



DETECÇÃO DA FASE SIGMA EM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX PELA ANÁLISE DO RUÍDO DE BARKHAUSEN COM MAGNETIZAÇÃO POR DIFERENTES FREQUÊNCIAS

ABREU, F. F., abreu.filipe@academico.ifpb.edu.br

SANTOS, A. A., santos.alisson@academico.ifpb.edu.br

DUARTE E. J. B., emilly.josy@academico.ifpb.edu.br

SILVA, E. M., edgard@ifpb.edu.br

SILVA, J. B. O., silvajbo@ifpb.edu.br

SOUSA, W. L. L., washington.sousa@academico.ifpb.edu.br

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia da Paraíba, Av. Primeiro de
Maio, 720, Jaguaribe, João Pessoa - PB, 58025-435, Brasil.

RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex (AIDs), formados por microestrutura de ferrita e austenita, possuem aplicações variadas devido suas propriedades mecânicas e excelente resistência à corrosão. Porém, quando aquecidos acima dos 250 °C, sofrem degradação pela formação de diferentes fases. Dentre essas, a Sigma, formada em temperaturas acima dos 600 °C, torna o material frágil e compromete sua resistência à corrosão. Logo, o presente estudo investiga a detecção da fase Sigma no AID com o uso da técnica não destrutiva do Ruído Magnético de Barkhausen (RMB). Foram analisadas amostras do AID SAF 2205, na condição inicial e envelhecida a 850 °C por 15 minutos, considerando a variação da frequência da onda emissora entre 0,1 e 25 Hz. Os resultados mostraram que mesmo para sinais senoidais com frequências abaixo de 1 Hz, foi possível verificar a presença da fase Sigma, que pela literatura é detectada apenas em frequências acima de 1 Hz.

Palavras-chave: aço inoxidável duplex, Sigma, ensaio não destrutivo, ruído de Barkhausen.

INTRODUÇÃO

O aço inoxidável duplex (AID), composto por uma combinação aproximadamente igual das fases ferrita (α) e austenita (γ), surgiu no início do século XX, mas só a partir da década de 1970 passou a ser produzido em escala comercial (1). Esse tipo de aço se destaca por conter quantidades significativas de cromo em ambas as fases (2). A presença dessas duas fases confere ao material alta resistência à corrosão, maior resistência ao escoamento e resistência à corrosão sob tensão, superando os aços inoxidáveis que contêm apenas a fase austenítica (1) (3). Devido a essas e outras propriedades mecânicas, o AID é empregado em uma gama de aplicações, como: indústrias de petróleo e gás, de processos químicos, do setor naval, de celulose e papel, de controle de poluição, de processamento mineral, de engenharia civil e estrutural, etc (3). Apesar das vantagens, o AID só apresenta completamente tais características, dentro do intervalo de temperatura entre -50 a 250 °C (2). Acima do limite de 250° C, tendem a sofrer uma fragilização que gera perdas em algumas propriedades mecânicas importantes (4).

Há na indústria uma necessidade em identificar e analisar alterações microestruturais que comprometam a integridade dos materiais. Os ensaios não destrutivos (END) são técnicas de análise preditivas que permitem a análise do material sem que se comprometam permanentemente suas propriedades físicas, químicas ou mecânicas. Em síntese, a técnica possibilita verificar a existência de anomalias no material, bem como sua progressão, sem inutilizá-lo (5) (6). Dentre as várias metodologias de END não há um padrão universal para execução, uma vez que cada técnica apresenta diferentes características, limitações e aplicabilidades para cada necessidade. A eficácia dos ensaios varia conforme o tipo do elemento a ser testado, da estrutura a ser inspecionada, da sensibilidade do método, bem como do tipo e localização dos defeitos. Na literatura existem algumas técnicas amplamente difundidas, enquanto outras são mais comumente usadas na indústria e empregam diferentes processos para captar sinais e informações do material avaliado (7).

O Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) se destaca por ser uma técnica não destrutível simples e acessível. Descoberta e estudada por volta do início do século

XX, pelo físico alemão Heinrich Barkhausen, que a partir do experimento de magnetização de uma barra de ferro, descobriu que pulsos de tensão elétrica de curta duração eram induzidos em uma bobina enrolada em torno da barra (8) (9). O RMB surge a partir de um fenômeno complexo gerado mediante a movimentação dos domínios magnéticos dentro do material por consequência dos movimentos irreversíveis, irregulares e descontínuos das paredes de domínios magnéticos, no trecho de irreversibilidade da curva de histerese, causado pela aplicação de um campo magnético externo variável (10). Pesquisas realizadas anteriormente, indicam que a análise por meio do RMB tem grande potencial para ser aplicado na caracterização microestrutural, com base nos resultados obtidos e grande número de experimentos e modelos desenvolvidos para detectar transformações de fase, tamanho de grão e precipitado, em aços tratados termicamente (11) (12).

Algumas dessas pesquisas trazem resultados sólidos, obtidos com a aplicação de diferentes frequências de ondas magnetizantes, porém, todas com valores acima de 1 Hz. O trabalho realizado por (13) relata a avaliação não destrutiva de rodas ferroviárias através da técnica de ruído de Barkhausen ao longo da largura da roda. Esse estudo correlaciona parâmetros do RMB com análises destrutivas convencionais. O ensaio proposto utilizou ondas senoidais com frequência magnetizante de 125 Hz. Os resultados das investigações indicam uma distribuição não homogênea da emissão de ruído de Barkhausen, causado pela deformação plástica severa e pelas temperaturas elevadas sobrepostas, que alteram consideravelmente o tamanho do grão na região próxima à superfície, bem como na região subterrânea. Concluiu-se que o RMB está fortemente correlacionado com o tamanho médio de grão, dentro da profundidade sensível ao ruído de Barkhausen.

Já a pesquisa conduzida por (14) realizou o ensaio RMB para acompanhamento de formação de microestruturas deletérias em materiais ferromagnéticos. Foram utilizadas ondas emissoras magnetizantes de 5 Hz em aço inoxidável duplex. Os resultados foram comparados com medidas de energia absorvida por impacto e microscopia óptica. As medidas de RMS dos sinais com duas famílias wavelet mostraram ser eficazes na detecção da formação de precipitados nanométricos no interior do material, que levam à fragilização do material em estudo.

O trabalho realizado por (15) utilizou o RMB para monitorar uma fragilização que ocorre no AID por meio da decomposição espinodal, um fenômeno espontâneo de transformação de fase. Foram realizados experimentos utilizando sete amostras,

onde uma foi separada para ser testada conforme recebida e outras seis foram expostas ao envelhecimento térmico a 475 °C, conforme os seguintes períodos: 1, 4, 8, 12, 39 e 100 horas. Foi utilizada uma onda magnetizante com 10 Hz de frequência. Os dados obtidos foram comparados com testes de impacto Charpy e Medições de dureza Rockwell C. Os resultados mostraram que existe uma correlação direta entre os dois testes destrutivos e os valores RMS (do inglês - Root Means Square) obtidos do RMB, indicando que a fragilização a 475 °C pode ser detectada usando essa técnica.

Em (16) a análise do RMB foi usada para pesquisas em torno da caracterização do processo de transformação das fases austenita-martensita por deformação do aço inoxidável AISI 304. Os corpos de prova foram submetidos a ensaios de tração até a ruptura e após foram cortados em duas direções diferentes considerando a direção de laminação (0° e 90°). Foi utilizada uma onda magnetizante com 10 Hz de frequência. Para caracterizar as medidas do RMB com a deformação, foram realizadas medições durante o processo de aumento de carga aplicado ao corpo de prova em ensaios de tração uniaxial. Por fim, a evolução temporal e dados do RMS dos sinais RMB foram avaliadas durante o aumento de carga. Os resultados obtidos permitiram detectar a influência da direção de laminação dos corpos de prova em relação à quantidade de fase martensítica produzida. Além disso, também foi revelado que a técnica de análise do RMB é apropriada para avaliar o início e evolução da transformação de fase austenita-martensita.

No presente trabalho, a fase fragilizante Sigma em um aço inoxidável duplex é monitorada pela análise de ruído magnético de Barkhausen, utilizando uma bancada em que um sensor de efeito Hall é posicionado na superfície oposta da bobina emissora, para analisar um volume maior de material. Ondas senoidais com frequências de 0,1; 0,5; 1; 10 e 25 Hz são aplicadas às amostras, como recebida e tratada a 850 °C com tempo de 15 minutos.

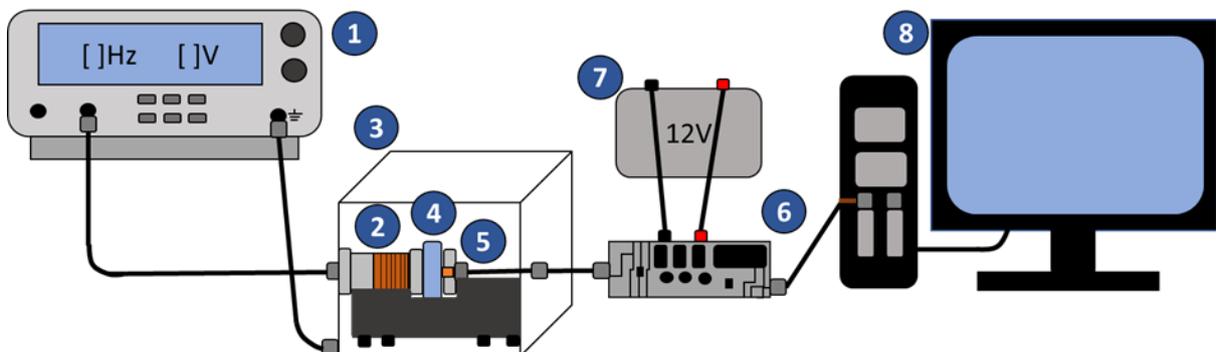
MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo foi conduzido no laboratório do Grupo de Simulação de Comportamento de Materiais (GSCMat IFPB). O material analisado foi o aço inoxidável duplex (AID) SAF 2205, do qual se obteve duas amostras circulares com 8 mm de espessura. A primeira encontra-se no estado de como recebida, ou seja, não

teve suas características alteradas conforme recebida da indústria e a segunda foi envelhecida a 850 °C por 15 minutos.

A configuração experimental é apresentada na Fig. 1. O desenvolvimento do experimento ocorre da seguinte forma: o gerador de ondas é configurado para fornecer um sinal senoidal com 1 V de amplitude e as seguintes variações de frequência: 0,1; 0,25; 0,5; 1; 5; 10 e 25 Hz. Esse sinal é transmitido através de cabos blindados, visando proteção contra interferências externas. Ao alcançar a bobina emissora, composta por 6000 espiras de fios de cobre esmaltado nº 38, envoltas sobre um núcleo de aço AISI 4140, o sinal é convertido em campo magnético, fluindo pelo interior da amostra de AID, que possui formato circular, com espessura de 8 mm e diâmetro de 25,4 mm. Esse campo magnético alternado interage com o sensor de efeito Hall, posicionado na superfície da amostra no lado oposto da bobina emissora. O sensor, juntamente com a bobina emissora e a amostra, encontram-se localizados dentro de um recipiente metálico, que desempenha a função de gaiola de Faraday, evitando interferências por campos magnéticos externos.

Figura 1 – Configuração experimental para análise do RMB: Gerador de formas de onda (1), bobina emissora (2), gaiola de Faraday (3), amostra estudada (4), sensor de efeito Hall (5), dispositivo de aquisição de dados (DAQ) (6), bateria (7) e computador (8)..



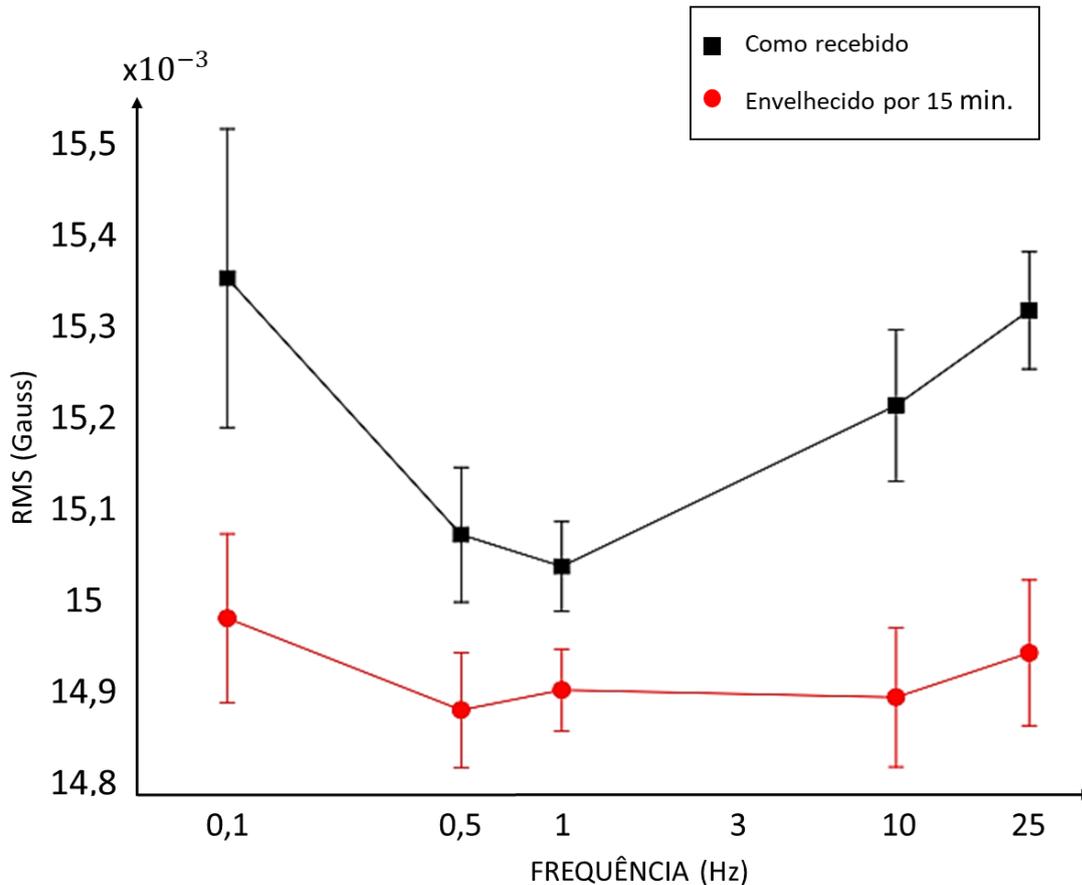
No ensaio experimental, para cada amostra, foram coletadas 50 medidas com frequência de amostragem de 10.000 pontos por segundo. Os dados são analisados em um programa de computador específico que permite manipular as medidas. Os dados foram transpostos para o domínio da frequência através da Transformada Rápida de Fourier e em seguida é aplicado um filtro passa-altas de 500 Hz para retirar os primeiros harmônicos da onda principal e possíveis interferências presentes nas baixas frequências. A raiz quadrada média dos resultados é calculada após a

aplicação do filtro e usada como parâmetro de análise do ruído magnético de Barkhausen. Para constituir parâmetros confiáveis para validação dos experimentos aqui apresentados, foram realizadas micrografias das duas amostras, bem como, ensaios de permeabilidade magnética, dureza Rockwell C e energia absorvida por impacto.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

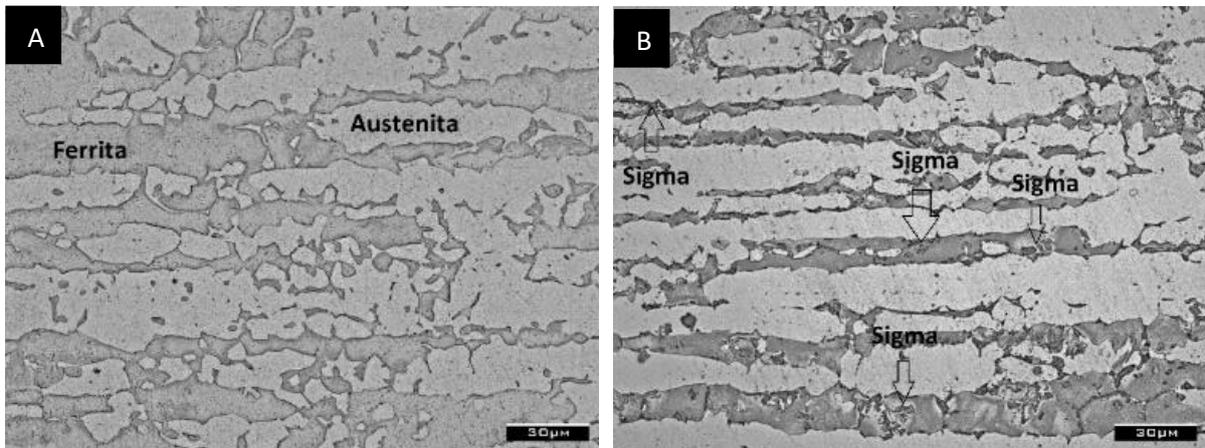
A Fig. 2 apresenta o gráfico da variação de RMS em função das frequências da onda emissora, para as condições como recebida e envelhecida a 850 °C por 15 min. De acordo com os dados, em todas as diferentes frequências testadas o material envelhecido (exibido na cor vermelha) apresenta resultados de menor valor RMS (Gauss) em relação ao valor obtido da amostra como recebida (na cor preta). Essa diferença ocorre em todos os valores se acentuando em alguns intervalos. Esse comportamento indica maior geração de ruído magnético na amostra que não foi exposta a tratamento térmico, ou seja, encontra-se como recebida. Percebe-se, que, mesmo com ondas emissoras abaixo de 1 Hz, ainda é possível fazer a coleta do RMB e distinguir as duas microestruturas no AID 2205.

Figura 2 – Variação RMS do RMB, em Gauss, em função da variação da frequência entre 0,1 e 25 Hz.



Os valores inferiores de RMS para condição com precipitados de fase sigma pode está associado ao bloqueio do movimento das paredes dos domínios magnéticos, pelos constituintes Sigma e ao seu paramagnetismo, que reduz a permeabilidade magnética do material (17) (18). Esse comportamento pode ser entendido pela análise da microestrutura, conforme Fig. 3, onde a amostra como recebida (A), caracteriza-se pela formação de uma matriz ferromagnética, denominada de ferrita e ilhas de um constituinte paramagnético chamado de austenita. No entanto, quando aquecida acima de 550 °C, a ferrita se decompõe e forma precipitados grosseiros chamados de Sigma, que são ricos em Cromo e interferem diretamente na geração do ruído magnético por funcionarem como pontos de ancoragem dificultando a movimentação dos domínios magnéticos (17) (18). A fase Sigma pode ser visualizada na amostra tratada a 850 °C (B).

Figura 3 – AID 2205 como recebido (A) e tratado a 850 °C por 15 min (B). Ataque químico KOH 10 %.



Uma quantidade de 4 % do constituinte Sigma já é suficiente para prejudicar a tenacidade e resistência à corrosão do material. Esta quantidade pode ser obtida aquecendo o material à 850 °C durante 15 minutos (19). Dados da permeabilidade magnética, dureza Rockwell C e energia absorvida por impacto Charpy foram obtidos com intuito de melhor caracterizar o efeito desse constituinte. A presença da fase Sigma reduz a permeabilidade magnética do material, devido ao seu comportamento paramagnético, promove aumento na dureza e reduz a tenacidade. Os valores de permeabilidade magnética, dureza Rockwell C e energia absorvida por impacto são apresentados na Tabela I.

Tabela I – Dados dos ensaios de Permeabilidade magnética, dureza Rockwell C e Energia absorvida por impacto Charpy, para o material como recebido e após receber tratamento de envelhecimento à 850 °C por 15 min.

Condição do material	Permeabilidade magnética (UEM)		Dureza Rockwell C		Energia absorvida por impacto Charpy (J)	
	Média	Interv. de conf.	Média	Interv. de conf.	Média	Interv. de conf.
Como recebido	1,242722	±0,000229	20,14	± 1,26	76,67	± 9,73
Envelhecido por 15 min.	1,158379	±0,000245	21,60	± 1,44	16,5	± 6,69

A Tabela I mostra que a variação na mudança de energia absorvida por impacto é mais sensível que as medidas de dureza. Uma quantidade de 4 % de Sigma já é

capaz de comprometer a tenacidade sem muita variação nas medidas de dureza do material. As medidas de RMS obtidas pelo ensaio apresentados indicam uma metodologia não destrutiva capaz de acompanhar a fragilização pela presença do constituinte Sigma, independente das frequências abaixo de 25 Hz.

CONCLUSÃO

O presente estudo investigou a capacidade de ondas emisoras com frequências até 25 Hz, na capacidade de detecção do constituinte fragilizante sigma em um aço inoxidável duplex SAF 2205, chegando às seguintes conclusões:

Foi possível observar que a fase Sigma, formada a partir do aquecimento na temperatura de 850 °C por 15 min, condição de maior cinética de formação desse constituinte pode ser detectada por meio de ensaios não destrutivos, utilizando análise do ruído magnético de Barkhausen, mesmo para uma quantidade de 4 %.

As medidas de RMS da condição com a presença do constituinte apresentou valores inferiores aos da condição como recebida. Este comportamento está associado tanto a capacidade de bloqueio do movimento das paredes dos domínios magnéticos pelos precipitados, como pelo paramagnetismo de Sigma.

A presença da fase sigma foi capaz de ser detectada independente da frequência da onda emissora aplicada. Indicando que o ensaio pode ser realizado nessa faixa de frequência estudada.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao IFPB (Instituto Federal da Paraíba) pelo fornecimento das instalações, equipamentos utilizados e pelo apoio financeiro, e ao GSCMat (Grupo de Pesquisa em Simulação de Comportamento de Materiais).

REFERÊNCIAS

- (1) FRANCIS, R.; BYRNE, G. Duplex Stainless Steels—Alloys for the 21st Century. METALS, v. 11, n. 5, 2021. doi.org/10.3390/met11050836.
- (2) HÄTTESTRAND, M.; LARSSON, P.; CHAI, G.; NILSSON, J.; ODQVIST, J. Study of decomposition of ferrite in a duplex stainless steel cold worked and aged at 450–

500 °C. MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A-STRUCTURAL MATERIALS PROPERTIES MICROSTRUCTURE AND PROCESSING, v. 499, p. 489-492, 2009. doi.org/10.1016/j.msea.2008.09.021.

(3) XU, X.; WESSMAN, S.; ODQVIST, J.; KING, S. M.; HEDSTRÖM, P.

Nanostructure, microstructure and mechanical properties of duplex stainless steels 25Cr-7 Ni and 22Cr-5Ni (wt.%) aged at 325 °C. MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING: A, v. 754, p. 512-520, 2019. doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.046.

(4) OTÁROLA, T.; HOLLNER, S.; BONNEFOIS, B; ANGLADA, M.; COUDREUSE, L.; MATEO, A. Embrittlement of a superduplex stainless steel in the range of 550-700 °C. ENGINEERING FAILURE ANALYSIS, v. 12, n. 6, p. 930–941, 2005. doi.org/10.1016/j.engfailanal.2004.12.022.

(5) YOSHANDI, T., HAMDANI, H. ANNISA. Material analysis of lead aprons using radiography non-destructive testing. JOURNAL OF RENEWABLE ENERGY AND MECHANICS, v. 4, n. 2. 2021. doi.org/10.25299/rem.2021.vol4.no02.7480.

(6) GRIJALBA, F. A. F.; PADOVESE, L. Non-destructive scanning for applied stress by the continuous magnetic barkhausen noise method. JOURNAL OF MAGNETISM AND MAGNETIC MATERIALS, Brazil, v. 446, p. 231-238, 2018. doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.09.036.

(7) JASIŪNIENĖ, E.; YILMAZ, B.; SMAGULOVA, D.; AHMAD, G. B.; CICĖNAS, V.; ŽUKAUSKAS, E.; MAŽEIKA, L. Non-Destructive Evaluation of the Quality of Adhesive Joints Using Ultrasound, X-ray, and Feature-Based Data Fusion. APPLIED SCIENCES, v. 12, n. 24, 2022. doi.org/10.3390/app122412930.

(8) GRIJALBA, F. A. F. Desenvolvimento de ensaio não destrutivo baseado no Ruído Magnético de Barkhausen para caracterização de tensões elásticas e deformações plásticas em aços. 2010. p. 161. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola politécnica. Departamento de Engenharia Mecânica II. São Paulo, 2010.

(9) TAVARES, S. S. M.; NORIS, L.F.; PARDAL, J.M.; SILVA, M.R. Temper embrittlement of supermartensitic stainless steel and non-destructive inspection by magnetic Barkhausen noise. ENGINEERING FAILURE ANALYSIS, v. 100, p. 322-328, 2019. doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.02.034.

(10) NETO, I. P. B. Análise do ruído magnético de barkhausen por meio da transformada wavelet discreta para detecção de microestrutura fragilizante em aço. 2021. 71 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Instituto Federal da Paraíba, João Pessoa, 2021.

- (11) QIAN, Z.; ZENG, H.; LIU, H.; GE, Y.; CHENG, H.; HUANG, H. Effect of Hard Particles on Magnetic Barkhausen Noise in Metal Matrix Composite Coatings: Modeling and Application in Hardness Evaluation. IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS, v. 58, p. 1, 2022. doi.org/10.1109/TMAG.2022.3152860.
- (12) STUPAKOV, A.; PEREVERTOV, A.; NESLUŠAN, M. Reading depth of the magnetic Barkhausen noise. I. One-phase semi-hard ribbons. JOURNAL OF MAGNETISM AND MAGNETIC MATERIALS, v. 513, p. 167086, 2020. doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167086.
- (13) NESLUŠAN, M.; ŠUGÁROVÁ, J.; HAUŠILD, P.; MINÁRIK, P.; ČAPEK, J.; JAMBOR, M.; ŠUGÁR, P. Barkhausen Noise Emission in AISI 321 Austenitic Steel Originating from the Strain-Induced Martensite Transformation. METALS, v. 11, n. 3. 2021. doi.org/10.3390/met11030429.
- (14) SILVA, E.; CORREIA, S.; BARROS, I.; ALMEIDA, R.; CARVALHO, A.; GOMES, L. Análise do Ruído Magnético de Barkhausen por Meio da Transformada Wavelet Discreta para Detecção de Microestrutura Fragilizante em um Aço. In: XXXVIII Simpósio Brasileiro de Telecomunicações e Processamento de Sinais - SBrT 2020, Florianópolis, SC. Anais [...]. Florianópolis, 2020.
- (15) SANTOS, A. A.; ABREU, F. F.; SILVA, E. M.; FIALHO, W. M. L.; LIMA, M. N. A.. Monitoring the 475 °C embrittlement by Barkhausen Noise measurements in a duplex stainless steel. In: 27th International Congress of Mechanical Engineering - COBEM 2023, Florianópolis-SC, Brazil. Anais [...], Florianópolis, 2023.
- (16) ASTUDILLO, M. R. N.; NÚÑEZ, N. M.; PUMAREGA, M. I. L.; FERRARI, G.; RUZZANTE, J.; GOMEZ, M. Study of martensite induced by deformation with Magnetic Barkhausen Noise technique. JOURNAL OF MAGNETISM AND MAGNETIC MATERIALS, v. 556, p. 169454, 2022. doi.org/10.1016/j.jmmm.2022.169454.
- (17) SILVA, E. M.; LEITE J. P.; LEITE, J. P.; FIALHO, W. M. L.; ALBUQUERQUE, V. H. C.; TAVARES, J.. Induced Magnetic Field Used to Detect the Sigma Phase of a 2205 Duplex Stainless Steel. JOURNAL OF NONDESTRUCTIVE EVALUATION, v.35, n. 2, 2016. doi.org/10.1007/s10921-016-0339-7.
- (18) DUARTE, E. Silva, E.; Correia, S.; Alencar, S.; Silva, J. Detecção de Constituinte Prejudicial em um Aço pela Aplicação da Decomposição Empírica de Modos. In: XLI Simpósio Brasileiro de Telecomunicações e Processamento de Sinais. São José dos Campos-SP, Brasil. 2023.

(19) LINS, R. S. A. T. Ensaio eletromagnético para análise do ruído de Barkhausen por meio de um sensor de campo magnético. 2020. 74 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) – Instituto Federal da Paraíba, João Pessoa, 2020.

DETECTION OF THE SIGMA PHASE IN DUPLEX STAINLESS STEEL BY
BARKHAUSEN NOISE ANALYSIS WITH MAGNETIZATION AT DIFFERENT
FREQUENCIES

ABSTRACT

Duplex stainless steels (DSS), made up of a ferrite and austenite microstructure, have varied applications due to their mechanical properties and excellent resistance to corrosion. However, when heated above 250 °C, they suffer degradation due to the formation of different phases. Among these, Sigma, formed at temperatures above 600 °C, makes the material brittle and compromises its resistance to corrosion. Therefore, this study investigates the detection of the Sigma phase in AID using the non-destructive Magnetic Barkhausen Noise (MBN) technique. Samples of DSS SAF 2205 were analyzed in the initial condition and aged at 850 °C for 15 minutes, with the frequency of the emitting wave varying between 0,1 and 25 Hz. The results showed that even for sinusoidal signals with frequencies below 1 Hz, it was possible to verify the presence of the Sigma phase, which according to the literature is only detected at frequencies above 1 Hz.

Keywords: duplex stainless steel, Sigma, non-destructive testing, Barkhausen noise.