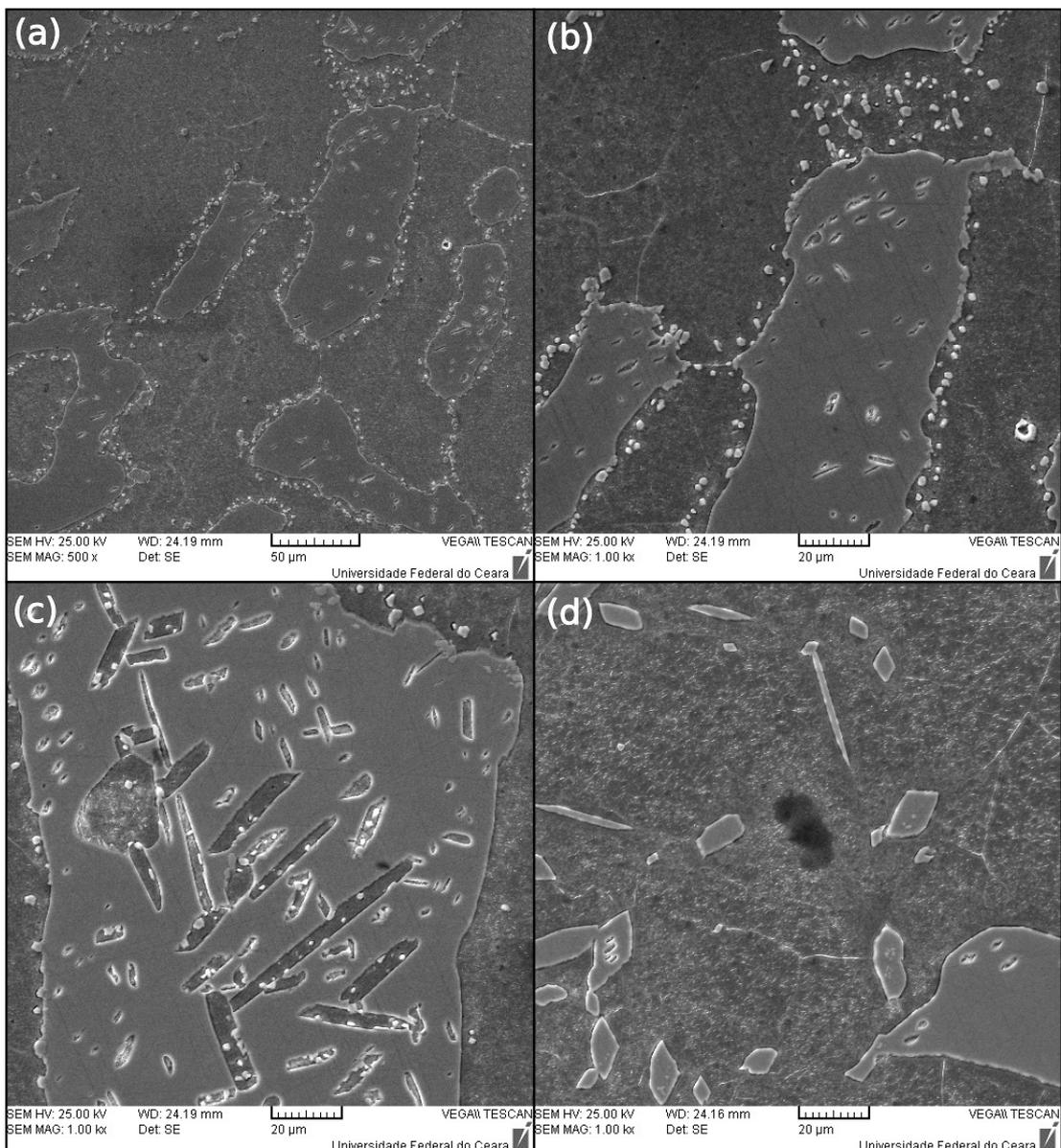
Figura 57 – Mapa de composição de fases obtido por EBSD da amostra tratada a 550 °C durante 96 horas.



Fonte: Próprio Autor

A microestrutura da amostra tratada a 600 °C durante 30 minutos (SF60030min) é apresentada na Figura 58. Na imagem é possível observar fases precipitadas na ferrita em regiões próximas aos contornos da austenita. Observa-se também precipitação dessas fases em regiões vazias no interior da austenita e precipitados ricos em Cr em algumas regiões nas bordas da austenita. Baseado nas características como morfologia e composição desses precipitados, os mesmos constituem carbonetos de cromo (Cr_{23}C_6) como visualizados na amostra SF55096h. Entretanto, nessa amostra observa-se precipitação em maior quantidade quando comparada à anterior.

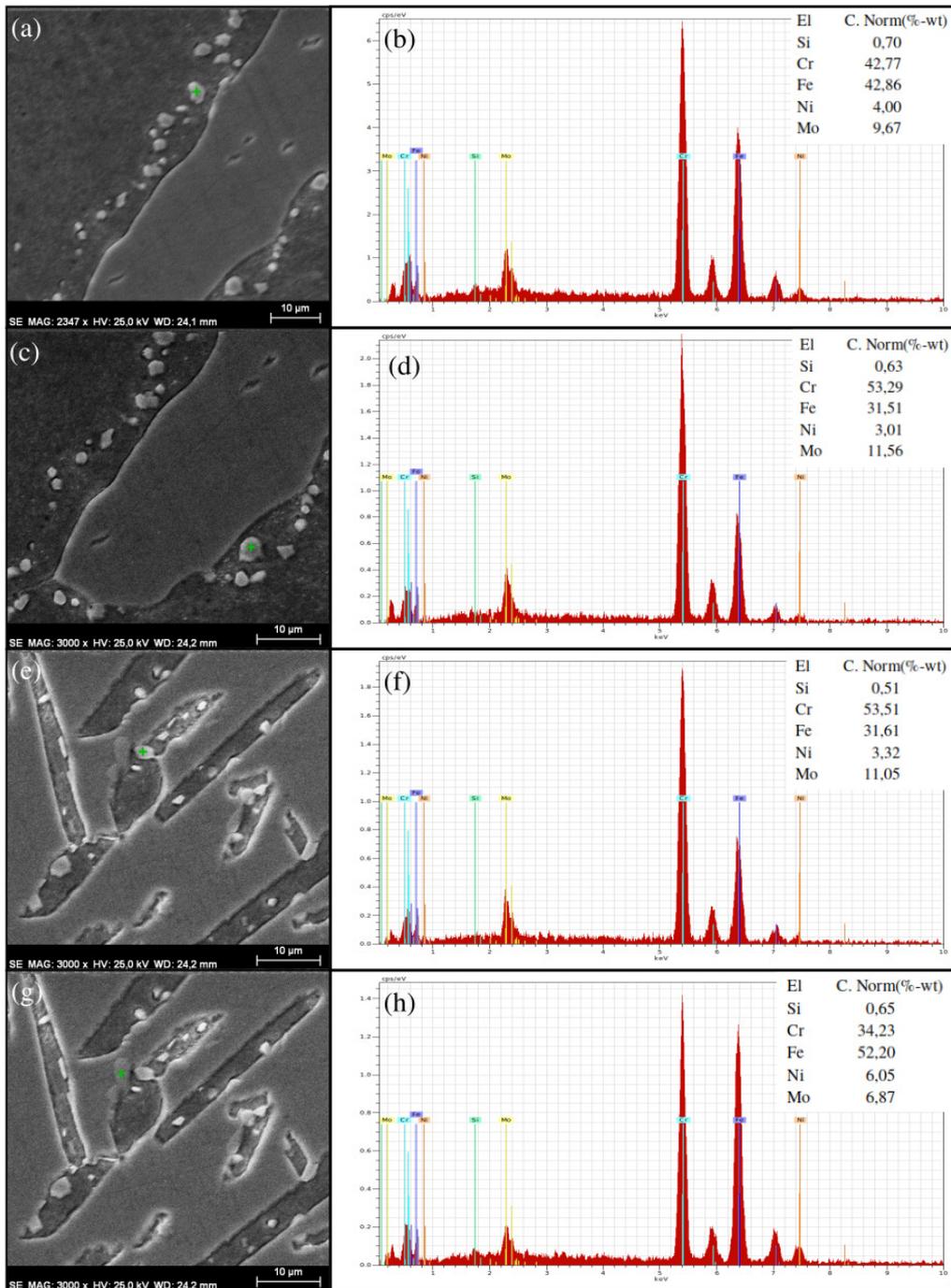
Figura 58 – Micrografia obtida por MEV da amostra SF60030min. Aumentos de (a) 500 vezes; (b), (c) e (d) 1000 vezes.



Fonte: Próprio Autor

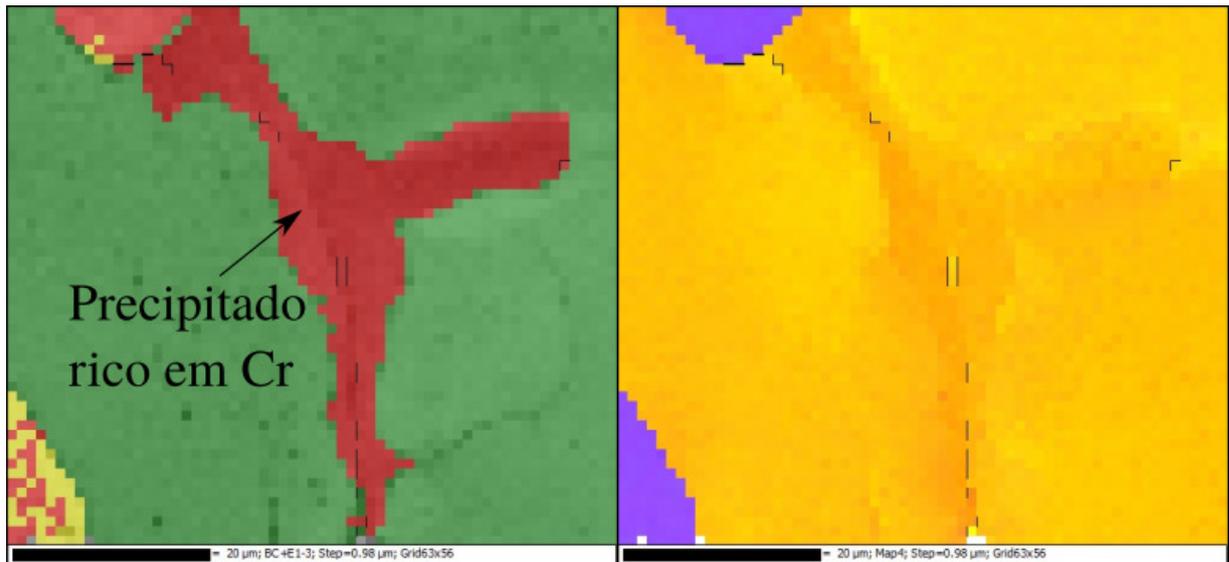
A Figura 59 mostra a composição obtida por EDS de alguns precipitados formados na ferrita nas adjacências da austenita e nos contornos da austenita.

Figura 59 – Micrografia e EDX da amostra SF60030min: (a), (c) e (e) precipitados com elevado teor de Cr e; (b), (c) e (d) , respectivas composições.



A Figura 60 mostra um mapa de fases obtido por EBSD em que é possível identificar detalhadamente um precipitado rico em Cr. A composição das fases apresentadas nessa imagem pode ser vista na Figura 61. Como dito, o precipitado apresenta elevado teor de Cr, também rico em C e apresenta redução considerável de Fe quando comparado à matriz ferrítica. Esses carbonetos ricos em Cr podem ser visualizados em outras amostras tratadas nessa temperatura.

Figura 60 – Mapa de fases obtido por EBSD da amostra tratada a 600 °C durante 30 min.



Fonte: Próprio Autor

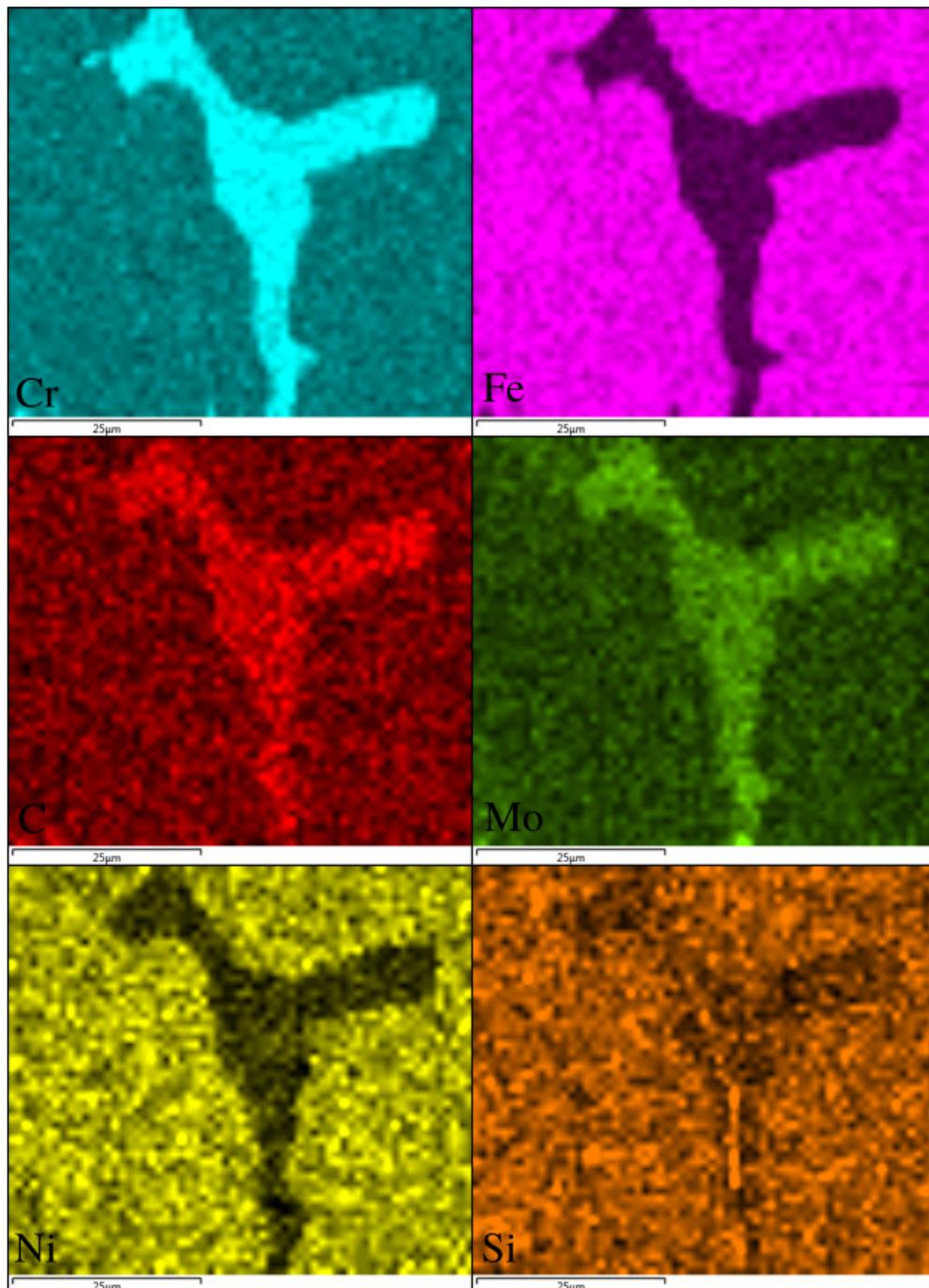
A micrografia da amostra SF6001h é apresentada na Figura 62. Os resultados mostram a presença de fases precipitadas similares às apresentadas na Figura 58. Os precipitados visualizados na Figura 62 estão situados em sua maioria em pontos próximos ao contorno da austenita, porém, alguns desses objetos encontram-se distribuído em regiões mais afastadas da fase γ . São fases ricas, principalmente, em Cr como mostram as análises de composições dos respectivos pontos destacados e que estão apresentados na Figura 63.

Outras micrografias obtidas por MEV das amostras tratadas a 600 °C são apresentadas na Figura 64. Para as amostras tratadas a partir de 3 horas não se observa mais precipitação de fases similares às vistas nas amostras tratadas durante 30 min e 1 h. Porém, para as amostras envelhecidas durante 3 h e 6 h observa-se formação de fases com morfologias agulhadas distribuídas na matriz. Além disso, é possível observar contornos de grãos com essas fases também distribuídas nos mesmos. Nas amostras envelhecidas durante 24 h e 96 h observa-se regiões com elevado teor de Mo. Essas regiões podem indicar difusão de Mo da ferrita, o que causou concentração desse elemento químico nessas regiões que se apresentam mais escuras na matriz

ferrítica. Na amostra SF60048h é possível visualizar estruturas em escala nanométrica similares às vistas na amostra SF55096h.

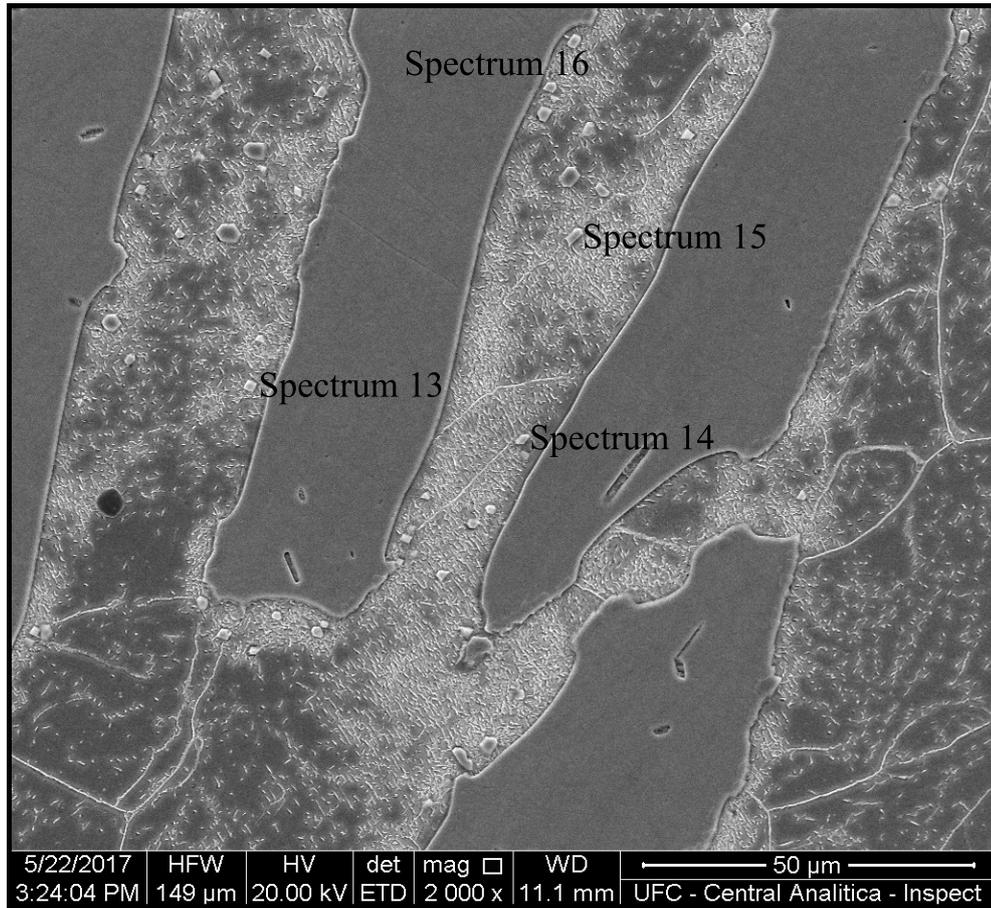
Para as amostras tratadas durante 24 horas e 96 horas, verificou-se a formação de uma região com elevada concentração de molibdênio. O Mo é um elemento estabilizante da ferrita. Por isso, essas regiões são sempre visualizadas em regiões da matriz do aço.

Figura 61 – Mapa de composição de fases obtido por EBSD da amostra tratada a 600 °C durante 30 min.



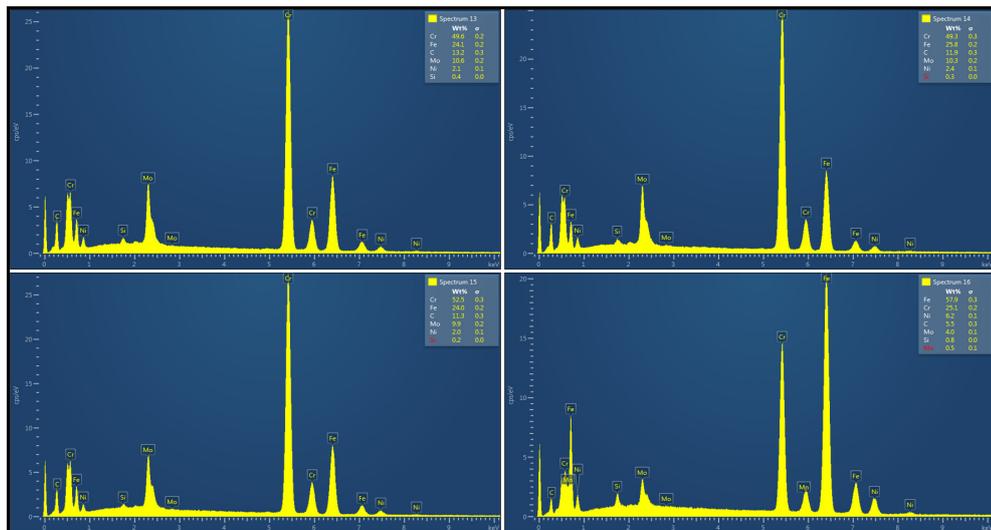
Fonte: Próprio Autor

Figura 62 – Micrografia da amostra SF6001h



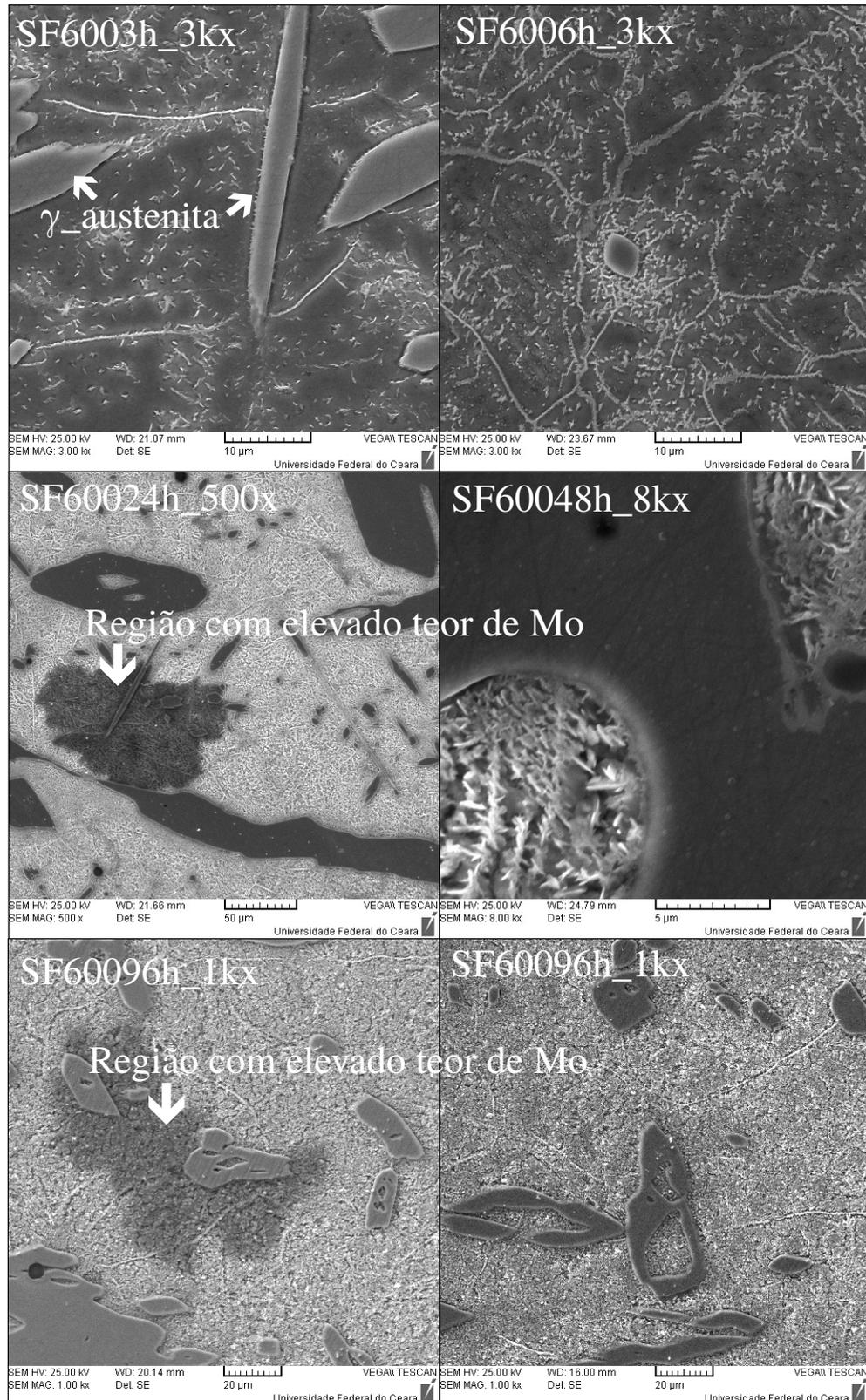
Fonte: Próprio Autor

Figura 63 – Composição obtida por EDS da amostra SF6001h



Fonte: Próprio Autor

Figura 64 – Micrografias obtidas por MEV das amostras tratadas a 600 °C.

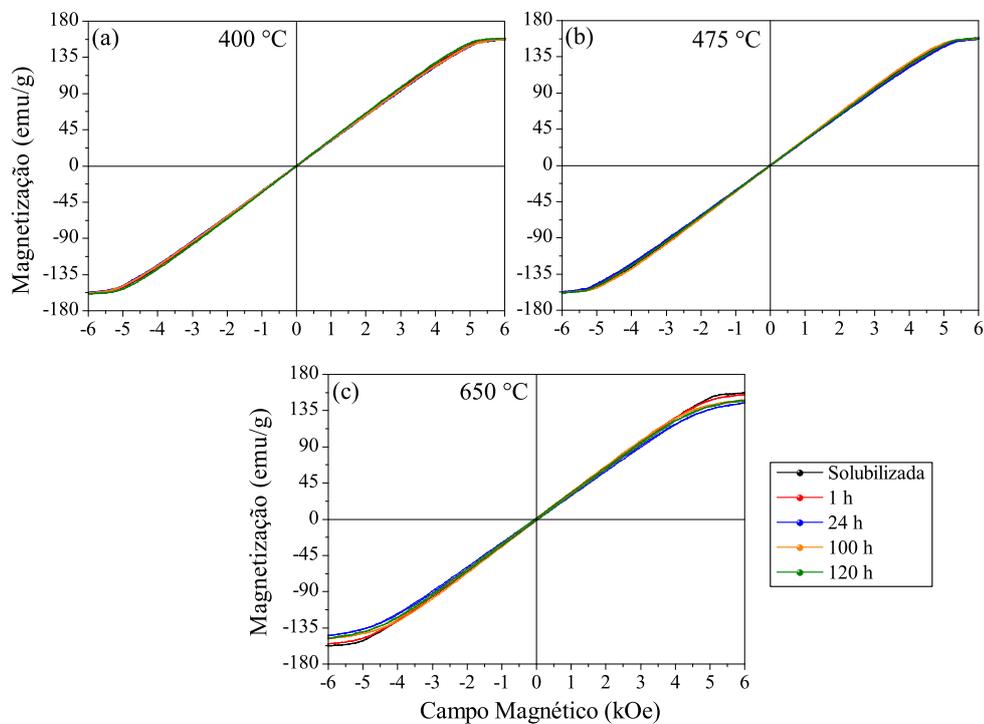


5.2 Aço ferrítico

5.2.1 Medidas de MAV

A Figura 65 mostra as curvas de magnetização para cada temperatura de tratamento. Enquanto que nas duas temperaturas mais baixas não se observou variações significativas na magnetização de saturação M_s , as amostras tratadas a 650 °C apresentaram uma leve separação das curvas na região de saturação. Esse comportamento pode ser observado nas curvas de magnetização traçadas como função do tempo de tratamento térmico mostradas na Figura 66.

Figura 65 – Curvas de magnetização das amostras de aço ferrítico por temperatura.



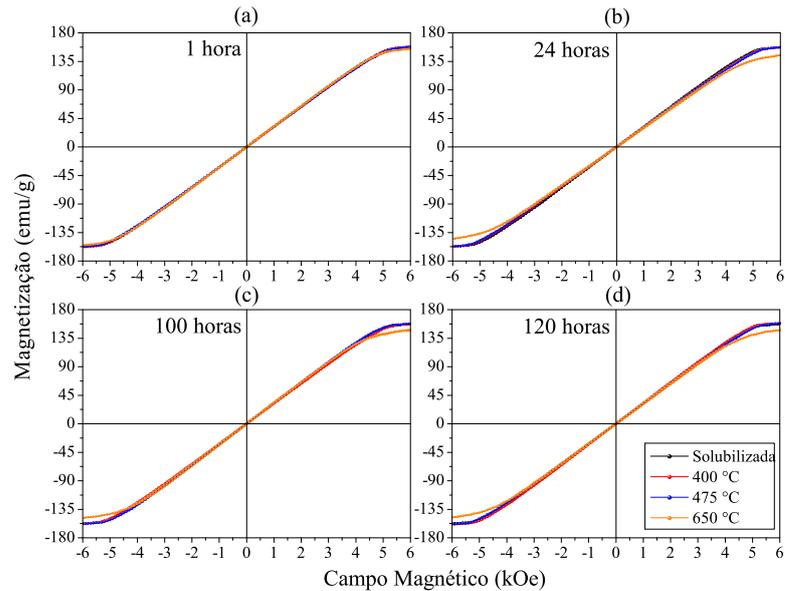
Fonte: Próprio Autor

A Tabela 5 mostra os valores dos parâmetros magnéticos para todas as amostras. O campo coercivo H_c variou entre 9,00 Oe e 45,00 Oe enquanto que a magnetização remanente M_r variou no intervalo entre 0,30 Oe e 1,50 Oe. Ou seja, o material é ferromagnético mole com baixa remanência magnética. Os gráficos de H_c , M_r e M_s são mostrados na Figura 67. Na coluna da direita os gráficos foram obtidos fixando-se a temperatura de tratamento térmico, enquanto os gráficos da esquerda mostram os valores em função da temperatura.

O campo coercivo e a magnetização remanente mostraram comportamentos similares em todas as situações, com destaque para a amostra tratada a 650 °C, onde se observou aumento

considerável no valor de H_c (Figuras 67a a 67d). Os valores de magnetização de saturação mostraram tendência de redução com a evolução do tratamento térmico, tanto para temperaturas mais elevadas como para os tempos de exposição. Novamente, as amostras tratadas a 650 °C foram as que sofreram as maiores variações nos valores de M_s .

Figura 66 – Curvas de magnetização das amostras de aço ferrítico por tempo tratamento.



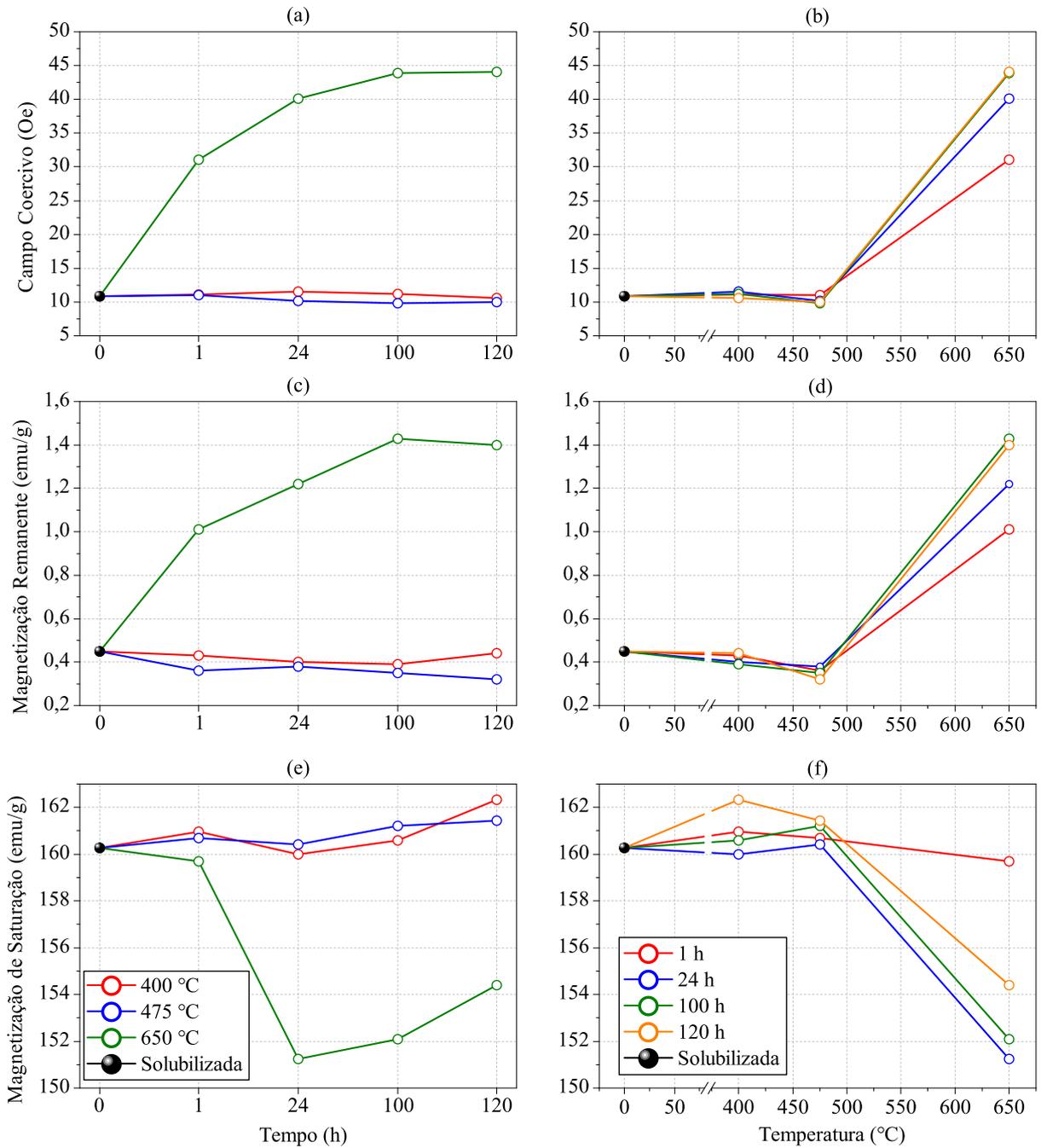
Fonte: Próprio Autor

Tabela 5 – Medidas magnéticas das amostras de aço ferrítico envelhecidas a 400 °C, 475 °C e 650 °C

Amostra	H_c (Oe)	M_r (emu/g)	M_s (emu/g)
FSOL	10,85	0,45	160,26
F4001h	11,10	0,43	160,97
F40024h	11,53	0,40	159,99
F400100h	11,22	0,39	160,60
F400120h	10,60	0,44	162,32
F4751h	11,06	0,36	160,69
F47524h	10,20	0,38	160,42
F475100h	9,86	0,35	161,22
F475120h	9,99	0,32	161,44
F6501h	31,03	1,01	159,70
F65024h	40,09	1,22	151,24
F650100h	43,90	1,43	152,08
F650120h	44,06	1,40	154,39

Fonte: Próprio Autor

Figura 67 – Medidas magnéticas das amostras de aço ferrítico.



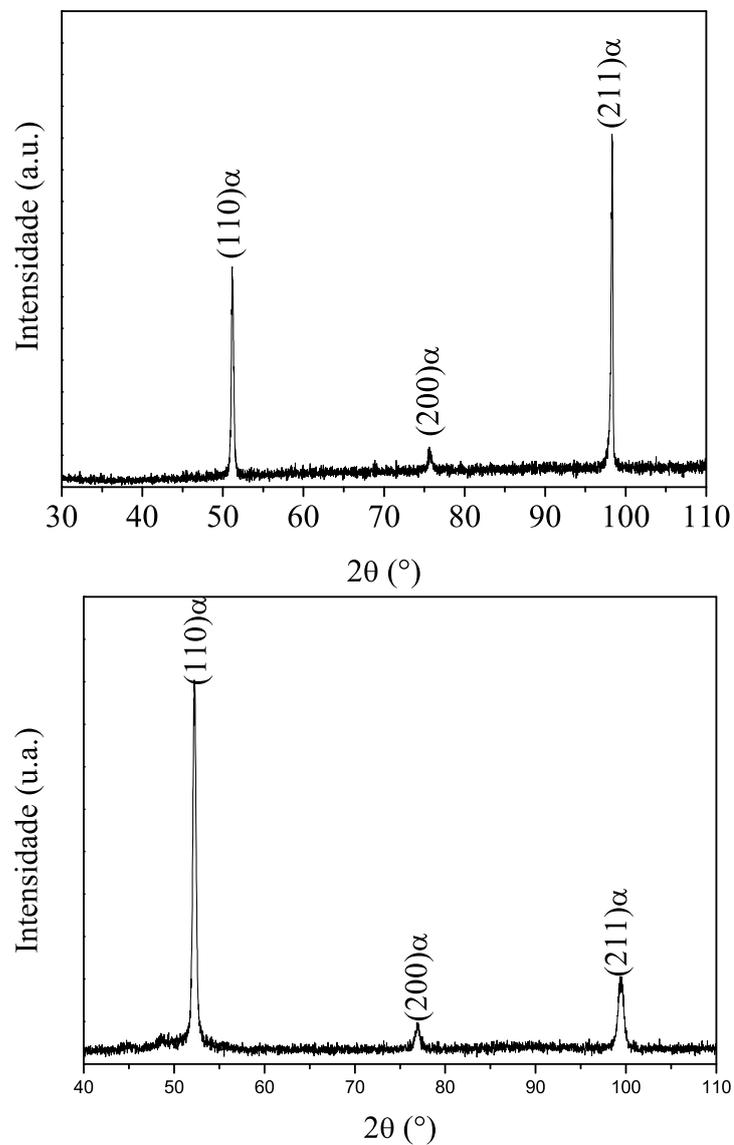
Fonte: Próprio Autor

5.2.2 Análise microestrutural

5.2.2.1 Difração de raios-X

Os difratogramas de raios-X da amostra de aço ferrítico solubilizada e tratada a 650 °C durante 24 horas são apresentados na Figura 68. Nos difratogramas observa-se somente a presença dos picos característicos da fase α -ferro.

Figura 68 – Difratogramas de raio-X da amostra de aço ferrítico. Em cima: solubilizada. Em baixo: 650 °C por 24 h

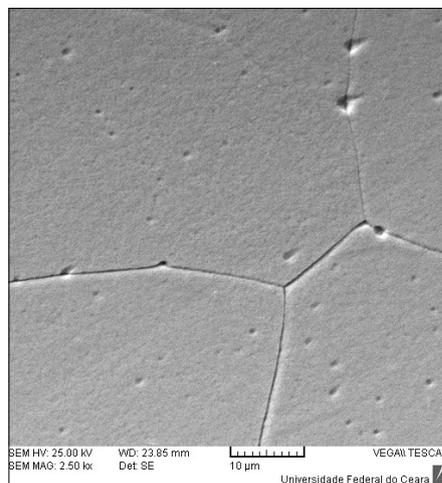


Fonte: Próprio autor

5.2.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

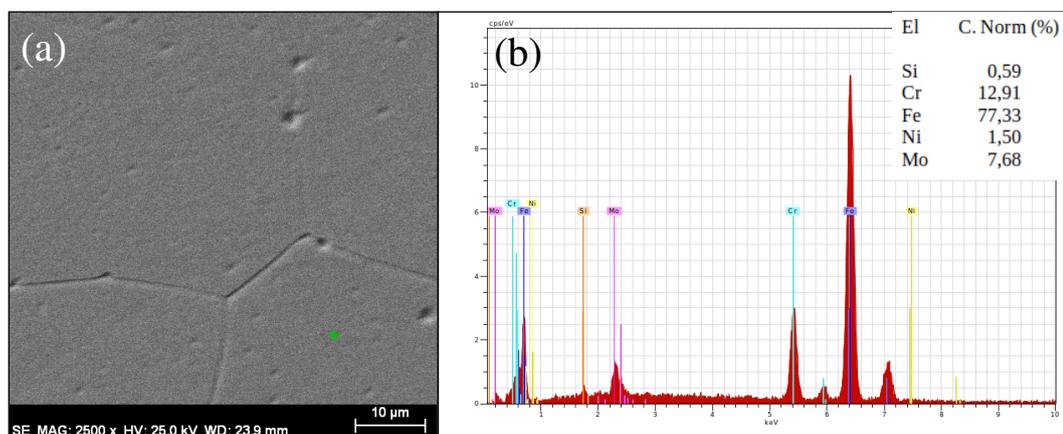
A Figura 69 mostra a micrografia obtida por MEV da amostra solubilizada. Verifica-se ausência de fases precipitadas na amostra e regiões relativamente homogêneas comprovando-se, assim, o processo de solubilização realizado. Além disso, é possível observar os contornos grãos da ferrita e os grãos equiaxiais. A Figura 70 mostra a composição obtida por EDS da matriz ferrítica do aço. O resultado obtido para a composição está de acordo com a composição da liga mostrada no capítulo 4.

Figura 69 – Micrografia da amostra de aço ferrítico solubilizada a 1.180 °C obtida microscopia eletrônica de varredura.



Fonte: Próprio Autor

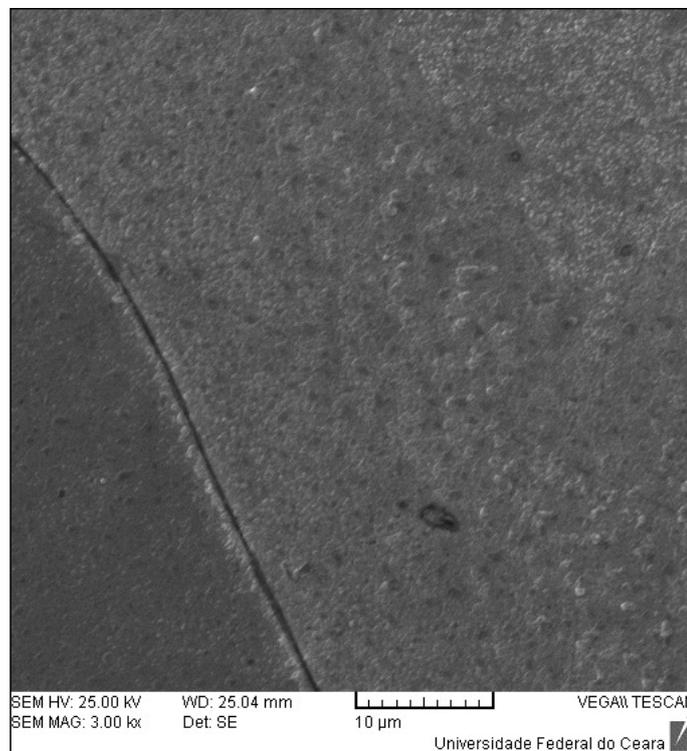
Figura 70 – Micrografia e composição obtida por EDS da amostra de aço ferrítico solubilizada.



Fonte: Próprio Autor

A Figura 71 mostra a microestrutura da amostra F6501h. Observam-se duas regiões com colorações diferentes (uma cinza mais clara e outra mais escura). Na região mais clara, observa-se alguns pontos de precipitação de fases. A Figura 72 mostra a composição obtidas por EDS de regiões de interesse. As Figuras 72a e 72b mostra, respectivamente, a micrografia e a análise de composição no contorno de grão. Já as Figuras 72c e 72d mostra, respectivamente, a micrografia e a composição de um precipitado formado na matriz. Nota-se que esse precipitado é rico em Cr e Mo, com concentração maior de Mo.

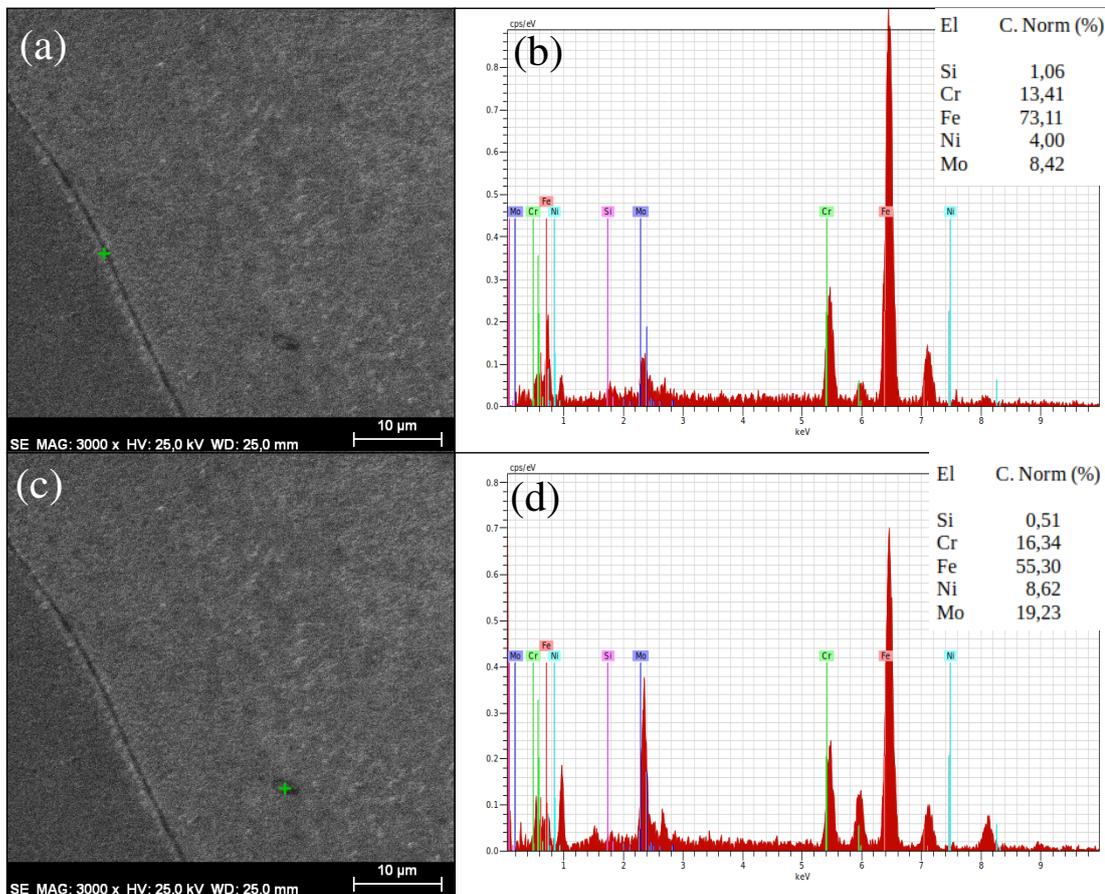
Figura 71 – Micrografia da amostra de aço ferrítico tratada 650 °C durante 1 hora.



Fonte: Próprio Autor

A microestrutura da amostra de aço ferrítico envelhecida a 650 °C durante 24 horas pode ser visualizada na Figura 73. Observa-se precipitação de fases na matriz do material. Os precipitados apresentam morfologia globular e têm formação tanto intergranular quanto intragranular. Na Figura 73b observa-se regiões distintas referente à matriz da aço. Essas regiões são claramente separadas pelos contornos de grãos. A distribuição dos precipitados formados é vista com maior nitidez na região mais clara da matriz (região superior à direita). Além disso, é possível observar regiões mais escuras espalhadas na matriz, uma possível indicação de formação de outras fases.

Figura 72 – Micrografia e composição obtida por EDS da amostra de aço ferrítico tratada 650 °C durante 1 hora.

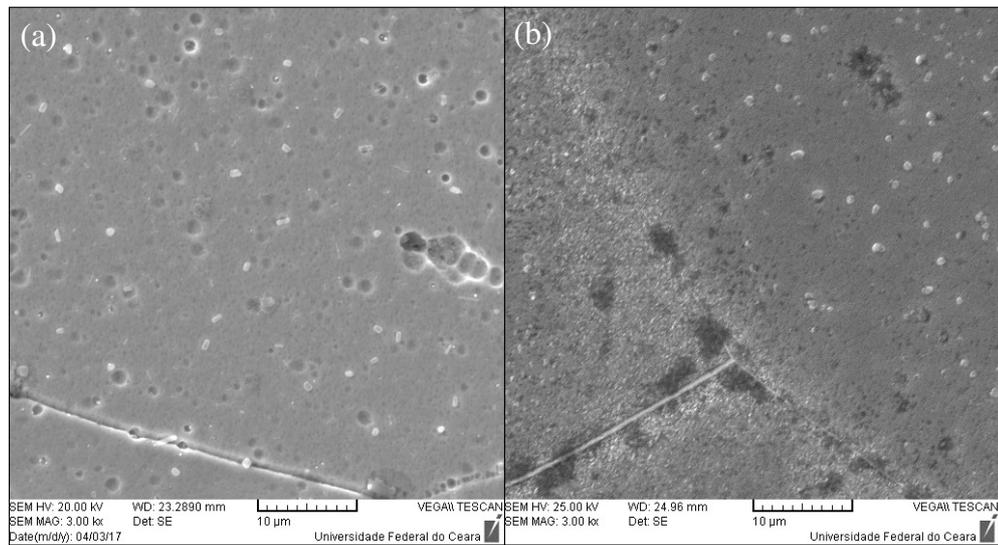


Fonte: Próprio Autor

A Figura 74 mostra micrografias e análises de composição das possíveis fases precipitadas na matriz. Nas Figuras 74a e 74b foi analisada a composição fase que se apresenta mais escura na micrografia. Como visto, essa fase possui elevado teor de Mo e Cr, este último se comparado com a composição da matriz.

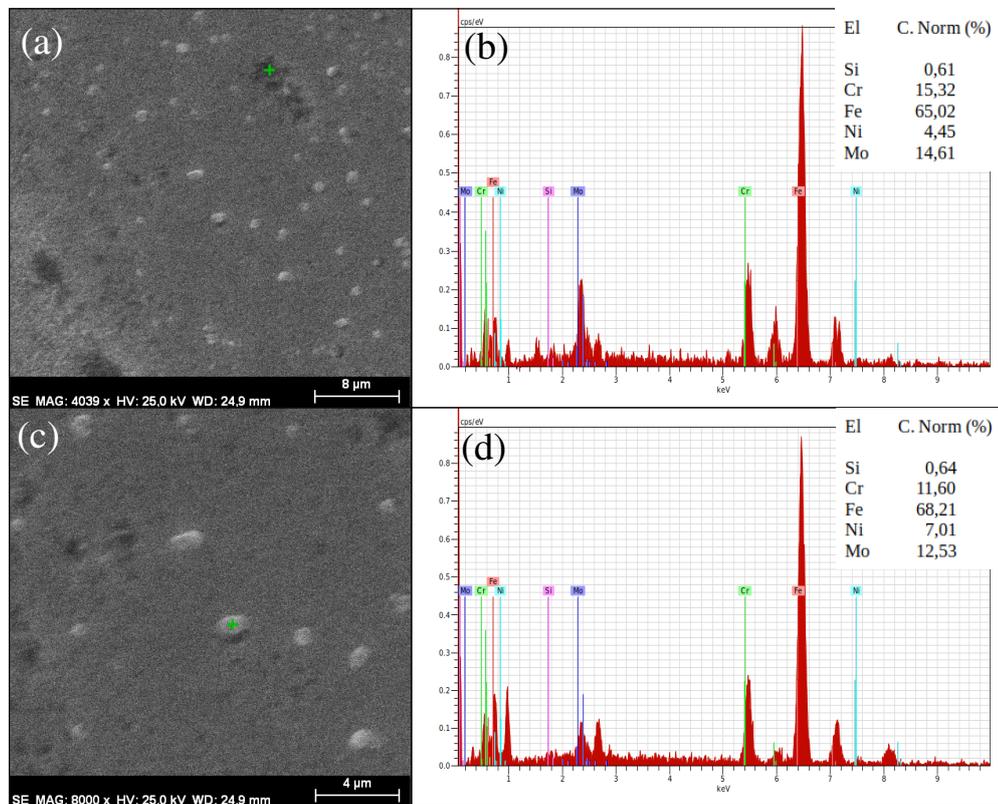
Diferentemente, observa-se que da fase precipitada descrita anteriormente, outra tipo de precipitado se mostra com morfologia mais globular e composição diferindo no teor de Ni. A fase analisada nas Figuras 74c e 74d apresenta elevado teor de Cr e Mo, ou seja, forte evidência de precipitação de $(CrMo)_{23}C_6$.

Figura 73 – Micrografia da amostra de aço ferrítico tratada 650 °C durante 24 horas.



Fonte: Próprio Autor

Figura 74 – Micrografia e composição obtida por EDS da amostra de aço ferrítico tratada 650 °C durante 24 horas.



Fonte: Próprio Autor

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Para efeito de análise das variáveis associadas aos processos de magnetização, foi levado em consideração o efeito coletivo dos pontos ou regiões de ancoragem das paredes de domínio magnético. Os efeitos foram analisados a partir de parâmetros quantificados associados à composição, geometria e distribuição das fases que podem se comportar como regiões de ancoragem das paredes de domínio. Além disso, fases que não puderam ser visualizadas nas técnicas de microscopia utilizadas, foram associadas à resultados de identificação indireta. É o caso da precipitação de fase α' , cuja precipitação foi identificada levando-se em conta a temperatura de tratamento térmico (550 °C) e os resultados de microdureza Vickers. A partir desses critérios, os parâmetros e características que refletem as modificações na microestrutura foram relacionadas com as alterações nas propriedades magnéticas verificadas experimentalmente através dos fenômenos físicos: histerese magnética, ruído magnético de Barkhausen e correntes parasitas.

Para a amostra envelhecida a 500 °C durante 96 h, o campo coercivo e a magnetização remanente foram fortemente influenciados por alterações na microestrutura associadas à precipitação de fase α' . Regiões com grande concentração de Mo adjacentes às fases austeníticas foram identificadas nas amostras submetidas ataque químico. Entretanto, essas regiões podem ter surgido a partir da dissolução da austenita após os ataques químicos. É possível que a precipitação de fase α' tenha sido o principal fator que influenciou o aumento excessivo da coercividade e da magnetização remanente nessa amostra. O aumento da dureza é forte evidência da precipitação de grande quantidade de fase α' . Além disso, observou-se que para a amostra tratada durante 96 h houve redução considerável na magnetização de saturação. Essas fases precipitadas na matriz, ricas em Cr e Mo, contribuem significativamente para a redução do momento magnético líquido da amostra devido à sua composição e por apresentarem propriedades paramagnéticas.

Variações consideráveis foram verificadas nas amostras tratadas a 550 °C após 24 h e 48 h de tratamento térmico. O aumento da coercividade verificada nesta última foi influenciada diretamente pela quantidade de fase rica em Mo formada na matriz ferrítica. Na amostra tratada a 550 °C após 24 horas foi verificada grande quantidade de fase rica em Cr e Mo precipitada na matriz ferrítica. Essas fases foram visualizadas, principalmente, nos contornos de grãos. A presença de fases como a fase de Laves atuam como diversos pontos de ancoragem, o que explica, de certa forma, grande contribuição para o aumento do campo coercivo e da magnetização remanente durante esses dois tratamentos térmicos.

A amostra tratada a 600 °C durante 30 min e 1 h apresentaram uma distribuição de precipitados nas regiões da ferrita próximas aos contornos da austenita. Essa precipitação causou o aumento no campo coercivo e magnetização remanente verificados para esses tempos. Com características similares a carbonetos de cromo (Cr_{23}C_6), como observados nos resultados obtidos por EBSD na amostra tratada a 550 °C durante 96 h, esses carbonetos tiveram contribuição significativa para o aumento da coercividade. O próximo aumento registrado nesses dois parâmetros ocorreu no tratamento realizado durante 3 h. Nessa condição verificou-se uma distribuição de fases precipitadas na matriz com características e morfologias diferentes das observadas nas amostras envelhecidas durante 30 min e 1 h. Após esse tempo verificou-se que praticamente as alterações na microestrutura não modificaram o campo coercivo e a magnetização remanente. Regiões com elevado teor de Mo registrados nas amostras envelhecidas durante 24 h e 96 h tiveram grande influência na redução da magnetização de saturação.

Os resultados de correntes parasitas registraram que as amostras tratadas a 500 °C e 600 °C possuem alterações em pontos da microestrutura que modificam a impedância dos locais de medição. Já a amostra envelhecida a 550 °C se mostrou mais homogênea em relação a essas características. De fato, alteração significativa foi registrada para a amostra tratada durante 24 h nessa temperatura.

A distribuição de austenita na matriz foi analisada por histogramas construídos a partir das imagens obtidas por microscopia óptica. A principal relação que se obteve para essa distribuição está associada à magnetização de saturação. Pois esta, depende intimamente da composição das fases que compõem a microestrutura. Em geral, foi observado que o aumento no percentual de austenita na matriz acarretou em redução na magnetização de saturação. Essa evidência se deu, principalmente, nas amostras tratadas até 1 h nas três temperaturas. Em determinadas situações, o comportamento da distribuição de austenita foi similar ao da magnetização de saturação, como ocorreu entre 1 h e 48 h para as três temperaturas. Entretanto, essa análise não deve ser realizada individualmente, pois nesse intervalo foram verificadas grandes alterações na microestrutura que, de certa forma, acarreta em modificação na composição da matriz como foi observado nas análises realizadas por EDS em linha. Além disso, os parâmetros que quantificam parâmetros morfológicos da fase- γ praticamente não exerceram influência nas propriedades magnéticas. Com isso, conclui-se que o percentual de austenita presente na matriz é o principal fator que influencia na magnetização de saturação.

Para as amostras de aço ferrítico verificou-se que as maiores variações nos parâmetros magnéticos ocorreram a 650 °C. Nessa temperatura foram observadas alterações microestruturais como, formação de precipitados ricos em Mo, principalmente. As amostras de aço ferrítico tratadas a 400 °C e 475 °C praticamente não sofreram alterações significativas nas medidas de campo coercivo e magnetização remanente. Nessas amostras as alterações na microestrutura ocorreram em uma escala a qual não foi suficiente para modificar o processo de ancoragem das paredes de domínio.

Os resultados apresentados mostraram que as medidas magnéticas realizadas nos aços utilizadas neste trabalho sofrem variações significativas dependendo do tipo de alteração na microestrutura. Essas variações são identificadas, principalmente, nas medidas de campo coercivo (obtidas a partir das curvas de magnetização) e nos ensaios de RMB. Dependendo da temperatura e do tempo de exposição do material a uma dada temperatura, observa-se que características como dureza magnética e saturação magnética sofrem alterações significativas.

As técnicas de RMB e correntes parasitas se mostraram mais sensíveis a alterações microestruturais que ocorreram nos locais de medição. As medidas de magnetometria por amostra vibrante se mostraram úteis na análise de precipitação de fases que ocorrem em grandes quantidades, ou seja, é necessário alterações significativas em toda a amostra para a identificação por essa técnica.

Devido a quantidade de elementos microestruturais que sofrem modificações durante os tratamentos térmicos, é importante salientar que a complexidade da microestrutura torna mais difícil estabelecer um critério individual que possa ter modificado determinado parâmetro magnético. Entretanto, as características microestruturais, principalmente, as que estão em escalas cada vez mais próximas das dimensões das paredes de domínio magnético e que ocorrem em grandes quantidades, são as que exercem maiores influências nas propriedades magnéticas do material.

7 CONCLUSÕES E TRABALHOS FUTUROS

7.1 Conclusões

- A temperatura e os tempos de tratamento térmico de envelhecimento exercem influência nas propriedades magnéticas dos aços, já que estas estão associadas ao processo de precipitação e aos tipos de precipitados formados no material;
- Características microestruturais como precipitação de fases em escalar nanométrica exercem grande influência nas propriedades magnéticas;
- Parâmetros como campo coercivo e magnetização remanente podem ser utilizados para se obter informações sobre a existência de fases que diferem da matriz ferrítica do aço. Em particular, fases paramagnéticas que aumentam a dureza mecânica do material como é o caso da fase α' . Entretanto, essa precipitação deve ocorrer em grande quantidade para que seja possível a identificação;
- A quantidade de austenita formada exerce influência na magnetização de saturação. Em geral, o aumento da quantidade de austenita reduz a magnetização de saturação.
- É possível relacionar as medidas de magnetização obtidas a partir da técnica de magnetometria por amostra vibrante com a técnica de RMB (ruído magnético de Barkhausen), que é uma técnica de ensaio não destrutiva. Porém, o ensaio de RMB mostrou-se mais sensível às alterações na microestrutura.
- Medidas de correntes parasitas podem ser utilizadas para análise da presença de elementos na microestrutura que alteram propriedades elétricas e magnéticas do meio.

Por fim, conclui-se que a partir do processo de magnetização é possível extrair informações sobre alterações na microestrutura dos aços que possuem propriedades ferromagnéticas. A precipitação de fases pode ser verificada a partir de resultados associados ao campo coercivo do material, bem como as intensidades dos sinais de RMB. Além disso, o percentual de austenita na amostra pode ser associado a resultados obtidos da magnetização de saturação.

7.2 Sugestões para Trabalhos Futuros

- Análise das influências de outras fases precipitadas nas propriedades magnéticas dos aços inoxidáveis;

- Extração dos precipitados formados para estudo das suas propriedades magnéticas;
- Análise da influência da fase de Laves nas propriedades magnéticas dos aços inoxidáveis ferríticos e superferríticos.

REFERÊNCIAS

- 1 VÉRTESY, G.; MÉSZÁROS, I.; TOMÁS, I. Nondestructive magnetic characterization of TRIP steels. **NDTE International**, v. 54, p. 107–114, 2013.
- 2 MOORTHY, V.; VAIDYANATHAN, S.; RAJ, B.; JAYAKUMAR, T.; KASHYAP, B. P. Insight into microstructural characterization of ferritic steels using micromagnetic parameters. **Matellurgical and Materials Transactions A**, v. 31A, p. 1053–1065, April 2000.
- 3 MOHAPATRA, J. N.; PANDA, A. K.; GUNJAN, M. K.; BANDYOPADHYAY, N. R.; MITRA, A.; GHOSH., R. N. Ageing behavior study of 5Cr-0.5Mo steel by magnetic Barkausen emissions and magnetic hysteresis loop techniques. **NDT&E International**, v. 40, p. 173–178, 2007.
- 4 STUPAKOV, O.; UCHIMOTO, T.; TAGAKI, T. Magnetic anisotropy of platically deformed low-carbon steel. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 43, April 2010.
- 5 BOSE, M. S. C. A study of fatigue in ferromagnetic materials using a magnetic hysteresis technique. **NDT International**, v. 19, n. 2, p. 83–87, April 1986.
- 6 BYEON, J. W.; KWUN, S. I. Magnetic nondestructive evaluation of ththermal degraded 2.25Cr-1Mo steel. **Materials Letters**, v. 58, p. 94–98, 2003.
- 7 HE, M. L.; YU, L. M.; LI, H. J. Evolution of intermetallics in a 26Cr-4Mo-2Ni (Ti+Nb) super ferritic stainless steel aged at 800 °c. **Materials Research Innovations**, v. 19, p. 36–40, 2015.
- 8 SILVA, M. J. G. da; HERCULANO, L. F. G.; URZECINO, A. S. C.; ARAÚJO, W. S.; ABREU, H. F. G. de; LIMA-NETO, P. de. Influence of Mo content on the phase evolution and corrosion behavior of model Fe-9Cr-xMo ($x = 5, 7$ and 9 wt%) alloys. **Journal Materials Research**, v. 30, n. 12, p. 1999–2007, 2015.
- 9 KOUTSOUKIS, T.; KONSTANTINIDIS, K.; PAPADOPOULOU, E. G.; KOKKONIDIS, P.; FOURLARIS, G. Comparative study of precipitation effects during aging in superaustenitic and superferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 27, n. 5, p. 943–950, 2011.
- 10 NIEWOLAK, L.; GARCIA-FRESNILLO, L.; MEIER, G. H.; QUADAKKERS, W. J. Sigma-phase formation in high chromium ferritic steels at 650 °c. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 638, p. 405–418, March 2015.
- 11 VILLANUEVA, D. M. E.; JUNIOR, F. C. P.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex. **Materials Science and Technology**, v. 22, n. 9, p. 1098 – 1104, 2006.
- 12 MA, L.; HU, S. S.; SHEN, J. Q. Characterisation of precipitates formed in 26% Cr super ferritic stainless steel. **Ironmaking & Steelmaking. Processes, Products and Applications**, v. 43, p. 752–757, 2016.
- 13 MA, L.; HAN, J.; SHEN, J.; HU, S. Effects of microalloying and heat-treatment temperature on the toughness of 26Cr-3.5Mo super ferritic stainless steels. **Acta Metalurgica Sinica**, v. 27, p. 407–415, June 2014.
- 14 LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. **Materials Science & Engineering R**, v. 65, p. 39–104, April 2009.

- 15 HOU, T. P.; LI, Y.; ZHANG, J. J.; WU, K. M. Effect of magnetic field on the carbide precipitation during tempering of a molybdenum-containing steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 324, p. 857–861, 2012.
- 16 HUALLPA, E. A.; FARINA, P. F. S.; CAPO, J.; PADOVESE, L. R.; GOLDENSTEIN, H. The use of Barkhausen noise to study the martensitic phase transformation. **Solid State Phenomena**, p. 184–189, 2011.
- 17 DAS, G.; RAO, V.; JOARDER, A.; MOHANTY, O. N.; MURTHY, S. G. N.; MITRA, A. Magnetic characterization of process 5Cr-0.5Mo steel used in process heater tubes. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 28, p. 2229–2234, 1995.
- 18 DAS, S. K.; JOARDER, A.; MITRA, A. Magnetic barkausen emissions and microstructural degradation study in 1.25 Cr - 0.50 Mo steel during high temperature exposure. **NDT&E International**, v. 37, p. 243–248, 2004.
- 19 DURIN, G.; ZAPPERI, S. The Barkhausen effect. **The Science of Hysteresis**, Vol. II, p. 181–267, 2004.
- 20 YAMAURA, S.; FURUYA, Y.; WATANABE, T. The effect of grain boundary microstructure on Barkausen noise in ferromagnetic materials. **Acta Materialia**, v. 49, p. 3019–3027, 2001.
- 21 ZERGOUG, M.; BARKAT, O.; KAMEL, G. Barkhausen noise model of microdefect characterization. **Middle East Nondestructive Testing Conference & Exhibition**, p. 27–30, Nov 2005.
- 22 MOORTHY, V.; VAIDYANATHAN, S.; JAYAKUMAR, T.; RAJ, B.; KASHYAP, B. P. Effect of tensile deformation on micromagnetic parameters in 0.2% carbon steel and 2.25Cr-1Mo steel. **Acta Materialia**, v. 47, n. 6, p. 1869–1878, 1999.
- 23 MENEZES, J. W. A.; ABREU, H.; KUNDUN, S.; BHADSHIA, H. K. D. H.; KELLY, P. M. Crystallography of Widmanstätten austenite in duplex stainless steel weld metal. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 14, n. 1, p. 4–10, 2009.
- 24 ANDRADE, T. F. de; KLIAUGA, A. M.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Precipitation of Laves phase in a 28% Cr - 4% Ni - 2% Mo - Nb superferritic stainless steel. **Materials Characterization**, v. 59, 2008.
- 25 HUANG, X. Z.; WANG, D.; YANG, Y. Effect of precipitation on intergranular corrosion resistance of 430 ferritic stainless steel. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 22, p. 1062–1068, 2015.
- 26 SILVA, A. L. V. C. e; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. [S.l.]: Editora Blucher, 2010.
- 27 SANTOS, R. G. dos. **Transformações de Fases em Materiais Metálicos**. [S.l.]: Editora Unicamp, 2006.
- 28 L-ISERN, N.; L-LUQUE, H.; L-JIMENEZ, I.; BIEZMA, M. V. Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels. **Materials Characterization**, v. 112, p. 20–29, 2015.
- 29 HSIEH, C. C.; WU, W. Overview of intermetallic sigma (σ) phase precipitation in stainless steels. **International Scholarly Research Network (ISRN Metallurgy)**, 2012.

- 30 MICHALSKA, J.; SOZANSKA, M. Qualitative and quantitative analysis of *sigma* and *chi* phases in 2205 duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 56, p. 355–362, 2006.
- 31 HUALLPA, E. A.; MONLEVADE, E. F. de; SÁNCHEZ, J. C.; CAMPOS, M. A.; PADOVESE, L.; GOLDENSTEIN, H. Use of magnetic Barkhausen noise (MBN) to follow up the formation of sigma phase in Saf2205 (UNS S 31803) duplex stainless steel. **Materials Research**, v. 19, 2016.
- 32 MAGNABOSCO, R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. **Materials Research**, v. 12, n. 3, p. 321–327, 2009.
- 33 NORMANDO, P. G.; MOURA, E. P.; SOUZA, J. A.; TAVARES, S. S. M.; PADOVESE, L. R. 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**, v. 527, p. 2886–2891, 2010.
- 34 KASPER, J. S. The ordering of atoms in the chi-phase of the iron-chromium-molybdenum system. **Acta Metallurgica**, v. 2, May 1954.
- 35 ESCRIBA, D. M.; MATERNA-MORRIS, E.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 60, p. 1214–1219, 2009.
- 36 PADILHA, A. F.; RIOS, P. R. Decomposition of austenite in austenitic stainless steels. **ISIJ International**, v. 42, n. 4, p. 325–337, 2002.
- 37 XU, Y.; WANG, M.; WANG, Y.; GU, T.; CHEN, L.; ZHOU, X.; MA, Q.; LIU, Y.; HUANG, J. Study on the nucleation and growth of Laves phase in a 10% Cr martensite ferritic steel after long-term aging. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 621, p. 93–98, 2015.
- 38 SHARON, T. E.; TSUEI, C. C. Mössbauer effect study of the Laves phases. **Physical Review B**, v. 2, n. 7, 1970.
- 39 JUUTI, T.; ROVATTI, L.; MAKELA, A.; KARJALAINEN, L. P.; PORTER, D. Influence of long heat treatments on the Laves phase nucleation in a type 444 ferritic stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 616, p. 250–256, 2014.
- 40 ISIK, M. I.; KOSHA, A.; EGGELER, G. On the nucleation of Laves phase particles during high-temperature exposure and creep of tempered martensite ferritic steels. **Acta materialia**, v. 81, p. 230–240, 2014.
- 41 GUNN, R. N. **Duplex Stainless Steels. Microstructure, properties and applications**. [S.l.]: Abington publishing, 1997.
- 42 PARDAL, J. M. **Efeitos dos Tratamentos Térmicos nas Propriedades Mecânicas, Magnéticas e na Resistência à Corrosão de Aços Inoxidáveis Superduplex**. Tese (Doutorado) — Escola de Engenharia. Universidade Federal Fluminense, 2009.
- 43 STADELMAIER, H. H. Magnetic properties of materials. **Materials Science & Engineering, A**, v. 287, p. 138–145, 2000.
- 44 CULLITY, B. C.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. Second edition. [S.l.]: Wiley & Sons, 2009.

- 45 SOSHIN, C. **Physics of Ferromagnetism**. [S.l.]: Oxford Science Publications, 1992. v. 94. (International Series of Monographs on Physics, v. 94).
- 46 GETZLAFF, M. **Fundamentals of Magnetism**. [S.l.]: Springer, 2008.
- 47 BOZORTH, M. R. **Ferromagnetism**. [S.l.]: D. Van Nostrand Company, Inc, 1951.
- 48 PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia. Microestrutura e Propriedades**. [S.l.]: Hemus, 2000.
- 49 GUIMARÃES, A. P. **Magnetismo e Ressonância Magnética em Sólidos**. [S.l.]: EdUsp, 2009.
- 50 BERTOTTI, G. **Hysteresis in Magnetism**. [S.l.]: Academic Press, 1998.
- 51 JILES, D. C.; ATHERTON, D. L. Theory of ferromagnetic hysteresis. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 61, p. 48–60, January 1986.
- 52 KITTEL, C. **Física do Estado Sólido**. [S.l.]: LTC, 2006.
- 53 NOVAK, M. A. **Introdução ao Magnetismo**. [S.l.]: Instituto de Física (UFRJ), 2000.
- 54 ASKELAND, D. R.; FULAY, P. P.; WRIGHT, W. J. **The Science and Engineering of Materials**. 6th edition. ed. [S.l.]: Cengage Learning, 2010.
- 55 JILES, D. C.; ATHERTON, D. L. Theory of the magnetisation process in ferromagnets and its application to the magnetomechanical effect. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 17, July 1984.
- 56 COEY, J. M. D. **Magnetism and Magnetic Materials**. [S.l.]: Cambridge, 2009.
- 57 GAUNT, P.; HADJIPANAYIS, G.; NG, N. Remanence relationships and domain wall pinning in ferromagnetics. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, p. 841–842, 1986.
- 58 GHANEI, S.; ALAM, A. S.; KASHEFI, M.; MAZINANI, M. Nondestructive characterization of microstructure and mechanical properties of intercritically annealed dual-phase steel by Barkhausen noise technique. **Materials Science and Engineering: A**, v. 607, 2014.
- 59 BLAOW, M.; EVANS, J. T.; SHAW, B. A. The effect of microstructure and applied stress on magnetic Barkhausen emission in induction hardened steel. **Journal Materials Science**, v. 42, p. 4364–4371, 2007.
- 60 WHITE, S.; KRAUSE, T.; CLAPHAM, L. Control of flux in magnetic circuits for Barkhausen noise measurement. **Measurement Science and Technology**, v. 18, p. 3501–3510, 2007.
- 61 CIZEAU, P.; ZAPPERI, S.; DURIN, G.; STANLEY, H. E. Dynamics of ferromagnetic domain wall and Barkhausen effect. **Physica Review Letters**, v. 79, n. 23, p. 4669–4672, 1997.
- 62 CARMEN-GABRIELA, S. **From Bulk to Nano. The Many Sides of Magnetism**. [S.l.]: Springer, 2008. v. 117. (Springer Series in Materials Science, v. 117).
- 63 LO, C. C. H. Modeling the effects of nanosize precipitates on magnetic hysteresis and Barkhausen effect signal. **Journal of Applied Physics**, v. 111, February 2012.

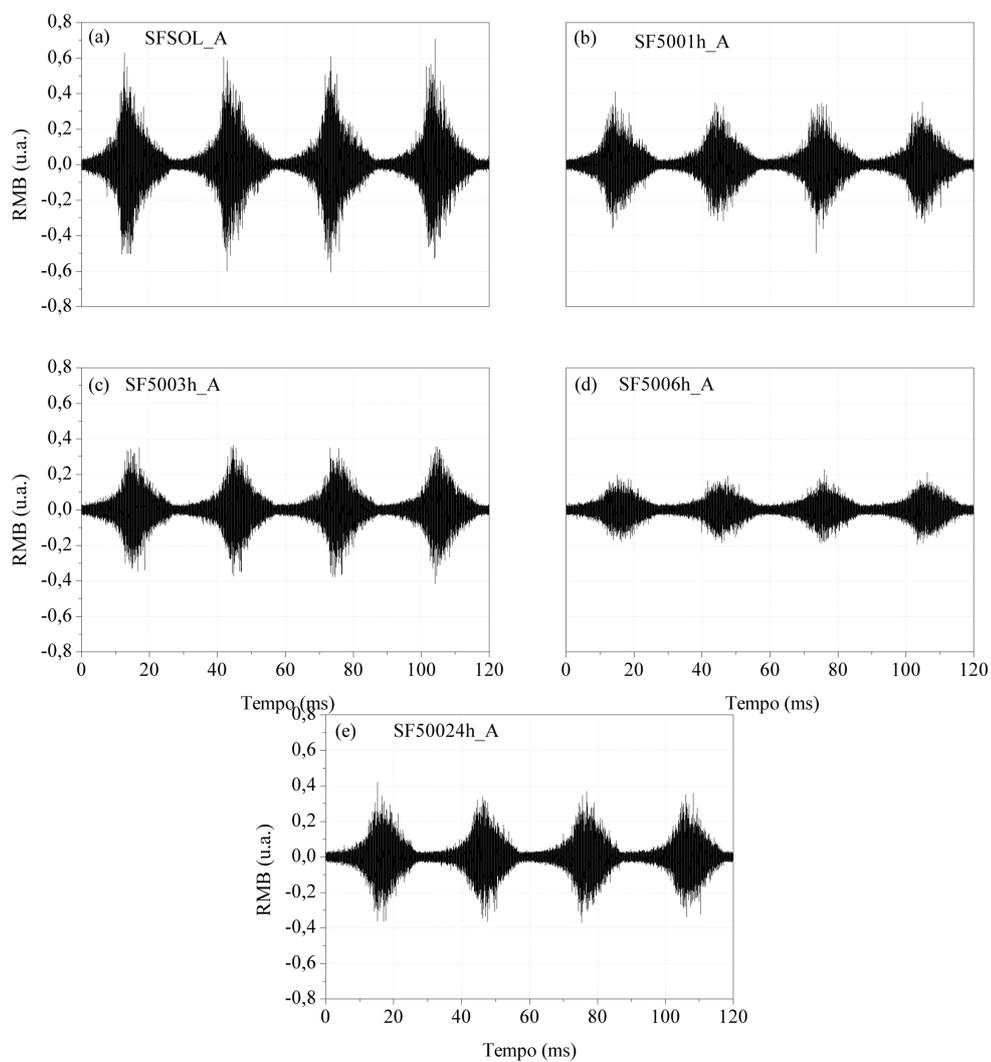
- 64 SABLİK, M. J. Modeling the effect of grain size and dislocation density on hysteretic magnetic properties in steels. **Journal of Applied Physics**, v. 89, n. 10, p. 5610–5613, May 2001.
- 65 RANJAN, R.; BUCK, D. C. J. O.; THOMPSON, R. B. Grain size measurement using magnetic and acoustic Barkausen noise. **Journal of Applied Physics**, v. 61, p. 3199–3201, April 1987.
- 66 ASTUDILLO, M. R. N.; NUNEZ, N.; PUMAREGA, I. L.; TORRES, D. N.; RUZZANTE, J. Magneto-acoustic emission and Barkausen noise in A508 class II steel. **30th European Conference on Acoustic Emission Testing & 7th International Conference on Acoustic Emission University of Granada**, September 2012.
- 67 CAHN, W. R.; HAASEN, P. **Physical Metallurgy**. [S.l.]: North-Holland, 1996.
- 68 SILVA, A. L. C. e; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. [S.l.]: Eletrometal, 1988.
- 69 MICHAUD, P.; DELAGNES, D.; LAMESLE, P.; MATHON, M. H.; LEVAILLANT, C. The effect of the addition of alloying elements on carbide precipitation and mechanical properties in 5% chromium martensitic. **Acta Materialia**, v. 55, p. 4877–4889, 2007.
- 70 MEDVEDEVA, N. I.; AKEN, D. C. V.; MEDVEDEJA, J. E. Stability of binary $M_{23}C_6$ carbides from first principles. **Computational Materials Science**, v. 96, p. 159–164, 2015.
- 71 JAYAN, V.; KHAN, M. Y.; HUSAIN, M. Coarsening of nano sized carbide particles in 2.25Cr-1Mo power plant steel after extended service. **Materials Letters**, v. 58, p. 2569–2573, 2004.
- 72 GHOSH, S. K.; MONDAL, S. High temperature ageing behavior of a duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 59, p. 1776–1783, 2008.
- 73 TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M.; GUERREIRO, J. L.; GOMES, A. M.; SILVA, M. R. da. Magnetic detection of sigma phase on duplex stainless steel UNS S31803. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, p. L29–L33, 2010.
- 74 FONER, S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. **The Review of Scientific Instruments**, v. 30, n. 7, July 1959.
- 75 SAMPAIO, L. C.; GARCIA, F.; CERNICCHIARO, G. R. C.; TAKEUCHI, A. Y. Técnicas de magnetometria. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, 2000.
- 76 DENG, Y.; LI, Z.; CHEN, J.; QI, X. The effects of the structure characteristics on magnetic Barkhausen noise in commercial steels. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 451, p. 276–282, 2018.
- 77 SOPHIAN, A.; TIAN, G.; FAN, M. Pulsed eddy current nondestructive testing and evaluation. **Chinese Journal of Mechanical Engineering**, v. 30, p. 500–514, 2017.
- 78 GARCÍA-MARTÍN, J.; GIL, J. G.; SÁNCHEZ, E. V. Nondestructive techniques based on eddy current testing. **Sensors**, v. 11, p. 2525–2565, 2011.
- 79 VOORT, G. F. V. **Metallography. Principles and Practice**. [S.l.]: ASM International, 1999.

- 80 COLLINS, T. J. ImageJ for microscopy. **Biotechniques**, v. 43, n. 1, p. 25–30, 2007.
- 81 MAZZOLI, A.; FAVONI, O. Particle size, size distribution and morphological evaluation of airborne dust particles of diverse woods by scanning electron microscopy and image processing program. **Powder Technology**, v. 225, p. 65–71, 2012.
- 82 PRAT, O.; GARCIA, J.; ROJAS, D.; CARRASCO, C.; KAYSSE-PIZALLA, A. R. Investigations on coarsening of MX and $M_{23}C_6$ precipitates in 12% Cr creep resistant steels assisted by computational thermodynamics. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 5976–5983, 2010.
- 83 PRAT, O.; SANHUEZA, J. G. D. R. J. P.; CAMURRI, C. Study of nucleation, growth and coarsening of precipitates in a novel 9% Cr heat resistant steel: Experimental and modeling. **Materials Chemistry and Physics**, v. 143, p. 754–764, 2014.
- 84 LARSON, R.; FARBER, B. **Elementary Statistics. Picturing the World**. 6th. ed. [S.l.]: Pearson, 2015.
- 85 BUSSAB, W. de O.; MORETTIN, P. A. **Estatística Básica**. 6^a. ed. [S.l.]: Editora Saraiva, 2010.
- 86 TAVARES, S. S. M.; FRUCHART, D.; MIRAGLIA, S.; LABORIE, D. Magnetic properties of an AISI 420 martensitic stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 312, p. 307–314, 2000.
- 87 SOUZA, M. C. L.; TEODOSIO, J. R.; NETO, J. M.; TAVARES, S. Magnetic properties of Fe-xMo-5Ni-0.05C alloys ($x = 5, 8, 11$ wt.%). **Journal of Alloys and Compounds**, v. 346, p. 272–275, 2002.
- 88 CAMELO, K. J.; OLIVEIRA, F. C.; SILVA, M. R. da; VASCONCELOS, I. F. Influence of precipitates on the magnetic properties of Fe-Cr-Mo alloys studied by x-ray diffraction, Mössbauer spectroscopy and vibrating sample magnetometry. **Journal of Materials Research**, v. 32, 2016.
- 89 MOHAPATRA, J. N.; PANDA, A. K.; MITRA, A. Magnetic properties evaluation of ageing behavior in water-quenched 5Cr-0.5Mo steel. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 42, 2009.
- 90 BROWN, E. L.; BURNETT, M. E.; PURTSCHER, P. T.; KRAUSS, G. Intermetallic phase formation in 25Cr-3Mo-4Ni ferritic stainless steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 14A, p. 791–800, May 1983.
- 91 MOURA, L. B.; ABREU, H. F. G.; ARAUJO, W. S.; FRANCO, J. F. B.; SAMPAIO, M. C.; MAURICIO, F. E. R. Embrittlement and aging at 475 °C in an experimental superferritic stainless steel containing high molybdenum. **Corrosion Science**, v. 137, 2018.
- 92 VASCONCELOS, I. F.; TAVARES, S. S. M.; REIS, F. E. U.; ABREU, H. F. G. Ageing effects on α' precipitation and resistance to corrosion of a novel Cr-Mo stainless steel with high mo content. **Journal of Materials Science**, v. 44, p. 293–299, 2009.
- 93 AHMED, A.; ALI, A.; HASNAIN, K.; HASHMI, F. H.; KHAN, A. Q. Magnetic properties of maraging steel in relation to deformation and structural phase transformations. **Acta Metal Materialia**, v. 42, n. 3, p. 631–638, 1994.

- 94 AJUS, C.; TAVARES, S. S. M.; SILVA, M. R.; CORTE, R. Magnetic properties and retained austenite quantification in SAE 4340 steel. **Revista Matéria**, v. 14, n. 3, p. 993–999, 2009.
- 95 MOHAPATRA, J. N.; KAMADA, Y.; KIKUCHI, H.; KOBAYASHI, S.; ECHIGOYA, J. Study of thermal ageing behavior of Fe-Cr model alloys by magnetic hysteresis loop technique. **Journal of Physics: Conference. 2nd Int. Symp. on Advanced Magnetic Materials (ISAMMA 2010)**, v. 266, 2011.
- 96 O’SULLIVAN, D.; COTTERELL, M.; TANNER, D. A.; MÉSZÁROS, I. Characterization of ferritic stainless steel by Barkhausen techniques. **NDT&E International**, v. 37, p. 489–496, 2004.
- 97 BERTOTTI, G.; MONTORSI, A. Dependence of Barkhausen noise on grain size in ferromagnetic materials. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 83, p. 214–216, 1990.
- 98 MOHAPATRA, J. N.; SWAMINATHAN, J.; GHOSH, M. K.; MITRA, A. Magnetic nondestructive evaluation of creep behavior in water-quenched modified 9Cr-1Mo steel. **Matallurgical and materials transactions A**, v. 41A, p. 900–905, 2010.
- 99 MITRA, A.; MOHAPATRA, J. N.; SWAMINATHAN, J.; GHOSH, M.; PANDA, A. K.; GHOSH, R. N. Magnetic evaluation of creep in modified 9Cr-1Mo steel. **Scripta Materialia**, v. 57, p. 813–816, 2007.
- 100 PEDROSA, P. D. S.; TEODOSIO, J. R.; TAVARES, S. S. M.; NETO, J. M.; SILVA, M. R. da. Magnetic and mechanical hardening of Fe-based alloys. **Journal of Alloy and Compounds**, v. 329, p. 14–17, 2001.
- 101 MÉSZÁROS, I.; SZABÓ, P. J. Complex magnetic and microstructural investigation of duplex stainless steel. **NDT&E International**, v. 38, p. 517–521, 2005.

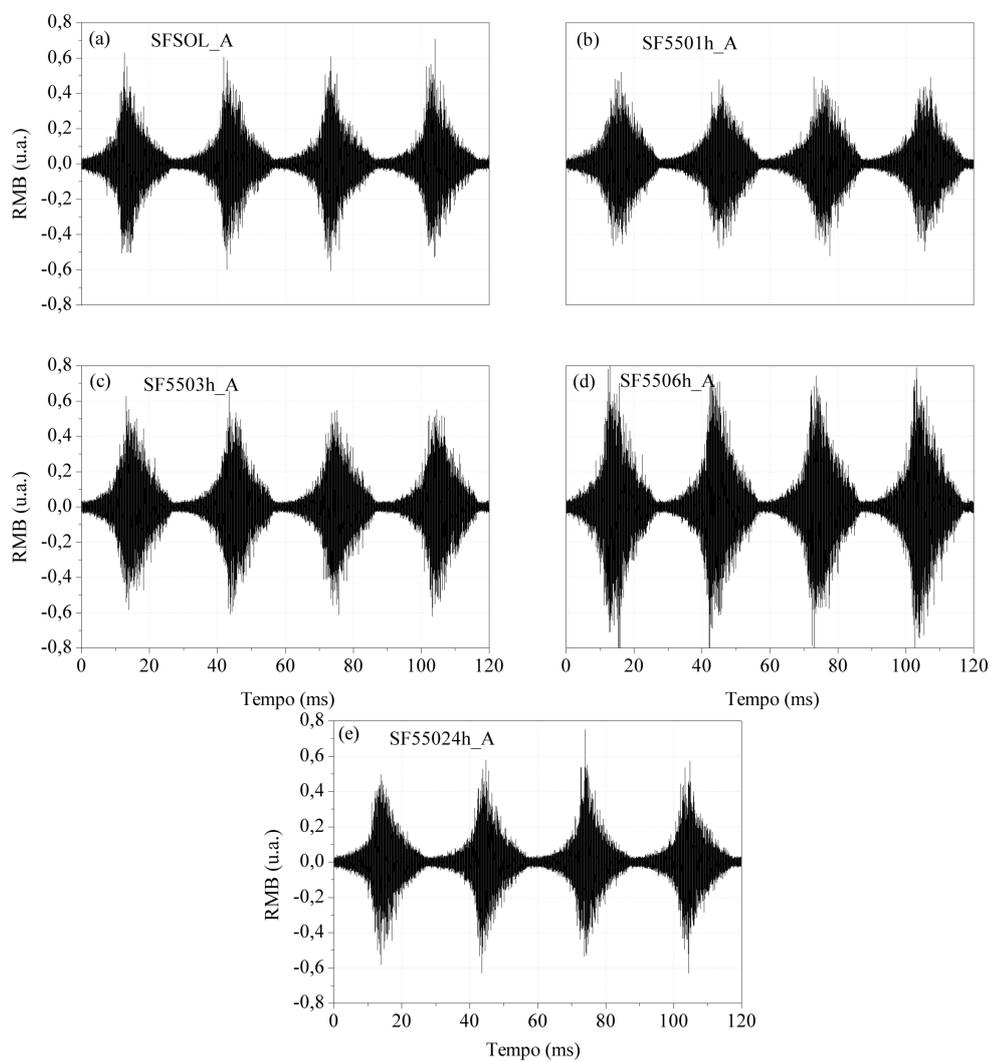
APÊNDICE A – MEDIDAS DE RMB

Figura 75 – Sinal de RMB das amostras de superferrítico (a) solubilizada e envelhecida a 500 °C durante (b) 1 h, (c) 3 h, (d) 6 h e (e) 24 h.



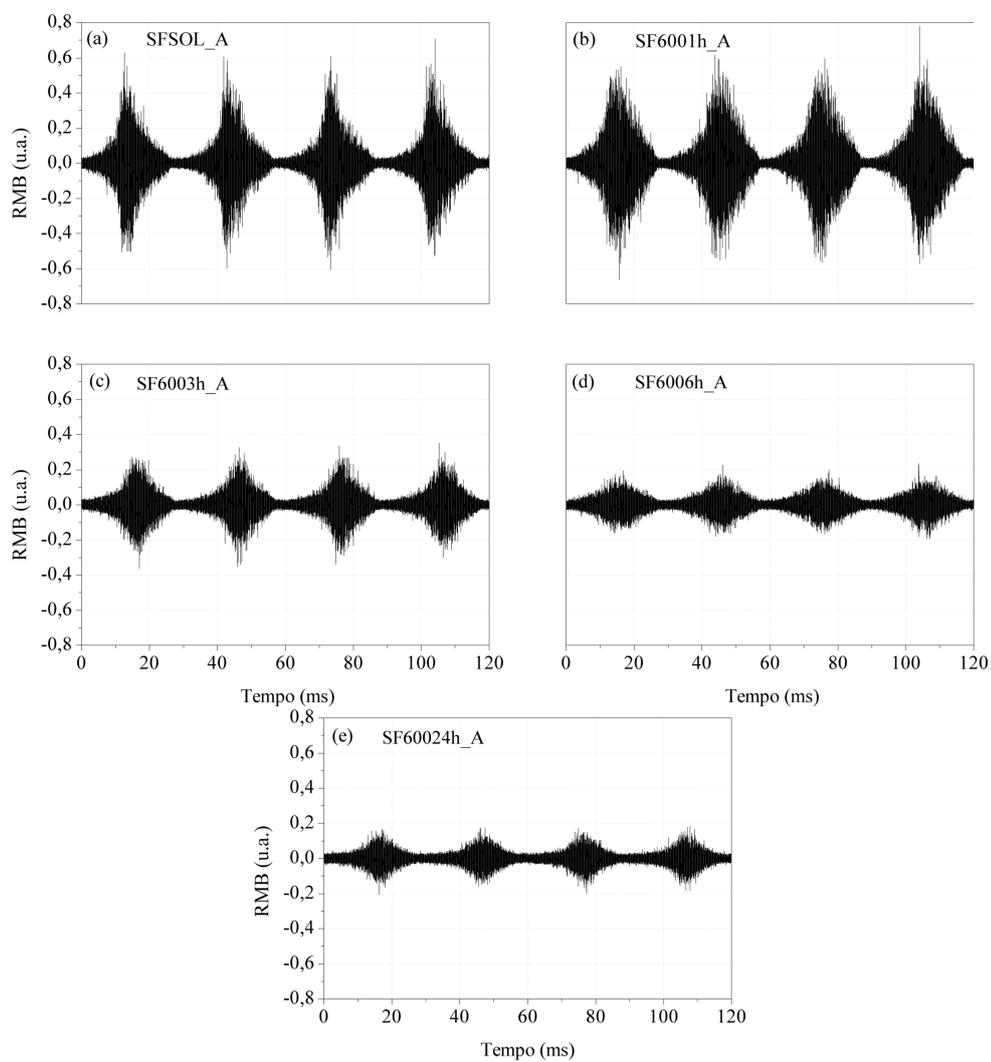
Fonte: Próprio Autor

Figura 76 – Sinal de RMB das amostras de superferrítico (a) solubilizada e envelhecida a 550 °C durante (b) 1 h, (c) 3 h, (d) 6 h e (e) 24 h.



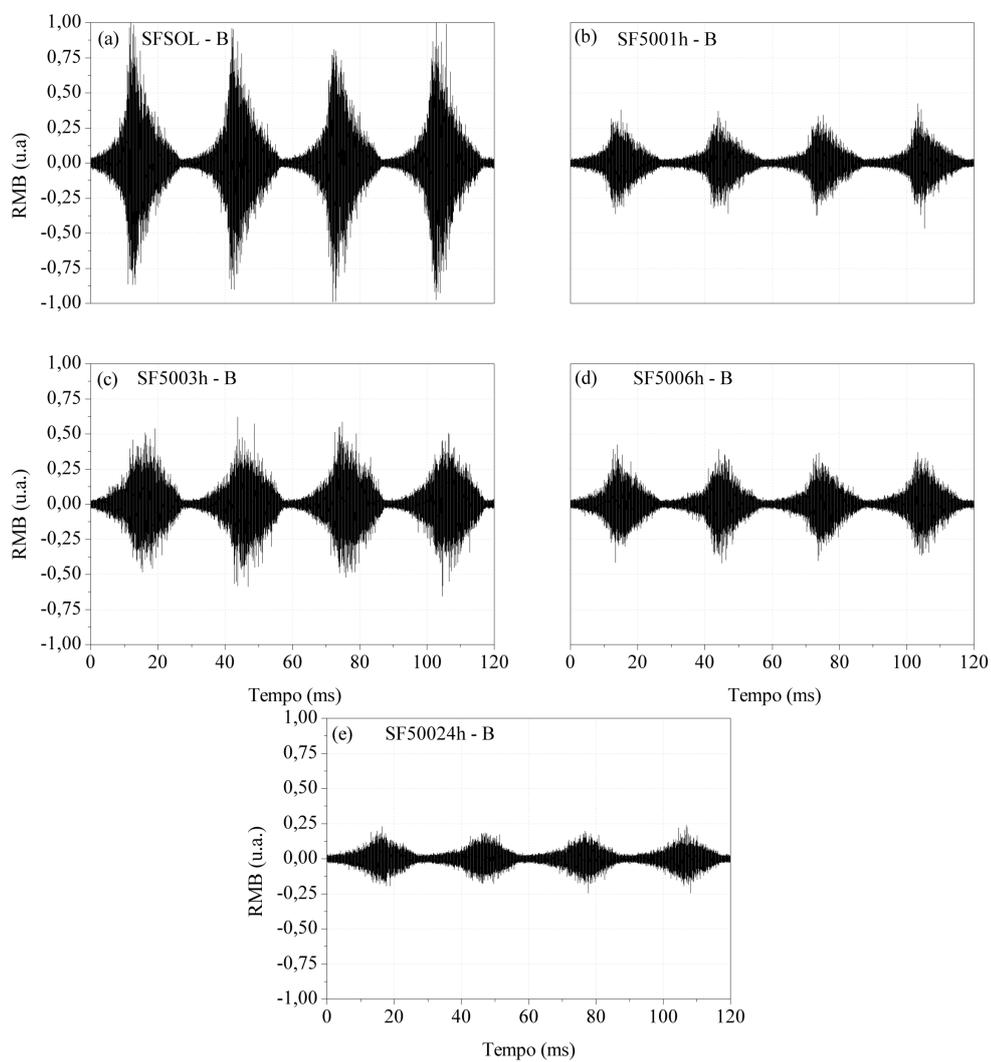
Fonte: Próprio Autor

Figura 77 – Sinal de RMB das amostras de superferrítico (a) solubilizada e envelhecida a 600 °C durante (b) 1 h, (c) 3 h, (d) 6 h e (e) 24 h.



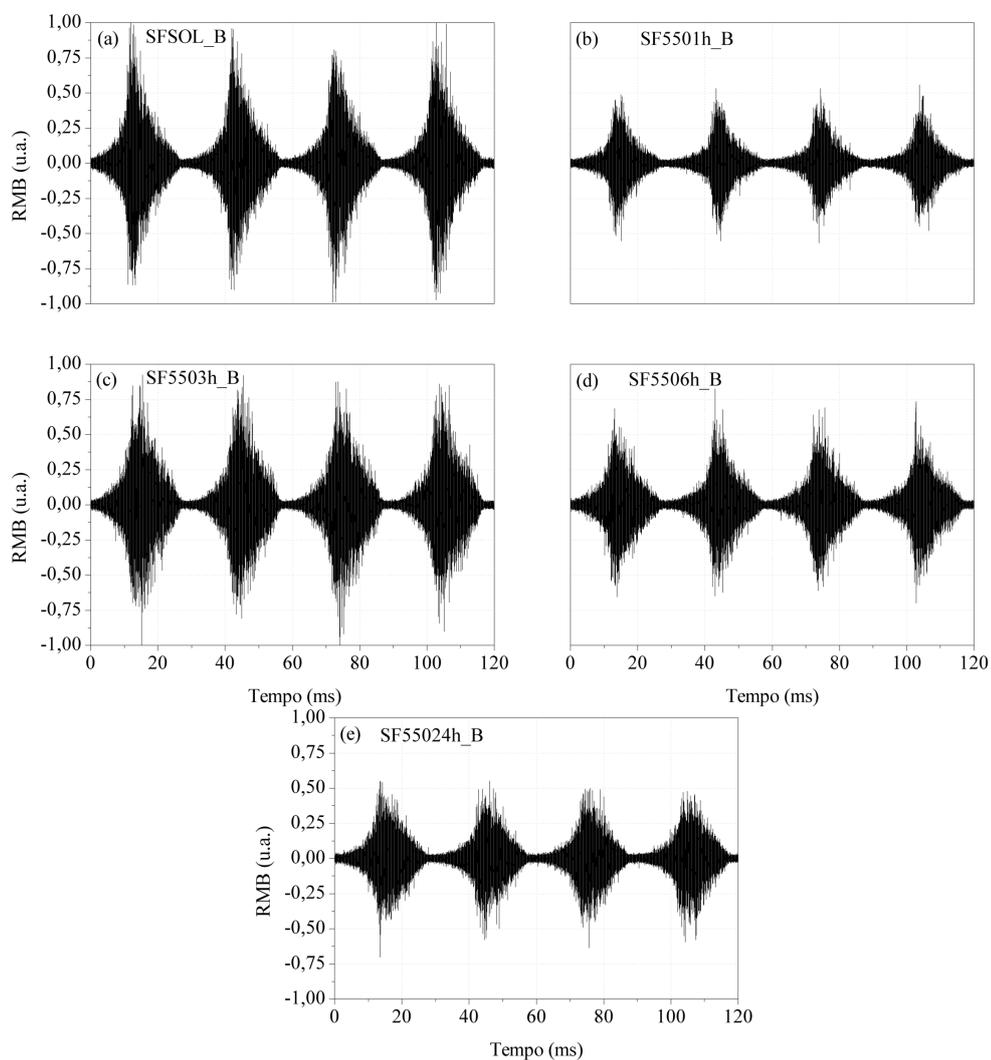
Fonte: Próprio Autor

Figura 78 – Sinal de RMB das amostras de superferrítico (a) solubilizada e envelhecida a 500 °C durante (b) 1 h, (c) 3 h, (d) 6 h e (e) 24 h.



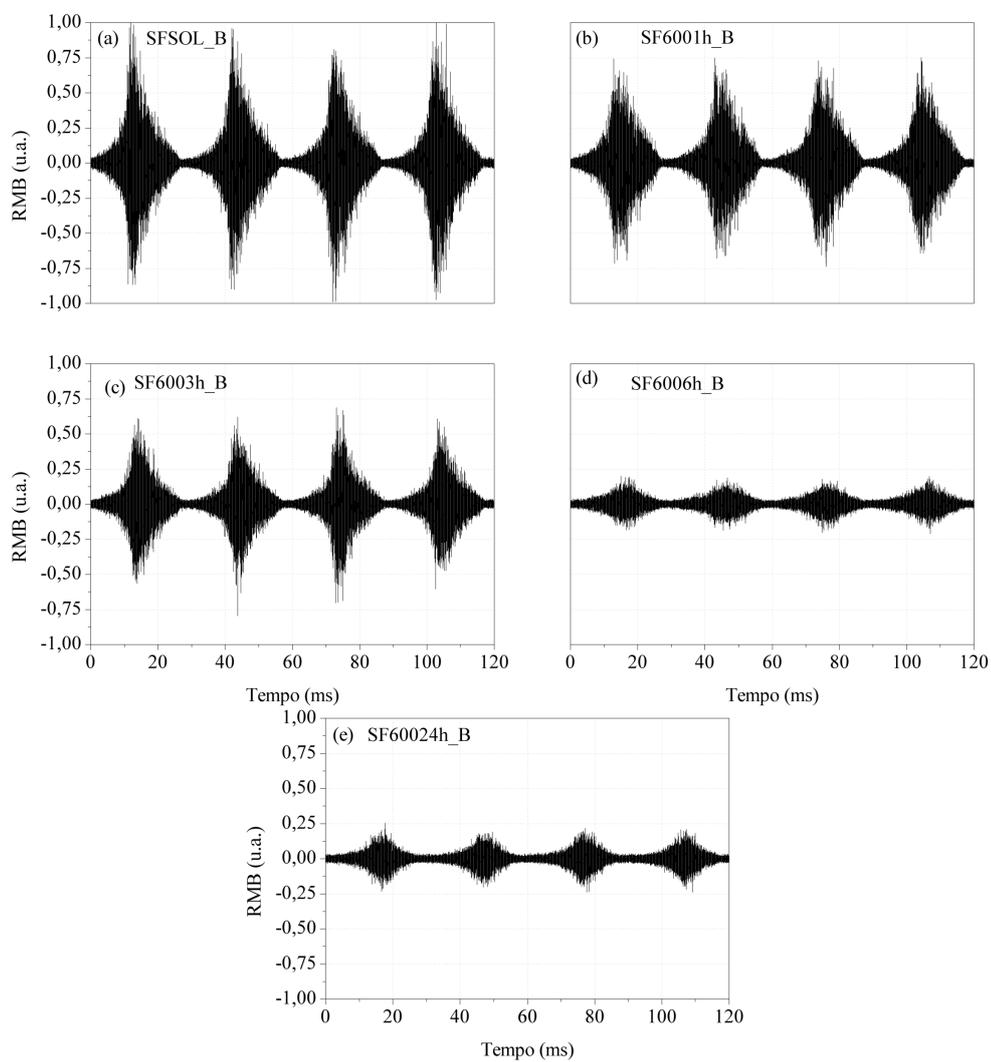
Fonte: Próprio Autor

Figura 79 – Sinal de RMB das amostras de superferrítico (a) solubilizada e envelhecida a 550 °C durante (b) 1 h, (c) 3 h, (d) 6 h e (e) 24 h.



Fonte: Próprio Autor

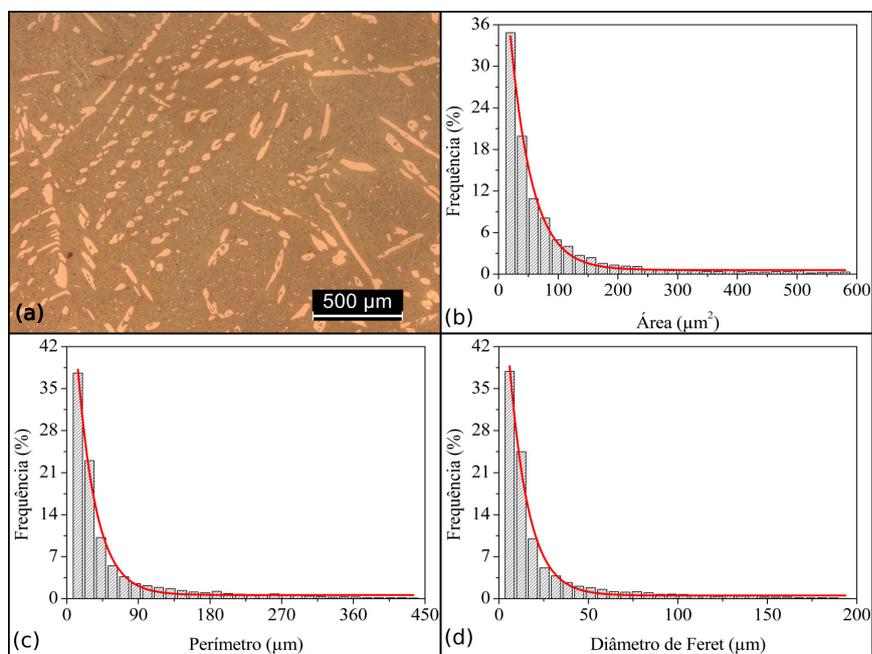
Figura 80 – Sinal de RMB das amostras de superferítico (a) solubilizada e envelhecida a 600 °C durante (b) 1 h, (c) 3 h, (d) 6 h e (e) 24 h.



Fonte: Próprio Autor

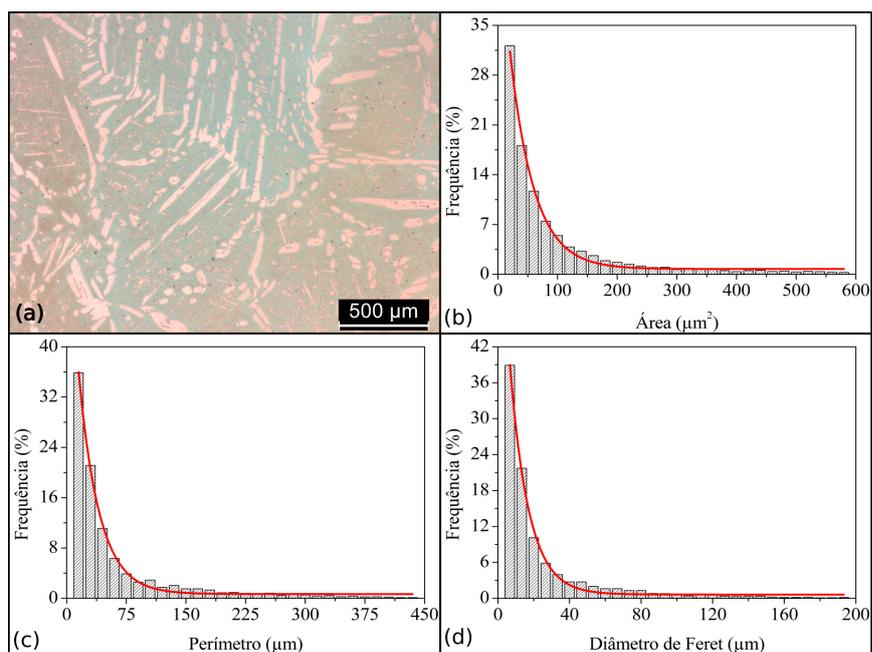
APÊNDICE B – HISTOGRAMAS

Figura 81 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SFSOL



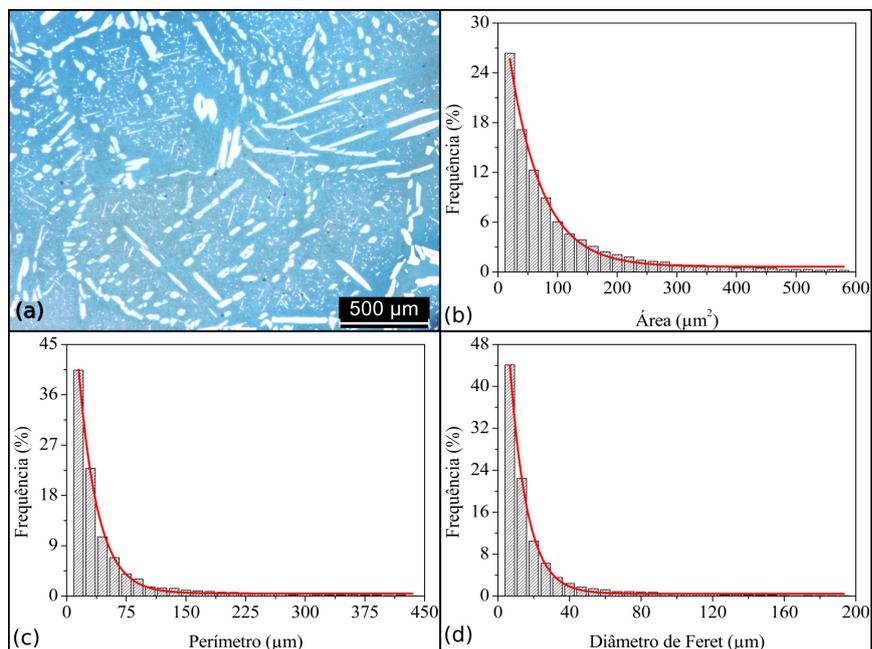
Fonte: Próprio Autor

Figura 82 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF50010min.



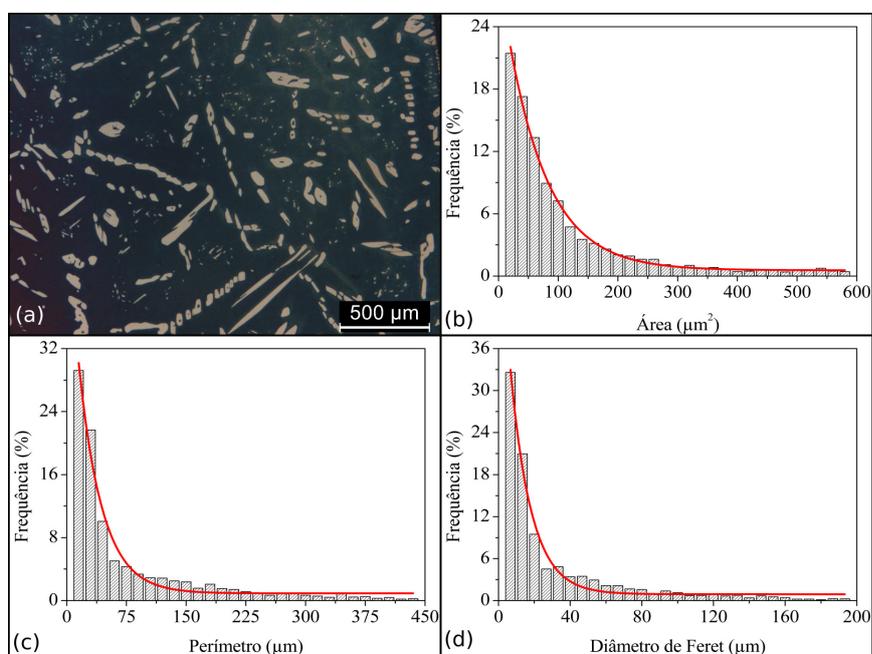
Fonte: Próprio Autor

Figura 83 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF5001h.



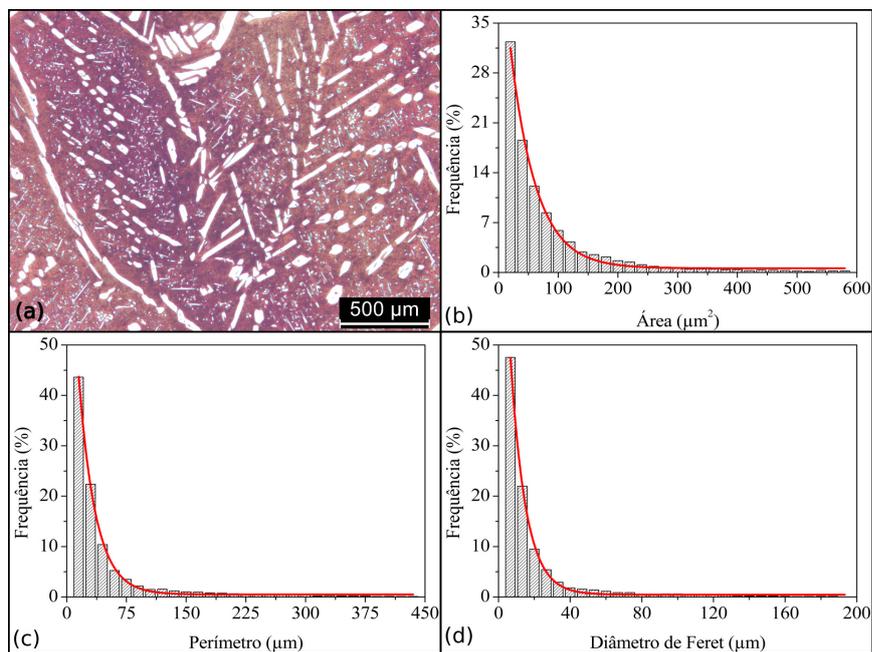
Fonte: Próprio Autor

Figura 84 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF5003h.



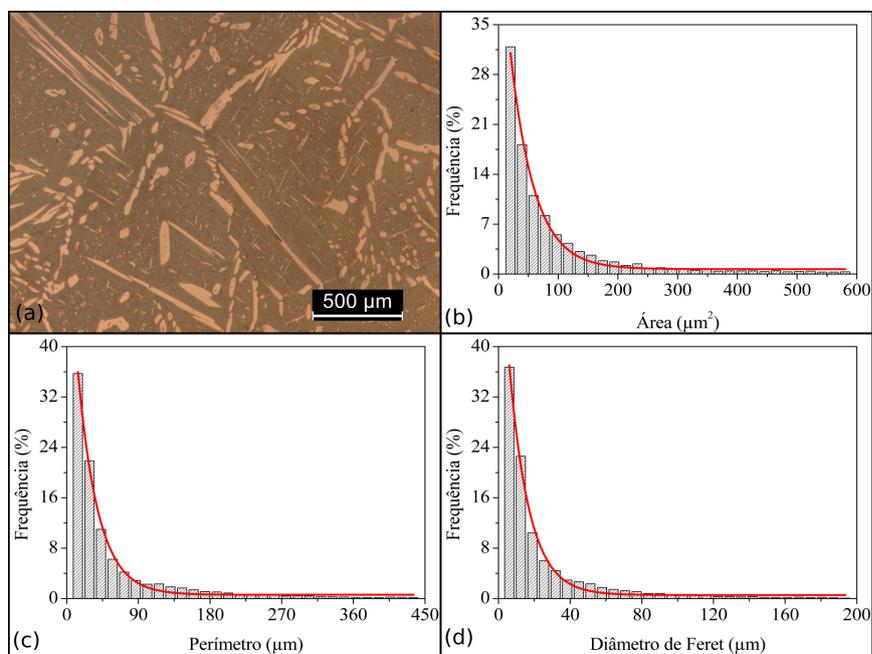
Fonte: Próprio Autor

Figura 85 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF5006h.



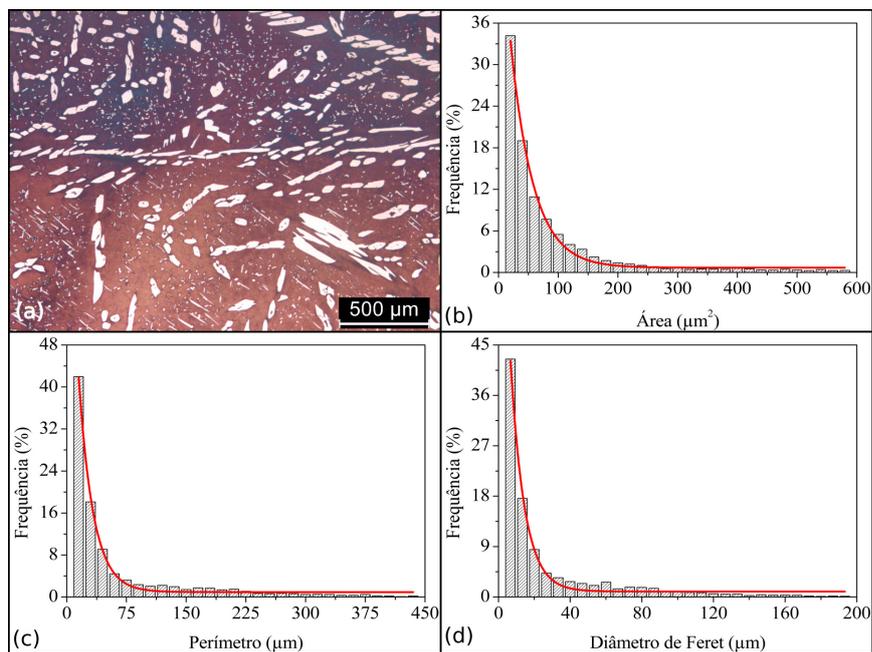
Fonte: Próprio Autor

Figura 86 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF50024h.



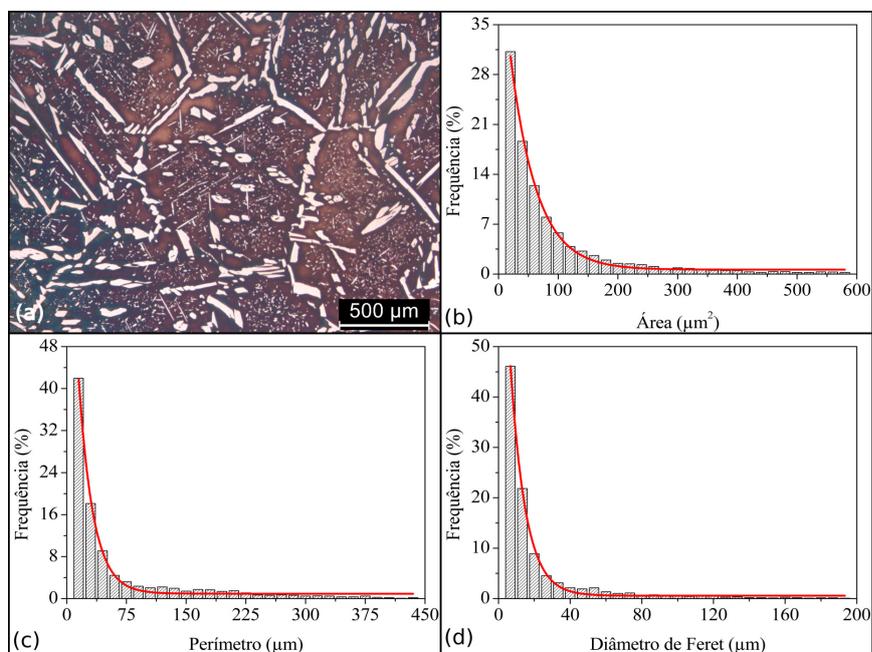
Fonte: Próprio Autor

Figura 87 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF50048h.



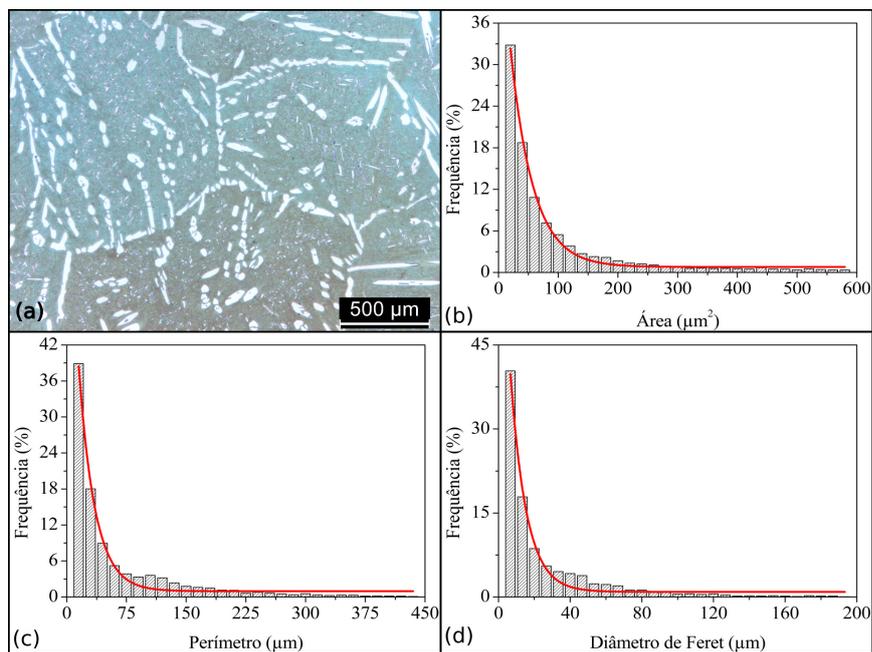
Fonte: Próprio Autor

Figura 88 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF50096h.



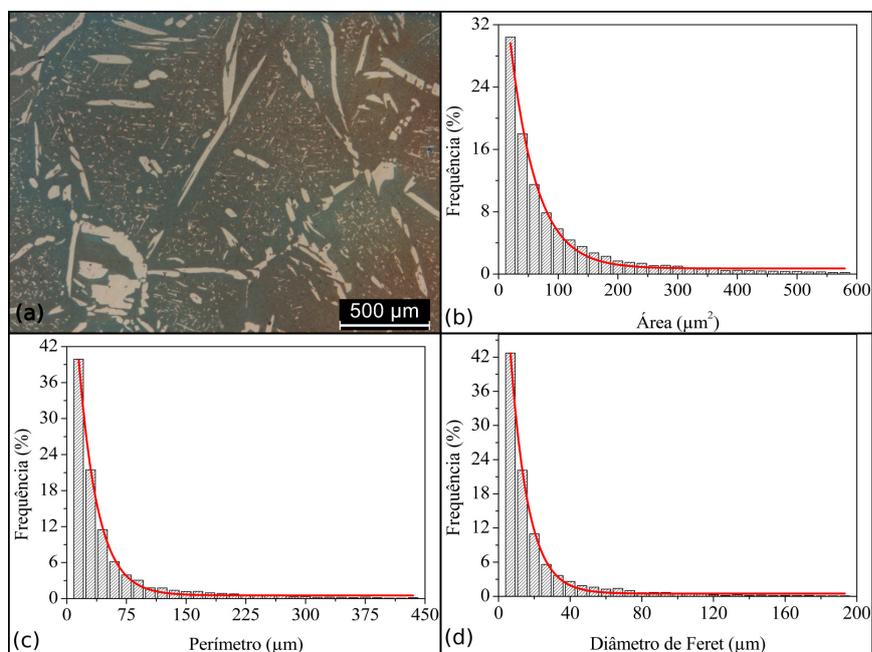
Fonte: Próprio Autor

Figura 89 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF55030min.



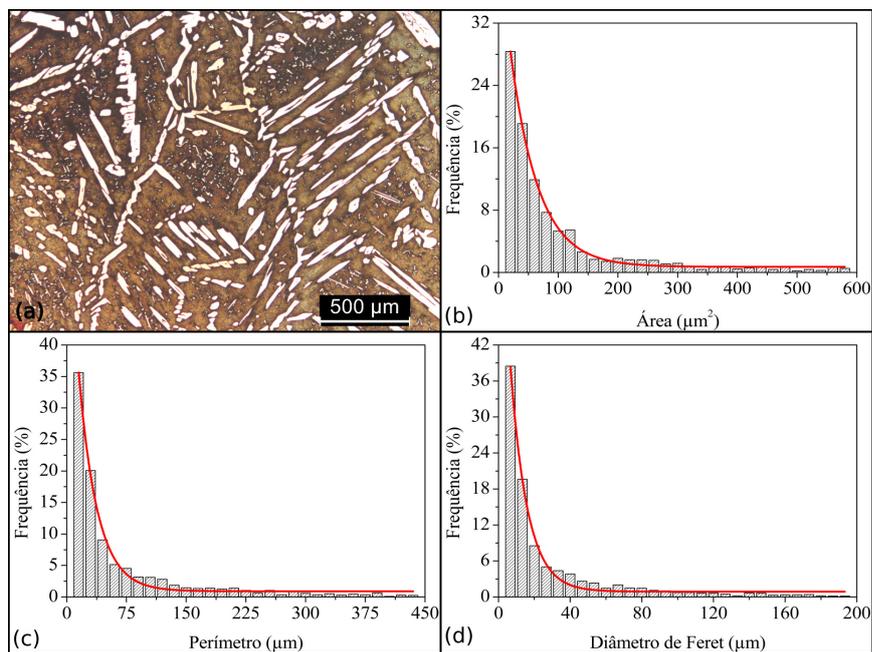
Fonte: Próprio Autor

Figura 90 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF5503h.



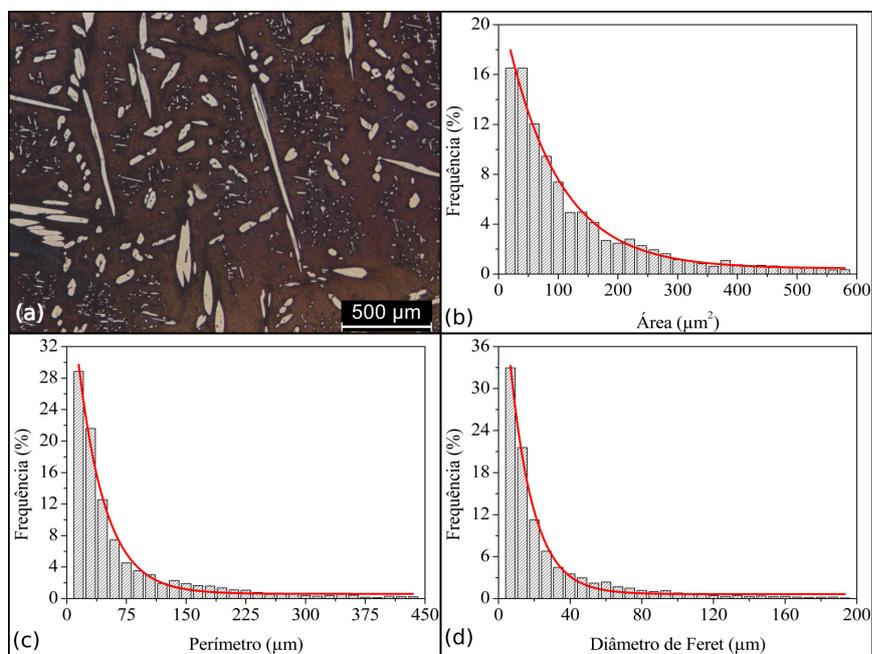
Fonte: Próprio Autor

Figura 91 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF5506h.



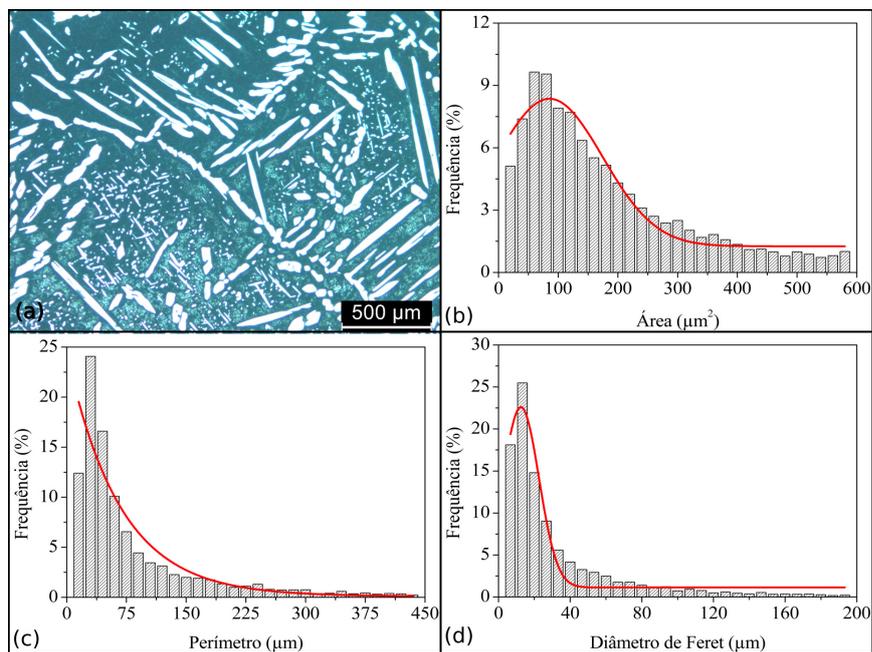
Fonte: Próprio Autor

Figura 92 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF55024h.



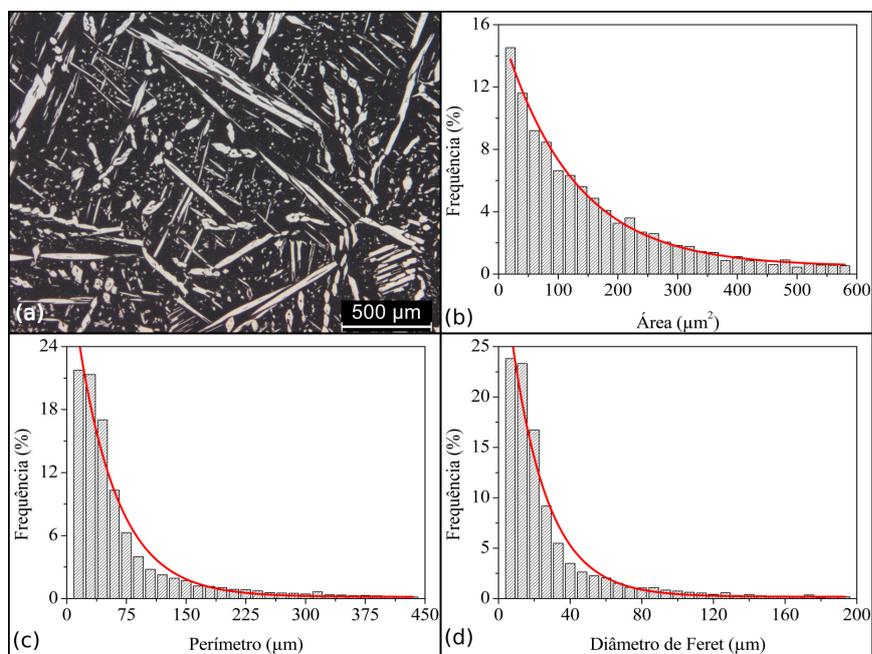
Fonte: Próprio Autor

Figura 93 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF55048h.



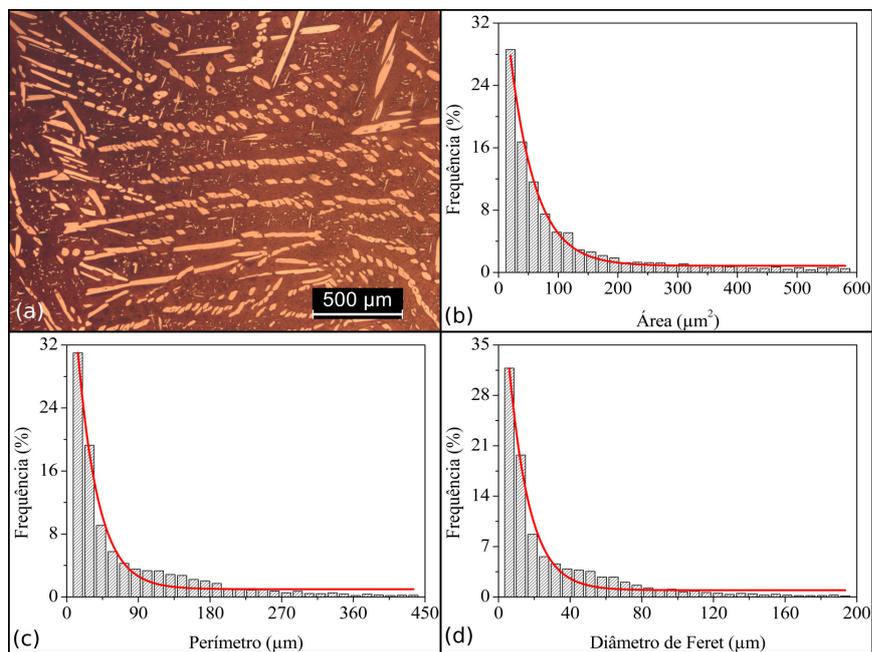
Fonte: Próprio Autor

Figura 94 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF55096h.



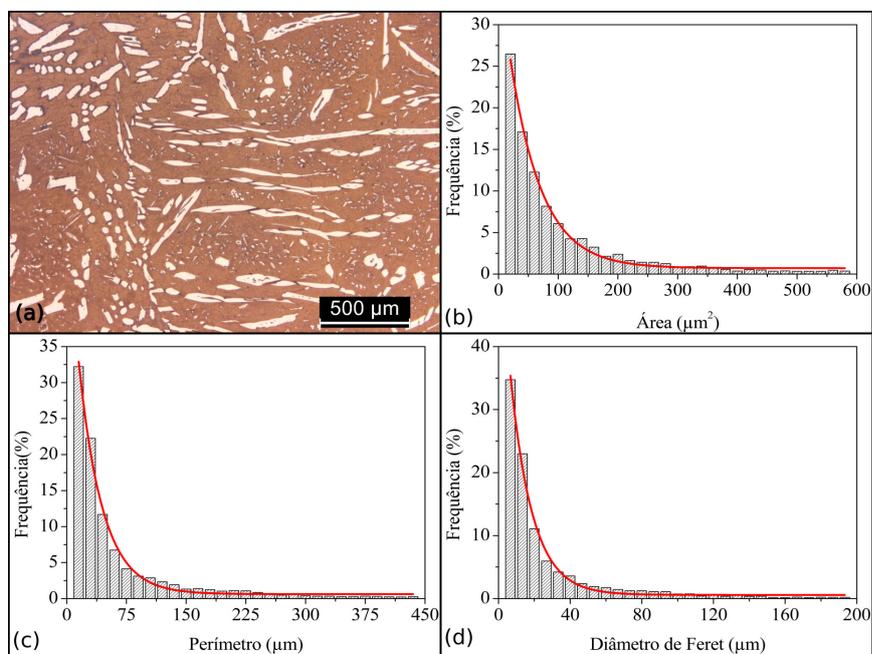
Fonte: Próprio Autor

Figura 95 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF60010min.



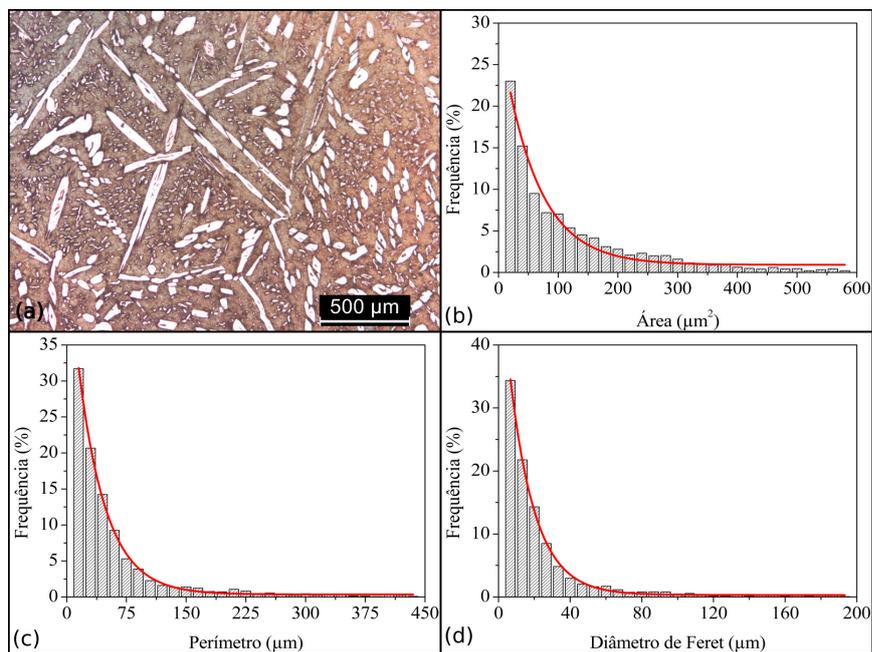
Fonte: Próprio Autor

Figura 96 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF60030min.



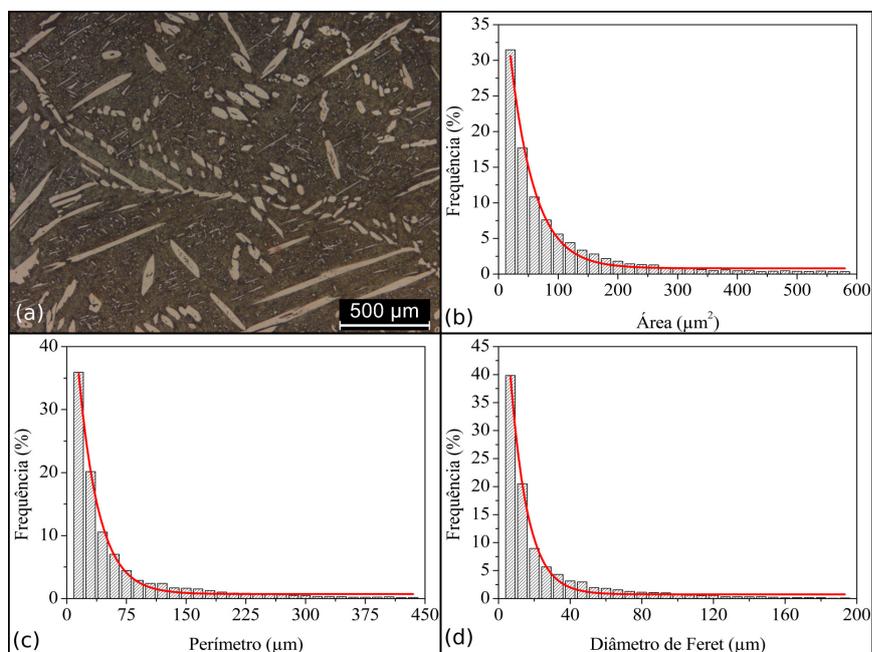
Fonte: Próprio Autor

Figura 97 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF6001h.



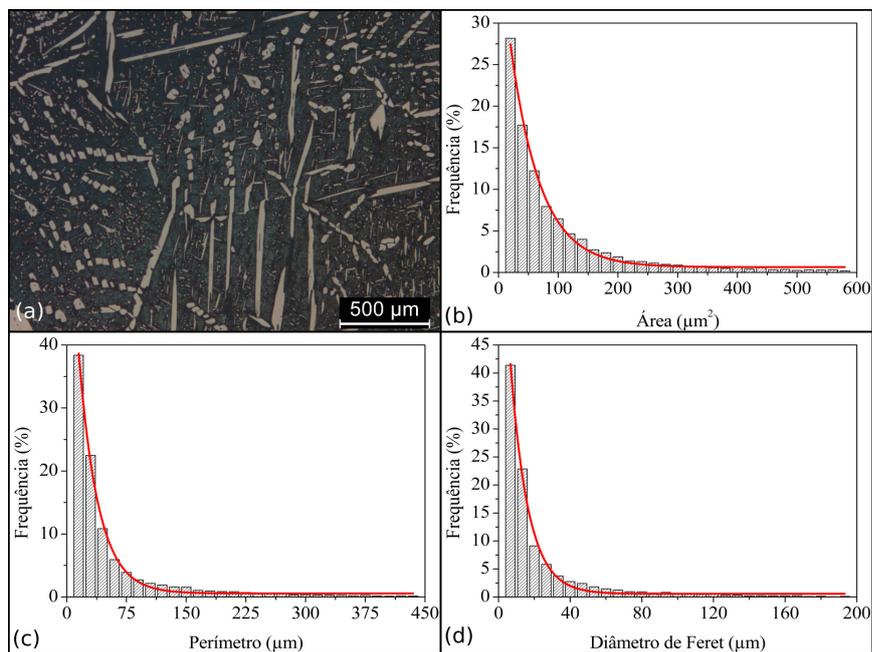
Fonte: Próprio Autor

Figura 98 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF6003h.



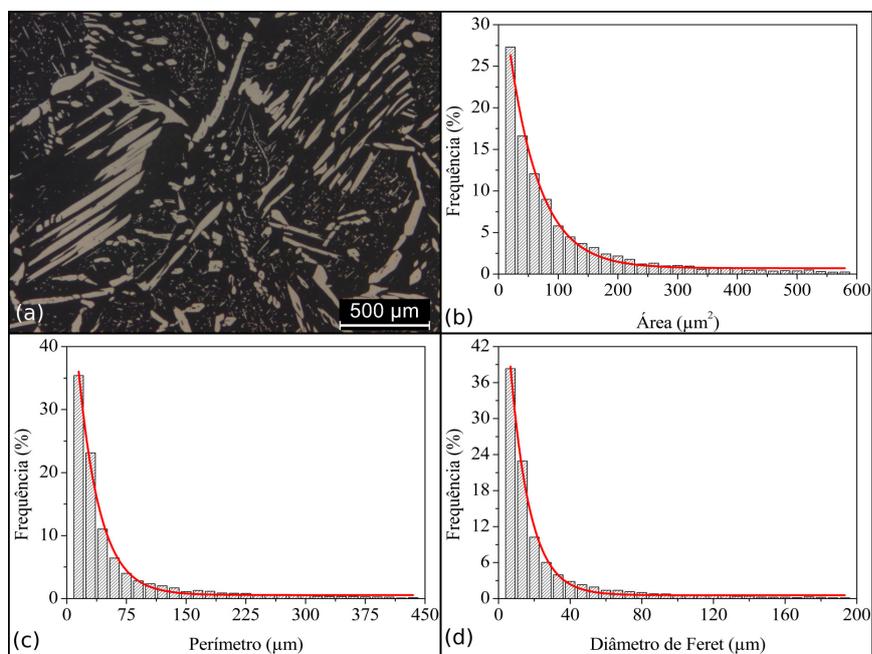
Fonte: Próprio Autor

Figura 99 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF6006h.



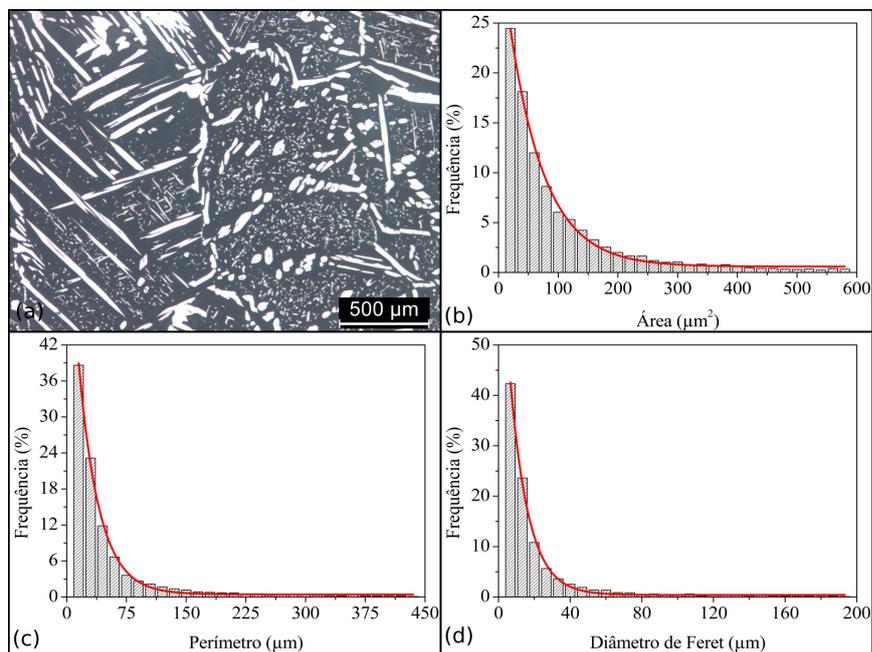
Fonte: Próprio Autor

Figura 100 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF60024h.



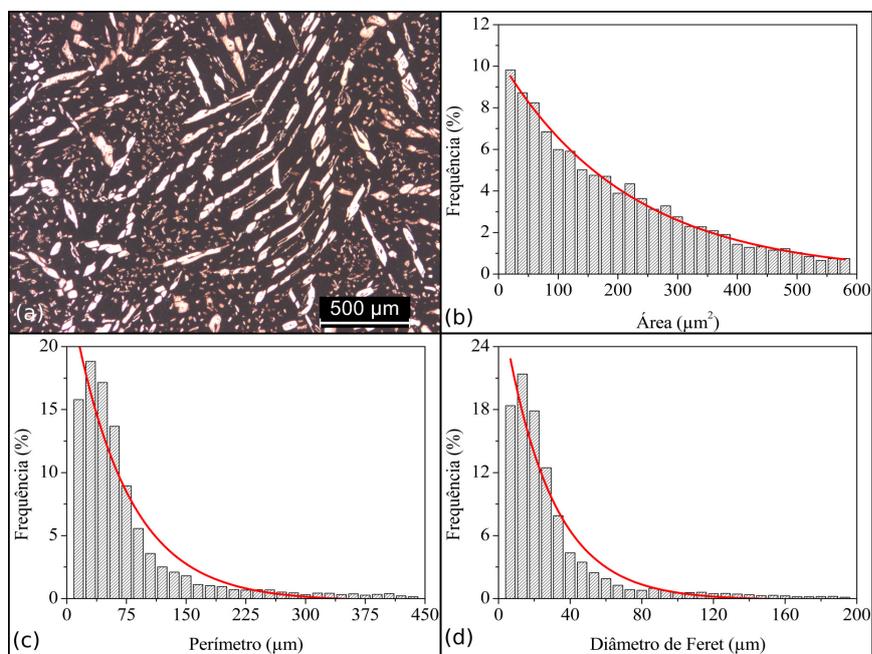
Fonte: Próprio Autor

Figura 101 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF60048h.



Fonte: Próprio Autor

Figura 102 – (a) Imagem obtida por MO; Distribuições de (b) área, (c) perímetro e (d) diâmetro de Feret da fase austenítica da amostra SF60096h.



Fonte: Próprio Autor