

METODOLOGIA NÃO DESTRUTIVA PARA ACOMPANHAMENTO DA FASE SIGMA, EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX

E. M. Silva (1), J. H. R. Silva (2), A. L. S. Souza Andrade (1), Josinaldo. P. Leite (2),
João. P. Leite (3), Eloy M. Silva (2), W. M. L. Fialho (1), B. R. Araújo (1)

(1) Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia da Paraíba, Av. João da
Mata, 256, Jaguaribe. João Pessoa, Paraíba, CEP 58.015-020. edgard@ifpb.edu.br.

(2) Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará.

(3) Universidade Federal da Paraíba.

RESUMO

Aços inoxidáveis duplex estão sujeitos à fragilização devido a formação da fase sigma, que é uma das que apresentam maior efeito de fragilização, por serem ricas em cromo e empobrecer a matriz desse elemento. No presente trabalho, uma metodologia não destrutiva, baseada em medidas de tensão Hall, é apresentada para acompanhamento da formação da fase sigma nas temperaturas de 800 °C e 900 °C. Diferentes intensidades de campo são geradas por um eletroímã e o fluxo de linhas de campo é detectado por um sensor de efeito Hall. As medidas de tensão Hall são proporcionais à formação da fase sigma geradas por diferentes tempos de envelhecimentos. Os resultados são correlacionados com resultados de microscopia, dureza e difração de raios X. Os resultados mostraram que existe uma correlação entre medidas de tensão Hall e quantidade de fases sigma. A formação desta fase influencia no sinal de tensão reduzindo os valores de tensão.

Palavras Chaves: fase sigma, ensaio não destrutivo, densidade de linhas de campo.

INTRODUÇÃO

O uso de materiais ferromagnéticos dentro das aplicações na engenharia faz com que a perda de fluxo magnético seja uma das técnicas utilizadas para determinar a presença de descontinuidades tanto na superfície como também no seu interior (1). Sensores Hall têm sido utilizados para detecção de tamanho e posição de trincas em materiais. Estes sensores são sensíveis também à detecção de falhas superficiais em materiais metálicos (2). Métodos não destrutivos como: velocidade e atenuação sônica, sinal retroespalhado de ultrassom, ruído Barkhausen e correntes parasitas, tem sido utilizados, não só para análise de descontinuidades, mas também para estudo de transformações microestruturais (3, 4, 5).

O aço inoxidável duplex tem como característica elevada resistência à corrosão e resistência mecânica, isso ocorre devido sua composição de 50% ferrítico e 50% austenítico. Entretanto aquecidos a temperaturas superiores a 300 °C esse tipo de aço perde sua tenacidade se tornando um material frágil devido ao surgimento de partículas ricas em cromo que empobrecem a matriz desse elemento (6).

As fases presentes nos aços inoxidáveis duplex submetidas a processamentos em altas temperaturas (σ , χ , e δ) podem ser caracterizadas através de métodos destrutivos tais como microscopia eletrônica de varredura e Microscopia eletrônica de transmissão (7). Técnicas não destrutivas tais como o Ultra som e a correntes parasitas tem sido estudada para detecção da fase sigma presentes em aços inoxidáveis duplex submetidos a envelhecimento para tempos até 2 horas nas temperaturas de 800 e 900°C (4).

O presente trabalho apresenta uma metodologia não destrutiva baseada na interação de linhas de campo com o material de estudo. Diferentes quantidades de fases sigma são produzidas através de envelhecimento nas temperaturas 800 °C e 900 °C. para tempos até 2 horas. A formação destas é analisada por medidas de tensão Hall.

MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras de um aço inoxidável duplex UNS-S31803 foram envelhecidas nas temperaturas de 800 °C e 900 °C, com os seguintes tempos de envelhecimentos: 1/4, 1 e 2 horas, a fim de acompanhar a formação da fase σ . Estas e uma amostra

na condição como recebida foram submetidas a ensaio de dureza Rockwell C, difração de raios-X (difratômetro SIEMENS D5000 com radiação $k\alpha$ do Cobre), Microscopia Eletrônica de Varredura, microscopia ótica e medidas de tensão de sensores de efeito Hall.

As microestruturas foram reveladas com ataque químico pelos reagentes Behara e KOH. As microestruturas foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura MEV modelo 1430 da Oxford Instruments e um ótico marca Carl Zeiss. Para determinação da quantidade de fase sigma quarenta micrografias foram obtidas para cada condição e segmentadas através do filtro limiar.

Os ensaios de tensão Hall foram realizados utilizando uma configuração experimental constituída de um sensor do tipo linear de efeito Hall modelo A1323L, conforme Fig. 1. A densidade de linha de campo foi obtida através das medidas de tensão Hall através da Eq. (A).

$$B = ((V_s - 2,5) \times 10^3 / S_s) \quad (A)$$

V_s é a tensão Hall, S_s é a sensibilidade do sensor de 3,125 mVolts/Gauss.

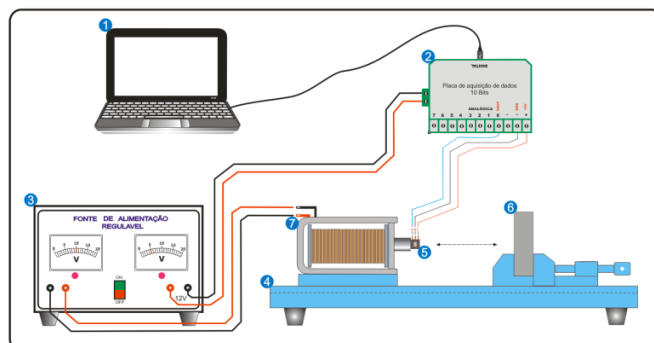


Figura 1. Configuração experimental do END, contendo: (1) computador; (2) placa de aquisição de dados; (3) fonte de alimentação (CC); (4) bancada de ensaios; (5) sensor Hall; (6) amostra; (7) eletroímã.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig. 2 mostra os difratogramas de raios X e a microestrutura eletrônica de varredura amostra do material envelhecido a 800 °C por 1 e 2 horas. Na amostra

envelhecida por 1 h, Fig. 2a, nota-se, além dos picos da austenita e ferrita, a presença de um pico, de pequena intensidade, da fase σ . A Fig. 2c apresenta, além da presença da fase σ um pico da fase χ (esta última com pequena intensidade).

As Fig. 2b e Fig. d mostram as variações microestruturais para amostras envelhecidas por 1 e 2 horas na temperatura de 800°C. Nota-se a formação de precipitados lamelar na interface entre a austenita (γ) e a ferrita (δ), que cresce em direção da fase ferrita. Isto pode ser mais bem observado na amostra envelhecida por 2 horas, Fig. 2d. Esta formação ocorre através da reação eutetóide ($\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$). A austenita secundária (γ_2) formada também cresce da direção da fase ferrita. Esta reação é atribuída ao fato que durante a formação da fase sigma, o cromo é absorvido e o Ni é rejeitado para regiões adjacentes dentro da fase ferrita (δ). As setas nas Fig. 2b e Fig. 2d indicam as estruturas lamelares da região que possui fase sigma.

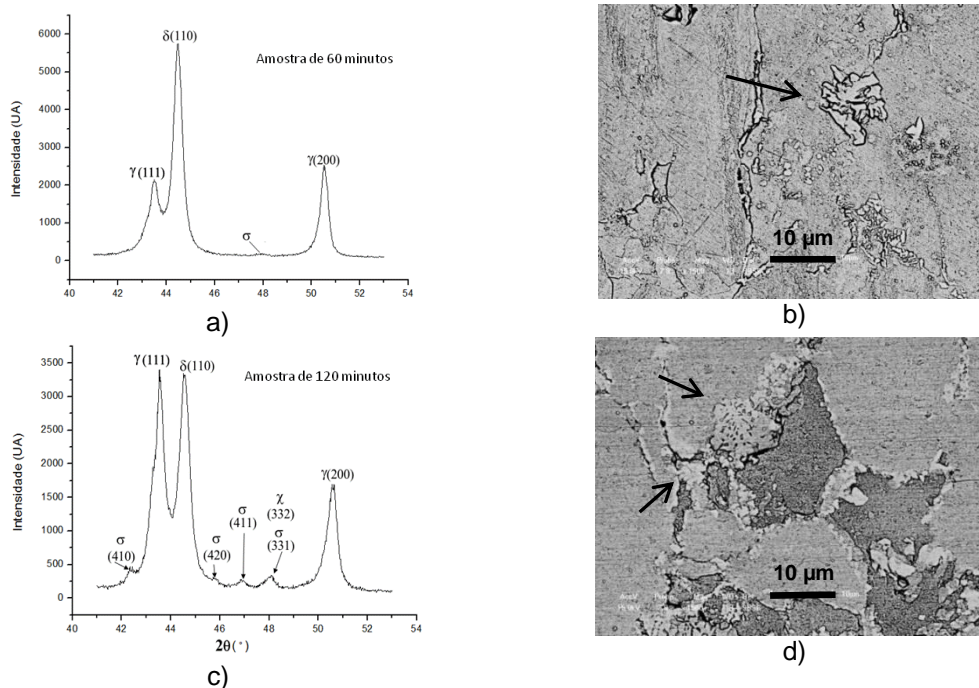
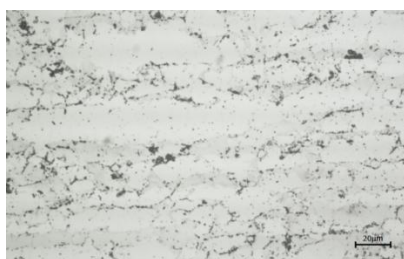


Figura 2. Difração de raios X e Microscopia eletrônica de varredura das amostras. a) e b) amostra envelhecida por 1 h a 800 °C. c) e d) amostra envelhecida por 2 h a 800 °C.

A fragilização do aço inoxidável duplex na faixa de temperatura de 600 a 1000°C é devido a presença da fase sigma. Esta possui uma dureza em torno de 1000 HV e uma porcentagem de 4 % já é suficiente para fragilizar o material e

reduzir a tenacidade em torno de 90% (4). No presente trabalho foi observado valores de 8% de fase sigma para amostras envelhecidas a 800°C por 2 horas.

A Fig. 3 mostra as micrografias das amostras tratadas a 800 °C e 900 °C , atacadas com o reagente KOH. Este reagente foi utilizado por atacar preferencialmente a fase sigma. Nota-se uma maior quantidade de fase sigma para os tratamentos realizado na temperatura de 900 °C (Fig. 3 c e Fig. d). A Fig. 3 d mostra uma foto segmentada através do filtro limiar. Esta representa as fotos utilizadas para determinação da fase sigma. Pode-se observar uma boa concordância entre as micrografias originais e segmentadas.



a) 800 °C, 1 hora.



b) 800 °C, 2 horas.



c) 900 °C, 2 hora.



d) 900 °C, 2 hora. Segmentada.

Figura 3. Micrografia das amostras envelhecidas nas temperaturas de 800 °C e 900 °C.

Os valores de quantidade de fase sigma, para amostras tratadas a 800 °C, em função dos valores de dureza Rockwell C são apresentados na Fig. 4a. O rápido aumento de dureza está associado à formação da fase sigma. A Fig. 4b mostra a variação das densidades de linhas de campo e quantidade de fase sigma em função do tempo de envelhecimento a 800 °C.

Nota-se uma redução das densidades de linha de campo em função do aumento da quantidade de fase sigma. A fase sigma por não ser magnética reduz os valores de tensão Hall. A formação de fases não magnéticas durante o

envelhecimento altera a permeabilidade do meio e resulta na redução dos valores de densidades de linhas de campo. Deste modo o surgimento da fase sigma pode ser acompanhado por esta redução de valores de tensão e apontar para uma metodologia não destrutiva para monitoramento de estruturas que possam vir a falhar pela presença dessa fase.

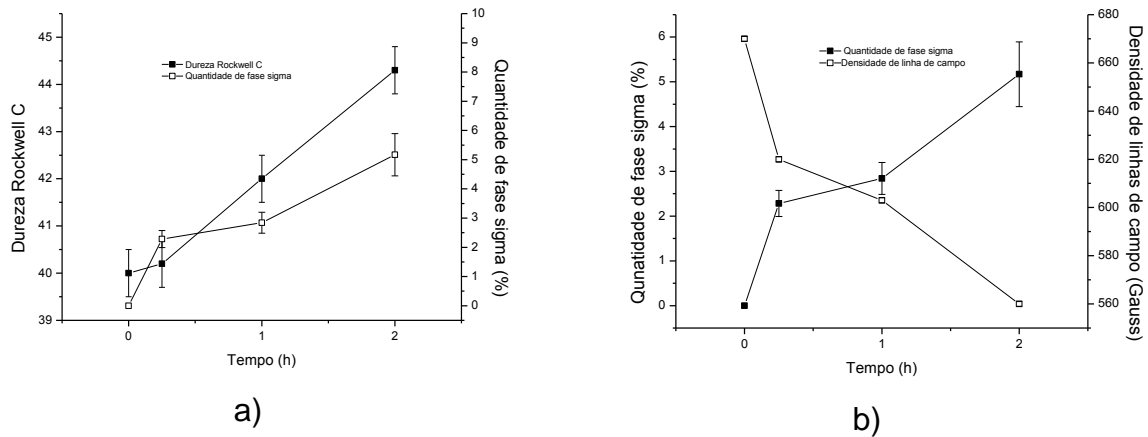


Figura 4. a) Variação da quantidade de fase sigma e dureza Rockwell C, em função do envelhecimento até 2 horas a 800°C. b) Variação da quantidade de fase sigma e densidade de linhas de campo, em função do envelhecimento até 2 horas a 800°C.

A Fig. 5 mostra a variação da densidade de linha de campo para amostras envelhecidas nas temperaturas de 800 °C e 900 °C. Observa-se uma maior redução nos valores referentes a temperatura de 900 °C. Esta apresentou uma maior quantidade de fase sigma, refletindo na maior redução das densidades de linhas de campo.

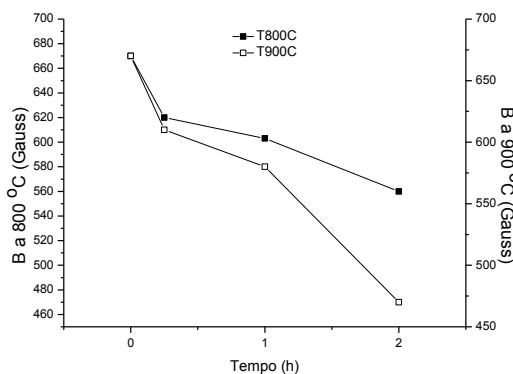


Figura 5. Variação da densidade de linha de campo (B) em função do tempo, para as temperaturas de 800 °C e 900 °C.

CONCLUSÕES

O aço inoxidável duplex apresenta na temperatura de estudo a formação da fase sigma através da decomposição da ferrita e formação de duas fases não magnéticas, a fase sigma e a austenita secundária.

A metodologia apresentada é capaz de acompanhar a formação da fase sigma, pois a formação de fases não magnéticas durante o envelhecimento altera a permeabilidade do meio e resulta na redução dos valores de densidade de linhas de campo, medidas através de sensores de efeito Hall.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o suporte do IFPB pela Bolsa de pesquisador. O CNPq pelo suporte financeiro e bolsa de iniciação científica.

REFERÊNCIAS

1. ENOKIZONO, M., TOKADA, T., TUCHIDA, Y., HACHIKI, N., *Finite element analysis of moving magnetic flux type sensor developed for nondestructive testing* **IEEE. Trans. Magn.**, v.35, p. 1853-1956, 1999.
2. Bi, Y., JILES, D.C., Dependence of magnetic properties on crack size in steels, **IEEE, Trans. Magn.**, v.34, pp. 2021–2224, 1998.
3. 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, **Mater. Sci. Eng. A 527**, p. 2886–2891, 2010.
4. TAVARES, S.S.M., PARDAL, J.M., GUERREIRO, J.L., GOMES, A.M., DA SILVA, M.R., Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803, **J. Magn. Mater.** v.322, p. 129-133, 2010.
5. ALBUQUERQUE, V. H. C., SILVA, E. M.; PEREIRA, L. J.; MOURA, E. P.; ARAÚJO, V. L. ; TAVARES, J. M. R.S., Spinodal decomposition mechanism study on the duplex stainless steel UNS S31803 using ultrasonic speed measurements. Materials in Engineering, **Materials and Design**, v. 31, p. 2147-2150, 2010.

7. SILVA, E. M. ; ALBUQUERQUE, Victor Hugo Costa de ; LEITE, J. P. ; VARELA, A. C. G., MOURA, E. P. ; TAVARES, J. M. R. S. . Phase Transformations Evaluation on an UNS S31803 Duplex Stainless Steel based on Nondestructive Testing. ***Materials Science & Engineering. A, Structural Materials: properties, microstructure and processing, v. 516, p. 126-130, 2009.***
8. GLOSH S.K., MONDAL S.,_High temperature ageing behaviour of a duplex stainless steel, ***Materials Characterization, v.59 , p.1776–1783, 2008.***
9. ROMANA, Raquel., ***Cinética de formação de fase sigma entre 700°C e 900°C no aço inoxidável superdúplex UNS S32750 (SAF 2507)***, 2009, 79p, Dissertação de Mestrado, FEI, São Bernardo do Campo, SP, Brasil,.

NON DESTRUCTIVE METHOD TO FOLLOW THE PHASE SIGMA IN A DUPLEX STAINLESS STEEL

ABSTRACT

Duplex stainless steels are subject to embrittlement due to the formation of sigma phase, which is one with the greatest effect of weakening because they are rich in chromium and deplete the matrix of this element. In this paper, a non-destructive methodology based on measurements of Hall voltage, is presented for monitoring the formation of sigma phase at temperatures of 800 °C and 900 °C. Different field intensities are generated by an electromagnet and the flow of field lines is detected by a Hall effect sensor. Hall voltage measurements are proportional to the formation of sigma phase generated by different times of aging methods. The results are correlated with results of microscopic, hardness and X-ray diffraction. It was showed that exist a correlation between the Hall voltage and the amount of sigma phase. The formation of this phase influences the signal voltage by reducing the voltage.

Key-words: sigma phase, non-destructive test, lines density field.