

# Acompanhamento de microestrutura paramagnética fragilizante usando análise harmônica da tensão induzida

Edgard de Macedo Silva, Rayssa Sousa de Andrade Toscano Lins, Arthuci Francis Pereira Lima, Alysso Marques Rufino Paula Leite, Bruno Ribeiro de Araújo, Michelline Nery Azevedo Lima e Cássio Ramon Moura Lima

**Resumo**— Um ensaio eletromagnético para acompanhamento de formação de fase paramagnética em um material ferromagnético foi estudado pela aplicação de ondas com frequências de 50 Hz e 100 Hz, com diferentes amplitudes e medição da tensão induzida numa segunda bobina posicionada do lado oposto do material de estudo. Os sinais obtidos foram passados para o domínio da frequência pela aplicação da transformada rápida de Fourier e analisados as intensidades do primeiro harmônico. A amplitude desses foi utilizada para acompanhar a formação de uma fase fragilizante formada em um aço inoxidável duplex. As medidas obtidas pelo ensaio eletromagnético foram correlacionadas com o endurecimento do material e sua capacidade de absorver energia por impacto. Os valores de amplitudes tiveram redução com tendência à estabilização devido ao efeito de ancoragem dos precipitados formados sobre a movimentação das paredes dos domínios magnéticos, bem como o paramagnetismo, acompanhando assim a formação da fase.

**Palavras-chaves**— Permeabilidade, ensaios, análise harmônica.

**Abstract**— An electromagnetic test to follow paramagnetic phase formation in a ferromagnetic material was studied for the application of waves with frequencies of 50 Hz and 100 Hz and different amplitudes and measurement of the voltage induced in a second coil positioned on the opposite side of the study material. The obtained signals were passed to the frequency domain by the application of fast Fourier transform and analyzed the intensities of the first harmonic. The amplitude of these was used to accompany the formation of a embrittlement phase formed in a duplex stainless steel. The measurements obtained by the electromagnetic test were correlated with the hardening of the material and its capacity to absorb energy by impact. The amplitude measurements were able to follow the formation of the formed phase. The values had a reduction with a tendency to stabilization due to the anchoring effect of the precipitates formed on the movement of the magnetic domains walls, as well as the paramagnetism of this phase.

**Keywords**— Permeability, test, harmonic analysis.

## I. INTRODUÇÃO

Quando um campo magnético é aplicado a um material ferromagnético, a indução magnética resultante tem forma distorcida devido à histerese magnética e a não linearidade da permeabilidade do material, ou seja, uma onda de forma senoidal aplicada, induz uma não senoidal. Esta forma de onda

distorcida da indução magnética contém componentes nas frequências harmônicas do campo magnético aplicado [1]–[4].

O estudo das amplitudes dos harmônicos tem sido realizado para análise de tensões tratativas e compressivas em aços, degradação de materiais através de processos de corrosão, caracterização de falhas, sendo correlacionados com propriedades mecânicas e de corrosão, e indicados como parâmetro de ensaio não destrutivo [1]–[4].

As propriedades magnéticas dependem de várias características dos materiais, como composição química, microestrutura, dureza, estados de tensões, deformações e tratamentos térmicos [5]–[9]. Para aplicar a análise harmônica ao estudo da formação de fase, é necessário escolher um material em que a única transformação na temperatura de estudo seja a formação de uma única fase precipitada. Um aço inoxidável duplex foi escolhido para este estudo. O Aço SAF 2205 na temperatura de 475 °C caracteriza-se por ter suas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão comprometidas, devido à formação de uma fase nanométrica denominada de  $\alpha'$  e o seu diagrama de precipitação pode ser observado na Figura 1 [10]–[14]. Deste modo, toda variação no sinal será devido a essa.

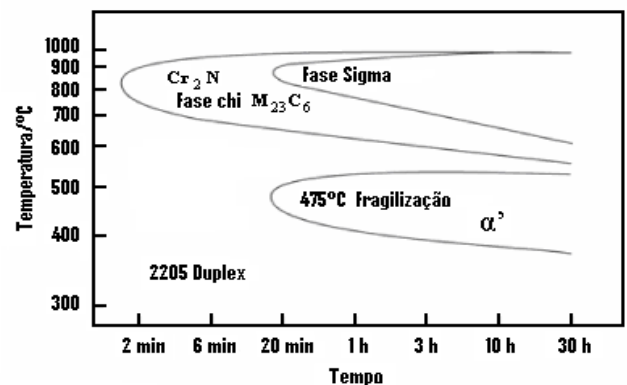


Fig. 1. Diagrama temperatura, tempo e precipitação do aço SAF 2205 [14].

No presente trabalho foi realizado um estudo das características da onda necessária a ser aplicada, para induzir uma outra, capaz de acompanhar a formação de fase em um

material, através de medidas da amplitude do primeiro harmônico da onda induzida.

## II. METODOLOGIA

Este trabalho propõe utilizar medidas do primeiro harmônico para acompanhar a formação de precipitados finos, da ordem nanométrica, em um material. Um aço inoxidável duplex que possui esta formação na temperatura de 475 °C foi escolhido. Amostras com dimensões 29,30 x 8,05 x 19,75 mm foram submetidas a tratamento nesta temperatura, com tempos de 1, 4, 8, 12, 39 e 100 h, seguidos de resfriamento ao ar. As amostras foram envelhecidas em um forno elétrico a resistência, previamente calibrado. O forno utilizado foi do tipo mufla, da Jung, com capacidade de aquecimento até 1200 °C, contendo programador de temperatura digital microprocessado. Para realização do ensaio eletromagnético utilizou-se uma bancada experimental, constituída de dois módulos: um de emissão e outro de aquisição. A bancada foi desenvolvida no Laboratório do Grupo de Simulação de Comportamento de Materiais do Instituto Federal da Paraíba.

O módulo de emissão é composto por um gerador de função VICTOR®, modelo VC2002, e uma bobina emissora. O gerador de função transmite para a bobina emissora uma onda de formato triangular. A bobina emissora tem por função induzir um campo magnético na amostra de aço inoxidável duplex.

O módulo de aquisição integra a bobina receptora, um osciloscópio e um computador. A bobina denominada de receptora, foi posicionada no lado oposto da peça com a finalidade de detectar o campo induzido gerado pela bobina emissora e transmitir o sinal a um osciloscópio Agilent Technologies, modelo DSO-X 2012A. O computador faz conexão com o osciloscópio via cabo USB e realiza a aquisição automática dos dados utilizando os programas Agilent IntuiLink Data Capture e Auto Click Extreme.

Foram utilizadas bobinas idênticas, com 19,5 mm de comprimento, 6000 espiras de fios de cobre esmaltado nº 38, envoltas sobre um núcleo de aço AISI 4140.

Utilizou-se uma gaiola de Faraday e cabos blindados a fim de diminuir a interferência de sinais provenientes do meio. O esquema da bancada experimental pode ser visualizado na Figura 2.

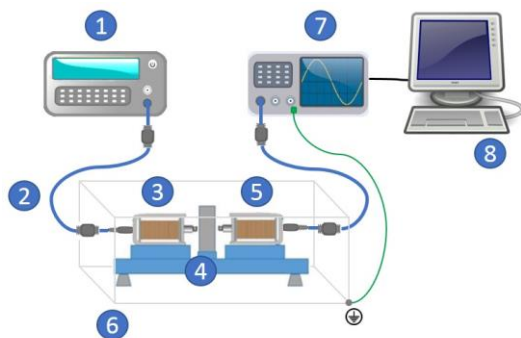


Fig. 2. Bancada experimental: Gerador de sinais (1); Cabos Blindados (2); Bobina de indução (3); Amostra (4); Bobina de detecção (5); Gaiola de Faraday (6); Osciloscópio (7) e Computador (8).

Foram aplicadas na bobina emissora, através do gerador de sinais, ondas de formato triangular com frequências de 50 e 100 Hz e amplitudes de 1, 3, 5, 7 e 9 V. A forma da onda foi escolhida entre a forma senoidal e triangular usadas na literatura. A forma triangular, por ter uma variação mais abrupta foi escolhida, por admitir ser crítica na ancoragem das paredes dos domínios magnéticos devido a presença dos precipitados finos. Cada sinal foi adquirido 5 vezes, com 20.000 pontos cada e tempo de aquisição de 2 s. Os sinais medidos não são lineares e são variantes no tempo. Estes foram passados para o domínio da frequência através da aplicação da FFT. Foi determinada a amplitude do primeiro harmônico, os resultados apresentam uma distribuição normal e foi obtida a média com um intervalo de confiança de 95%. A aquisição de 5 medidas foi suficiente para obtenção de uma pequena faixa de erro conforme é apresentada nos resultados. Parâmetros de análises como raiz média quadrática (RMS), espectro de potência e a curtose não fizeram parte desse artigo visto que o objetivo era somente verificar a potencialidade da técnica com as medidas das amplitudes dos harmônicos. Contudo, o estudo desses está sendo realizados e farão parte de trabalhos futuros.

As ondas com frequência de 100 Hz e amplitudes de 1, 5 e 9 V foram escolhidas para o acompanhamento da formação da fase  $\alpha'$ . As amostras tratadas na temperatura de 475 °C por tempos de 0, 1, 4, 8, 12, 39 e 100 h foram submetidas a aplicação dessas ondas. Foram adquiridos 5 sinais de cada condição, com 20.000 pontos cada e tempo de 20 s. O tempo de aquisição foi aumentado de modo a obter-se uma quantidade maior de picos para medição.

Os resultados dos sinais foram correlacionados com medidas de dureza Rockwell C e energia absorvida por impacto, a fim de correlacionarmos com ensaios consolidados. Cinco medidas de dureza foram realizadas em cada amostra tratada e três corpos de prova para cada tempo de tratamento foram submetidos à ensaio por impacto. Todas as medidas foram realizadas com um intervalo de confiança de 95%.

## III. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 3 apresenta a variação das medidas da amplitude do primeiro harmônico, para ondas com frequências de 50 e 100 Hz e amplitudes de 1, 3, 5, 7, e 9 V aplicadas em amostra com e sem precipitados. Nota-se da Figura 3, uma subida nos valores de amplitudes até 3 V, seguida de uma tendência de estabilização até 9 V. Este comportamento é observado tanto para amostras com e sem precipitados e frequências de 50 e 100 Hz. Ondas com amplitude de 1 V e frequência de 100 Hz, indicam serem capazes de detectar diferença entre as amostras com e sem precipitados. Contudo, para valores a partir de 3 V, a estabilização nas medidas de amplitude mostra uma tendência das amplitudes dos harmônicos ficarem independentes da amplitude da onda emissora, ou seja, essas já são suficientes para captarem a presença de precipitados no interior do material, independente da amplitude da onda aplicada.

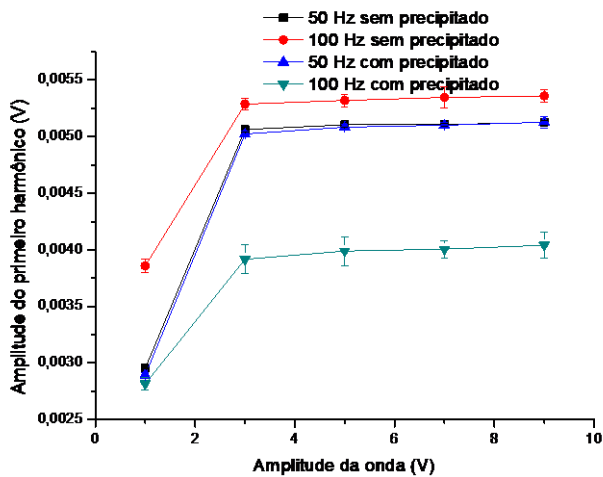


Fig. 3. Variação das medidas da amplitude do primeiro harmônico, para ondas com frequências de 50 e 100 Hz e amplitudes de 1, 3, 5, 7, e 9 V aplicadas em amostra com e sem precipitados.

As medidas nas amostras com e sem precipitados para a frequência de 100 Hz resultaram em retas paralelas, indicando que a única diferença no comportamento foi devido à presença de precipitados. Estes são paramagnéticos e a sua formação decresce os valores da amplitude dos harmônicos [8]-[10]. Todavia, as ondas com frequência de 50 Hz apesar de também apresentarem o mesmo comportamento, ou seja, crescimento com estabilização dos valores, não apresentaram diferença entre as condições com e sem precipitados. A onda com frequência de 50 Hz não teve sensibilidade para detectar a presença do precipitado.

A Figura 4 mostra a variação da amplitude do primeiro harmônico em função do tempo de tratamento na temperatura de 475 °C, para ondas emitidas de frequência de 100Hz e amplitudes de 1, 5 e 9 V. Pode-se observar que as curvas para 5 e 9 V possuem o mesmo comportamento, ou seja, queda com a tendência de estabilização; enquanto que não houve variação sensível para a condição de 1 V. Nesta temperatura tem-se a formação da fase paramagnética  $\alpha'$ , a partir da decomposição da fase ferromagnética  $\alpha$ . A redução nos valores das medidas da amplitude do primeiro harmônico deve-se a mudança da permeabilidade do material com a formação da nova fase [9], [10].

Observa-se da Figura 4 que as medidas realizadas com as ondas de 9 V apresentam maiores valores de amplitude e variação de medidas em relação a de 5 V. Contudo, as medidas com a amplitude de 9 V apresentaram maior dispersão nos resultados, sendo deste modo, escolhida as medidas realizadas com a onda de amplitude de 5 V para correlação com os resultados de medidas de dureza e energia absorvida por impacto.

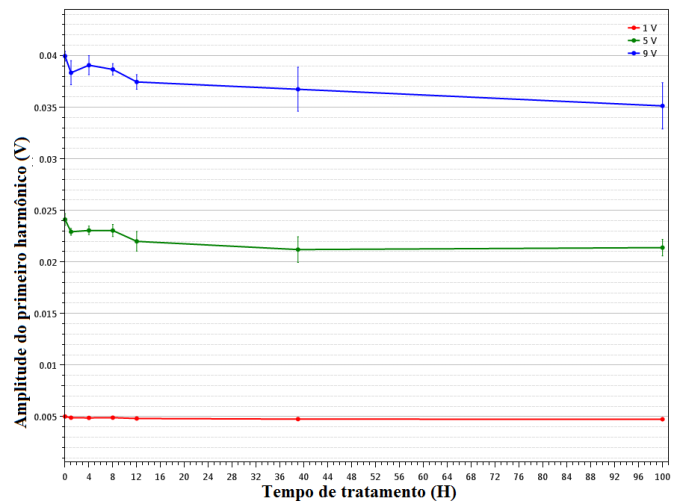


Fig. 4. Variação da amplitude do primeiro harmônico em função do tempo de tratamento na temperatura de 475 °C, para ondas emitidas de frequência de 100Hz e amplitudes de 1 V, 5 V e 9 V.

A Figura 5 mostra a variação das medidas de dureza Rockwell C em função do tempo de envelhecimento das amostras. As medidas de dureza na Figura 5 apresentam uma taxa de endurecimento rápida até tempos em torno de 12 h, seguida de uma redução dessa taxa até 100 h. A fase  $\alpha'$  tem sua formação praticamente até 12 h de tratamento e após este tempo apenas a consolidação da formação. Esta fase tem tamanho manométrico e dificulta o deslizamento de plano, endurecendo o material. A Figura 5 também mostra as medidas da amplitude do primeiro harmônico em função do tempo de envelhecimento. Estas amplitudes são proporcionais a permeabilidade do material. As medidas da amplitude do primeiro harmônico decrescem até tempos em torno de 12 h e tendem a estabilizar até 100 h. Isto se deve a queda de permeabilidade do material com a formação da fase  $\alpha'$  que é paramagnética. Ensaio não destrutivo para acompanhamento da fragilização a 475 °C mostraram comportamento semelhante [10]-[13].

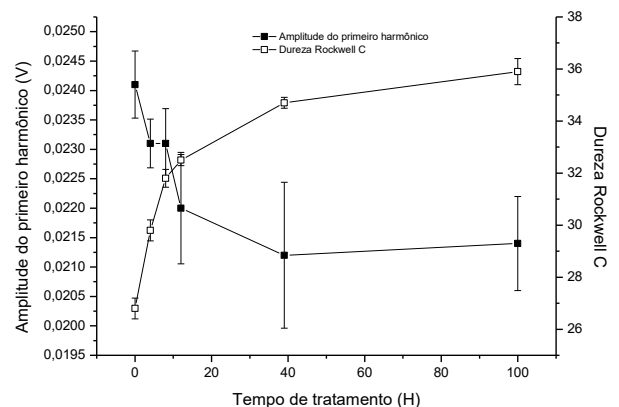


Fig. 5. Medidas de dureza Rockwell C e de amplitude do primeiro harmônico em função do tempo de envelhecimento para amostras tratadas na temperatura de 475 °C.

A Figura 6 mostra a variação das medidas de amplitude do primeiro harmônico e das energias absorvidas por impacto em função do tempo de formação da fase fragilizante  $\alpha'$  [9], [10]. Esta fase se forma finamente dispersa no interior da matriz ferrita. Esta formação dificulta o deslizamento de planos atômicos e reduz a capacidade de absorver energia por impacto. Assim, à medida que a fase é formada, as medidas de energia caem até se estabilizar com a total formação dessa.

As medidas de amplitude do primeiro harmônico tiveram o mesmo comportamento da energia absorvida por impacto, ou seja, queda com tendência a estabilização. A formação de precipitados finos tem a capacidade de ancorar o movimento das paredes dos domínios magnéticos e reduzir os valores de tensão. Além disso, esses valores são influenciados pela redução da permeabilidade do material [5], [9], [10], [13].

As medidas realizadas com a amplitude do primeiro harmônico foram capazes de acompanhar a formação da fase fragilizante do aço inoxidável estudado. Esse material é muito empregado no setor de petróleo e gás e seu monitoramento depende de ensaios não destrutivos para a manutenção preditiva de tubulações. O presente trabalho mostrou que o parâmetro estudado pode ser aplicado em uma técnica não destrutiva para este tipo de fragilização.

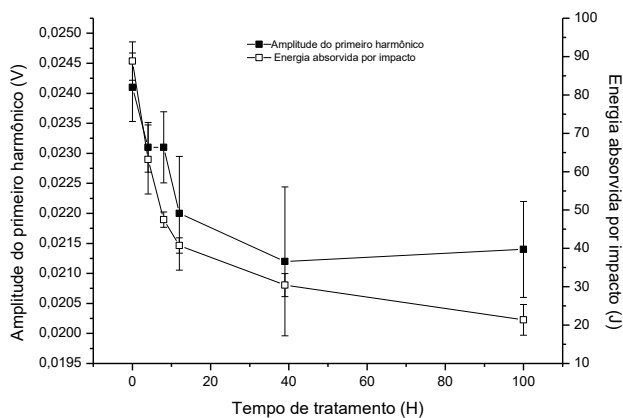


Fig. 6. Medidas de amplitude do primeiro harmônico e energia absorvida por impacto, em função do tempo de envelhecimento, para amostras tratadas na temperatura de 475 °C.

#### IV. CONCLUSÕES

O presente trabalho consistiu na análise harmônica dos sinais induzidos numa bobina leitora, provenientes da indução provocada por ondas geradas em um gerador de funções e aplicadas em um solenoide emissor, chegando às seguintes conclusões:

- i. Ondas com frequências de 50 e 100 Hz foram sensíveis à microestrutura do aço inoxidável duplex. Contudo, ondas com frequências de 100 Hz foram eficazes na detecção da presença de precipitados finos no material.

- ii. Ondas com amplitudes de 3 a 9 V mostraram serem capaz de acompanhar a formação de precipitados independentes dos valores dessas.
- iii. A onda com frequência de 100 Hz e amplitude de 3 V foi capaz de acompanhar tanto o endurecimento do material estudado quanto a sua capacidade de absorver energia por impacto, apontando para um parâmetro a ser usado na manutenção preditiva de tubulações com esse tipo de formação de fase.

#### AGRADECIMENTOS

Ao suporte financeiro do CNPq e do Instituto Federal da Paraíba.

#### REFERÊNCIAS

- [1] M. M. İSPİRLİ and A. ERSOY YILMAZ, "An investigation on characteristics of tracking failure in epoxy resin with harmonic and fractal dimension analysis," *Turkish J. Electr. Eng. Comput. Sci.*, vol. 26, pp. 245–256, 2018.
- [2] D.-H. Xia, S.-Z. Song, and Y. Behnamian, "Detection of corrosion degradation using electrochemical noise (EN): review of signal processing methods for identifying corrosion forms," *Corros. Eng. Sci. Technol.*, vol. 51, no. 7, pp. 1–18, 2016.
- [3] K. H. Matlack, J. Y. Kim, L. J. Jacobs, and J. Qu, "Review of Second Harmonic Generation Measurement Techniques for Material State Determination in Metals," *J. Nondestruct. Eval.*, vol. 34, no. 1, 2015.
- [4] K. S. Ryu, J. S. Park, S. H. Nahm, K. M. Yu, Y. B. Kim, and D. Son, "Nondestructive evaluation of aged 1Cr-1Mo-0.25 V steel by harmonic analysis of induced voltage," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 231, no. 2–3, pp. 294–298, 2001.
- [5] K. H. Lo and J. K. L. Lai, "Microstructural characterisation and change in a.c. magnetic susceptibility of duplex stainless steel during spinodal decomposition," *J. Nucl. Mater.*, vol. 401, no. 1–3, pp. 143–148, 2011.
- [6] K. Miesowicz, W. J. Staszewski, and T. Korbil, "Analysis of Barkhausen noise using wavelet-based fractal signal processing for fatigue crack detection," *Int. J. Fatigue*, vol. 83, pp. 109–116, 2016.
- [7] B. Ducharme, M. Q. Le, G. Sebald, P. J. Cottinet, D. Guyomar, and Y. Hebrard, "Characterization and modeling of magnetic domain wall dynamics using reconstituted hysteresis loops from Barkhausen noise," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 432, pp. 231–238, 2017.
- [8] E. Silva, L. Marinho, P. Filho, J. Leite, J. Leite, W. Fialho, V. de Albuquerque, and J. Tavares, "Classification of Induced Magnetic Field Signals for the Microstructural Characterization of Sigma Phase in Duplex Stainless Steels," *Metals (Basel)*, vol. 6, no. 7, p. 164, 2016.
- [9] E. de Macedo Silva, J. P. Leite, F. a. de França Neto, J. P. Leite, W. M. L. Fialho, V. H. C. de Albuquerque, and J. M. R. S. Tavares, "Evaluation of the Magnetic Permeability for the Microstructural Characterization of a Duplex Stainless Steel," *J. Test. Eval.*, vol. 44, no. 3, p. 20130313, 2016.

- [10] E. de Macedo Silva, V. H. C. de Albuquerque, J. P. Leite, A. C. G. Varela, E. P. De Moura, and J. M. R. S. Tavares, "Phase transformations evaluation on a UNS S31803 duplex stainless steel based on nondestructive testing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 516, no. 1–2, pp. 126–130, 2009.
- [11] C. Camerini, R. Sacramento, M. C. Areiza, a. Rocha, R. Santos, J. M. Rebello, and G. Pereira, "Eddy current techniques for super duplex stainless steel characterization," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 388, pp. 96–100, 2015.
- [12] S. S. M. Tavares, J. M. Pardal, J. L. Guerreiro, a. M. Gomes, and M. R. da Silva, "Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 322, no. 17, pp. L29–L33, 2010.
- [13] P. G. Normando, E. P. Moura, J. a. Souza, S. S. M. Tavares, and L. R. Padovese, "Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 12, pp. 2886–2891, 2010.
- [14] A. J. Sedriks, "Corrosion of stainless steel", 2.ed , John Wiley & Sons, NY, 1996.