CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
MESTRADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

GABRIELA VALLE DE CASTRO MADEIRA

INFLUÊNCIA DA PRESENÇA E QUANTIDADE DE FASE SIGMA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA AO DESGASTE A ALTA TEMPERATURA DO AÇO SAF 2507

BELO HORIZONTE
2025

GABRIELA VALLE DE CASTRO MADEIRA

INFLUÊNCIA DA PRESENÇA E QUANTIDADE DE FASE SIGMA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA AO DESGASTE A ALTA TEMPERATURA DO AÇO SAF 2507

Dissertação de Mestrado apresentada no Curso de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, na Área de concentração: Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, como requisito parcial para o título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Elaine Carballo Siqueira Corrêa
Coorientador: Carlos Eduardo dos Santos

BELO HORIZONTE
2025

Madeira, Gabriela Valle de Castro.
M181i Influência da presença e quantidade de fase sigma nas propriedades mecânicas e resistência ao desgaste a alta temperatura do aço SAF 2507 / Gabriela Valle de Castro Madeira. – 2025.
110 f. : il.
Orientadora: Elaine Carballo Siqueira Corrêa.
Coorientador: Carlos Eduardo dos Santos.
Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2025.
Bibliografia.
1. Aço inoxidável duplex. 2. Aço - Propriedades mecânicas. 3. Aço - Tratamento térmico. 4. Desgaste abrasivo. 5. Alta temperatura. I. Corrêa, Elaine Carballo Siqueira. II. Santos, Carlos Eduardo dos. III. Título.
CDD: 620.11217

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca - *campus* Nova Suíça - CEFET-MG
Bibliotecária: Rosiane Maria Oliveira Gonçalves - CRB6-2660

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
COORDENAÇÃO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS - NS

ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO Nº 27 / 2025 - POSMAT (11.52.07)

Nº do Protocolo: 23062.050733/2025-22

Belo Horizonte-MG, 19 de setembro de 2025.

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

INFLUÊNCIA DA PRESENÇA E QUANTIDADE DE FASE SIGMA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA AO DESGASTE A ALTA TEMPERATURA DO AÇO SAF 2507

Autora: Gabriela Valle de Castro Madeira

Orientadora: Prof.ª Dr.ª Elaine Carballo Siqueira Corrêa

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou em 19 de setembro de 2025 esta Dissertação:

Prof.ª Dr.ª Elaine Carballo Siqueira Corrêa (ORIENTADORA)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Carlos Eduardo dos Santos (COORIENTADOR)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Wellington Lopes (EXAMINADOR INTERNO)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-MG

Prof. Dr. Klaus Higor dos Santos Silva (EXAMINADOR EXTERNO)
Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais - PUC MINAS

(Assinado digitalmente em 19/09/2025 18:50)
CARLOS EDUARDO DOS SANTOS
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO
DEMAT (11.55.06)
Matrícula: 3573881

(Assinado digitalmente em 19/09/2025 18:49)
ELAINE CARBALLO SIQUEIRA CORREA
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO
DEMAT (11.55.06)
Matrícula: 2506564

(Assinado digitalmente em 19/09/2025 18:50)
WELLINGTON LOPES
PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLOGICO
DEMAT (11.55.06)
Matrícula: 2579287

(Assinado digitalmente em 19/09/2025 18:54)
KLAUS HIGOR DOS SANTOS SILVA
ASSINANTE EXTERNO
CPF: ###.###.816-##

Visualize o documento original em **https://sig.cefetmg.br/public/documentos/index.jsp** informando seu número: **27**, ano: **2025**, tipo: **ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO**, data de emissão: **19/09/2025** e o código de verificação: **50cf853cd8**

AGRADECIMENTOS

Agradeço de coração à minha mãe, Jussara, e ao meu pai, Adriano, pela vida, pelo amor maior e pelo exemplo como pessoas, pais e casal, que não medem esforços para sempre me oferecer o melhor e que me ensinaram as lições mais importantes da vida: a justiça, a educação e a persistência para alcançarmos nossos sonhos.

Ao Gabriel Caetano, meu maior companheiro, melhor amigo e amor da minha vida, agradeço pelo apoio constante, pelo incentivo diário, pelas palavras encorajadoras e pelos valiosos conselhos durante a elaboração deste trabalho.

Ao meu irmão Lucas, pela parceria de 26 anos, compartilhando amor e aprendizados.

À minha querida orientadora, Professora Elaine Carballo Siqueira Corrêa, maior exemplo de professora, mulher e orientadora que se pode ter no mundo, pelos preciosos conhecimentos e pelo tempo dedicado, pelo amor pelo que ensina e por ser uma das maiores responsáveis por essa conquista. Obrigada por confiar em mim e me guiar ao longo dessa jornada!

Ao meu coorientador, Carlos Eduardo dos Santos, pelo apoio e pelas ideias enriquecedoras. À Clarinha, minha querida irmã da Pesquisa, por toda a parceria, dedicação e conversas que tornaram a parte prática mais divertida.

À minha amiga Lorena, do mestrado, pela amizade preciosa em tempos desafiadores.

Ao Jorge, pela paciência, disponibilidade, apoio e carinho na condução deste trabalho.

À SMS group, minha empresa, por valorizar o conhecimento acadêmico e proporcionar oportunidades de integração entre teoria e prática. Aos meus colegas de trabalho, principalmente da equipe TudiTubo.

Ao CIT SENAI pela seriedade nos ensaios das amostras de desgaste e DRX.

Aos professores Aline Magalhães, Cláudio Turani, Flávio Padula, Ernane Rodrigues, Paulo de Paiva e, em especial, Wellington Lopes, pelas aulas e suporte no Mestrado. O conhecimento compartilhado por vocês sempre estará comigo e será transmitido adiante. A todos do DEMAT e POSMAT, que contribuíram para a existência deste trabalho.

Às mulheres engenheiras, por aprenderem, ensinarem e resistirem em um ambiente ainda predominantemente masculino. Estamos sempre juntas. Estou aqui porque outras abriram esse caminho para mim, e estou fazendo o mesmo para as que virão.

RESUMO

Os aços inoxidáveis super duplex são amplamente utilizados na indústria química e petroquímica devido à sua elevada resistência à corrosão, ao custo-benefício e às vantagens para a segurança do trabalho e para o meio ambiente. A combinação de alta resistência ao desgaste corrosivo e elevada resistência mecânica nos aços inoxidáveis super duplex deve-se à microestrutura bifásica de ferrita e de austenita. Quando expostos a processamentos térmicos e/ou termomecânicos entre 650ºC e 950ºC, essa microestrutura pode sofrer modificações, incluindo a precipitação de fases deletérias, como a intermetálica sigma (σ), resultando na perda de tenacidade e resistência à corrosão, promovendo ainda o aumento da dureza e da resistência ao desgaste abrasivo. Neste trabalho, foi investigada a influência dos tratamentos térmicos realizados a 800, 850 e 900 °C, durante 30 minutos, seguidos de resfriamento ao ar, sobre as propriedades mecânicas do aço inoxidável super duplex SAF 2507, utilizando técnicas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, perfilometria óptica e difração de raios X. Também foram realizados ensaios de dureza Vickers, impacto (Charpy-V) e ensaio de desgaste abrasivo pino sobre plano a 400°C e a 800°C. Observou-se que o tratamento térmico a 800 °C, seguido dos ensaios de desgaste realizados na mesma temperatura, proporcionou a condição mais vantajosa para equilibrar resistência ao desgaste e controle da precipitação da fase sigma. Nessa condição, verificou-se a menor taxa de desgaste e uma expressiva redução no coeficiente de atrito em comparação às outras condições. A fração volumétrica da fase sigma variou conforme a temperatura de tratamento, apresentando valores mais elevados a 800 °C e diminuindo em temperaturas superiores e sendo nulo na condição inicial. Apesar de favorecer o desempenho em desgaste abrasivo, a precipitação de sigma acarretou uma queda acentuada na resistência ao impacto, evidenciando a fragilização do material em condições na presença da fase sigma. Esses resultados reforçam a relevância do controle preciso da temperatura de tratamento térmico para otimizar as propriedades do aço inoxidável super duplex SAF 2507, potencializando sua aplicabilidade em ambientes sujeitos a desgaste abrasivo, desde que não sejam críticos em termos de resistência ao impacto.

Palavras-chave: Aços inoxidáveis super duplex. Tratamento térmico. Fase sigma. Propriedades mecânicas. Resistência ao desgaste abrasivo. Alta temperatura.

ABSTRACT

Super duplex stainless steels are widely employed in the chemical and petrochemical industries due to their high corrosion resistance, cost-effectiveness, and advantages for occupational safety and environmental sustainability. Their outstanding combination of resistance to corrosive wear and high mechanical strength arises from the biphasic microstructure of ferrite and austenite. When subjected to thermal and/or thermomechanical processing within the 650–950 °C range, this microstructure may undergo significant changes, including the precipitation of deleterious phases such as sigma (σ), which leads to loss of toughness and corrosion resistance, while increasing hardness and abrasive wear resistance. In this study, the influence of heat treatments at 800, 850, and 900 °C for 30 minutes, followed by air cooling, on the mechanical properties of SAF 2507 super duplex stainless steel was investigated. The characterization involved optical microscopy, scanning electron microscopy, optical profilometry, and X-ray diffraction. Mechanical tests included Vickers hardness, Charpy-V impact, and pin-on-disc abrasive wear tests at 400 °C and 800 °C. Results showed that heat treatment at 800 °C, combined with wear testing at the same temperature, provided the most favorable balance between wear resistance and sigma phase precipitation control. Under this condition, the lowest wear rate and a significant reduction in the coefficient of friction were observed compared with other conditions. The sigma phase fraction varied with the heat treatment temperature, reaching its highest content at 800 °C, decreasing at higher temperatures, and being absent in the as-received condition. Although sigma precipitation improved abrasive wear performance, it caused a pronounced reduction in impact resistance, highlighting material embrittlement when this phase is present. These findings emphasize the importance of precise heat treatment temperature control to optimize the properties of SAF 2507 super duplex stainless steel, enhancing its applicability in abrasive wear environments, provided that impact resistance is not a critical requirement.

Keywords: Super duplex stainless steels. Heat treatment. Sigma phase. Mechanical properties. Abrasive wear resistance. High temperature.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Produção global de aço inoxidável por região. 18
Figura 2 - Categorias de aplicações dos produtos de aço inoxidáveis. 18
Figura 3 - Curvas tensão-deformação de três famílias do aço inoxidável. 20
Figura 4 - Diagrama de Schaeffler dos aços inoxidáveis. 20
Figura 5 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico. 21
Figura 6 - Microestrutura do aço inoxidável ferrítico – MO. 22
Figura 7- Preço do níquel (US$/tonelada). 23
Figura 8- Classificação dos aços inoxidáveis duplex pelo PRE. 26
Figura 9 - Microestrutura do aço inoxidável duplex. 27
Figura 10 - Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 - MEV. 28
Figura 11 - Diagrama TTT de aços inoxidáveis duplex com as fases deletérias. 31
Figura 12 - Nucleação e propagação da fase σ em aços inoxidáveis duplex. 33
Figura 13 - Micrografia do aço inoxidável super duplex - MEV. 33
Figura 14 – Diagrama TTT do aço inoxidável duplex com diferentes % de fase sigma. 34
Figura 15 - Variação de tenacidade e dureza com % de fase sigma. 36
Figura 16- Energia, custo e emissão de CO2 devido ao atrito e ao desgaste. 38
Figura 17 - Causas de falha de materiais. 39
Figura 18 - Simulação numérica de dois mecanismos de desgaste adesivo. 39
Figura 19 - Desgaste corrosivo por pite de um aço cementado - MEV. 40
Figura 20 - Seção transversal da amostra de AISI 1045 sob teste de corrosão - MEV. 41
Figura 21 - Mecanismos de desgaste abrasivo. 42
Figura 22 - Classificação dos ensaios tribológicos. 43
Figura 23 - Ensaios tribológicos comuns. 45
Figura 24 – Diagrama esquemático da máquina de ensaio de desgaste a alta temperatura. 46
Figura 25- Desgaste abrasivo em tubo formador de espiras. 47
Figura 26 - Valor PRE x CPT dos aços inoxidáveis. 49
Figura 27 - Micrografia do aço inoxidável super duplex com desgaste por pite - MO. 50
Figura 28 – Diagrama TTT do aço inoxidável duplex com diferentes % de Mo. 51

Figura 29– Fluxograma das etapas experimentais do trabalho. 54
Figura 30 – Corpo de prova para caracterização microestrutural.....57
Figura 31 – Corpo de prova reduzido para ensaio de impacto. 57
Figura 32 - Corpo de prova reduzido para ensaio de desgaste e ensaio de dureza. 58
Figura 33 – Espectro de difração de raios-X para o aço UNS31803, envelhecido isotermicamente a 870°C, por 20 minutos. 61
Figura 34 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 na condição inicial. 65
Figura 35 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 800ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar. 66
Figura 36 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 850ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar. 66
Figura 37 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 900ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar. 67
Figura 38 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex na condição inicial. 69
Figura 39 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 800ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar. 71
Figura 40 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 850ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar. 72
Figura 41 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 900ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar. 73
Figura 42 – Resultados de Dureza Vickers do aço inoxidável super duplex SAF 2507 após a realização dos tratamentos térmicos e ensaio de desgaste. 76
Figura 43 – Comparação estatística teste t de *Student* e teste F de Fischer entre as durezas das amostras. 77
Figura 44 – Efeito do tempo de envelhecimento sobre valores de dureza Rockwell C do material base das amostras tratadas termicamente a 850°C para o aço UNS S32205. 80
Figura 45 – Impacto da Fase Sigma na Energia Absorvida. 81
Figura 46 – MEV da trilha de desgaste da amostra Condição Inicial. 84
Figura 47 – MEV da trilha de desgaste da amostra TT800G30MAr. 85
Figura 48 – MEV da trilha de desgaste da amostra TT850G30MAr. 86
Figura 49 – MEV da trilha de desgaste da amostra TT900G30MAr. 87
Figura 50 – Perfilometria óptica das trilhas de desgaste das amostras. 89

Figura 51 – Taxa de desgaste a 400°C e 800°C por condição. 90
Figura 52 – Teste tribológico mostrando a taxa de desgaste em amostras tratadas isotermicamente a 850°C considerando uma perda de material depois de 500m de deslizamento a seco com uma carga de 1N nas velocidades de (a) 70mm/s e (b) 150 mm/s. 94
Figura 53 – Coeficiente de atrito a 400°C e 800°C por condição. 95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Análise química do AISI 304 e SAF 2205. 24
Tabela 2 - Energia utilizada e liberação de CO2 para produzir uma tonelada de aço inoxidável. 25
Tabela 3 - Composição química do aço inoxidável lean duplex 2404. 27
Tabela 4 - Propriedades mecânicas do SAF 2507. 29
Tabela 5 - Exemplo de economia de peso entre troca de aços duplex. 29
Tabela 6 – Parâmetros utilizados no ensaio de desgaste a alta temperatura. 47
Tabela 7 – Composição química nominal em %. 55
Tabela 8 – Amostras por ensaio.....56
Tabela 9 – Condições de temperatura e tempo para o tratamento térmico. 59
Tabela 10 - Análises químicas do aço inoxidável super duplex. 64
Tabela 11 – Porcentagens das fases austenita, ferrita e sigma pelo método Rietveld. 67
Tabela 12 – Dureza Vickers das amostras de SAF 2507 com diferentes tratamentos térmicos e ensaios de desgaste a 400°C e 800°C. 76
Tabela 13 – Resultados do ensaio de impacto e fração de área dos precipitados em relação à profundidade a partir da superfície. 82

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI – Instituto Americano do Ferro e do Aço (*American Iron and Steel Institute*)

ASTM – Sociedade Americana de Testes e Materiais (*American Society for Testing and Materials*)

CI – Condição inicial

CCC – Cúbica de corpo centrado

CFC – Cúbica de face centrada

CPT – Temperatura crítica de pite (*Critical pitting temperature*)

DRX – Difração de raios X

EBSD – Análise de Difração de Retroespalhamento de Elétrons *(Electron backscatter diffraction)*

ICDD – Centro de dados de difração (*Centre for Diffraction Data)*

ISSF – Fórum Internacional de Aço Inoxidável (*International Stainless Steel Forum*)

JPDS – Comitê Conjunto de Padrões de Difração de Raios-X em Pó Internacional (*Joint Committee of Powder Diffraction Standards* International*)*

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MO – Microscopia óptica

Ra – Média de rugosidade

SAF – Sandvik Austenita Ferrita (*Sandvik Austenite Ferrite*)

SAE – Sociedade de Engenheiros Automotivos (*Society of Automotive Engineers*)

SASSDA – Associação de Desenvolvimento de Aço Inoxidável da África (*Africa Stainless Steel Development Association*)

PRE – Equivalente de resistência a pite (*Pitting resistance equivalent*)

PRE_N – Número equivalente de resistência a pite (*Pitting resistance equivalent number*)

TT – Tratamento térmico

TTT – Tempo-Temperatura-Transformação

UNS – Sistema de Numeração Unificado (*Unified Numbering System*)

LISTA DE SÍMBOLOS

α – Ferrita

γ – Austenita

γ_2 – Austenita secundária

At – Seção transversal

c – Comprimento da trilha de desgaste

d – Distância total percorrida

d* – Comprimento crítico

d_S – Distância de deslizamento

F – Carga aplicada

Fn – Força normal aplicada

k – Coeficiente de desgaste

π – Fase pi

σ – Fase sigma

$t0$ – Espessura inicial

tf – Espessura final

V – Perda de volume

Vd – Volume de desgaste

χ – Fase chi

W – Taxa de desgaste

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 13

2. OBJETIVOS 15

2.1. Objetivo Geral 15

2.2. Objetivos Específicos 15

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 16

3.1. Aços Inoxidáveis Duplex 16

3.1.1. Características Gerais dos Aços Inoxidáveis 16

3.1.2. Características dos Aços Inoxidáveis Duplex 22

3.1.3. Fases Deletérias Desenvolvidas nos Aços Inoxidáveis Duplex 30

3.2. Desgaste 37

3.2.1. Fenômeno e Tipos de Desgaste 37

3.2.2. Ensaios de Desgaste 42

3.2.3. Aços Inoxidáveis Duplex: Comportamento Tribológico e Mecânico 47

4. MATERIAIS E MÉTODOS 53

4.1. Descrição Geral do Trabalho realizado 53

4.2. Material e Análise Química 55

4.3. Corpos de Prova 56

4.4. Tratamentos Térmicos 58

4.5. Caracterização Microestrutural 59

4.6. Caracterização Mecânica dos Materiais 61

4.7. Análise de Desgaste 62

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO 64

5.1. Análise da composição química 64

5.2. Caracterização Microestrutural 64

5.2.1. Difração de raios X 64

5.2.2. Microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura 68

5.3. Ensaio de Dureza 75

5.4. Ensaio de Impacto 80

5.5. Ensaio de desgaste a alta temperatura 83

5.5.1. Microscopia eletrônica de varredura após ensaio de desgaste 83
5.5.2. Taxa de desgaste 88
5.5.3. Coeficiente de atrito 94
6. CONCLUSÕES 99
7. REFERÊNCIAS 103

1. INTRODUÇÃO

As interações entre a dinâmica da população humana e o meio ambiente têm sido frequentemente questionadas e analisadas com maior atenção, visto que a população global já superou oito bilhões de pessoas (UNITED NATIONS, 2022), as quais visam ao máximo o lucro e a acumulação de riquezas em um ambiente com recursos finitos, os quais são essenciais à manutenção da vida humana.

Em consequência a essa situação, a indústria intensifica o desenvolvimento de tecnologias que conversam de forma sustentável com as demandas da sociedade. E uma dessas necessidades urgentes é o avanço em novos materiais, com melhores desempenhos em suas aplicações. Os aços inoxidáveis super duplex surgiram como uma resposta à demanda por materiais mais avançados e aprimorados em termos de resistência à corrosão, durabilidade e desempenho desde o final da década de 1920 (GUNN, 1997).

Os aços inoxidáveis super duplex possuem uma microestrutura bifásica, composta por frações volumétricas muito próximas de ferrita (α) e austenita (γ). Esses materiais apresentam uma combinação altamente atrativa de excelente resistência à corrosão e notáveis propriedades mecânicas, incluindo elevada resistência à tração, dureza adequada e considerável tenacidade, superando, assim, os aços inoxidáveis austeníticos ou aços inoxidáveis ferríticos em desempenho (ARVAREZ-ARMAS, 2008; CHAIL; KANGAS, 2016). Devido a isto, os aços inoxidáveis super duplex são utilizados em uma vasta gama de aplicações, sendo elas: indústria química, construção civil e arquitetura, nuclear, papel e celulose, alimentícia, plantas de dessalinização e, principalmente, na indústria de óleo e gás (GARDIN et al., 2019; VERMA et al., 2017).

No entanto, os aços inoxidáveis duplex, quando expostos ao calor, seja durante a sua produção ou em condições de serviço, estão suscetíveis a transformações de fase, nas quais também se inclui a precipitação de fases deletérias, como a sigma (σ), que possui rápida cinética de formação. Essa fase é comumente conhecida pelo seu impacto negativo no desempenho dos materiais, deteriorando drasticamente sua tenacidade e resistência à corrosão (BIEZMA et al., 2021).

As fases deletérias possuem um interesse particular de estudo, uma vez que grande parte dos trabalhos acadêmicos demonstram que pequenas frações destas podem causar danos consideráveis na resistência à corrosão do material, como nas

aplicações da indústria petroquímica. Entretanto, alguns estudos mostram que essas fases secundárias podem trazer alguns benefícios, como o aumento na dureza e na resistência ao desgaste abrasivo que, dependendo da aplicação do produto, pode ser de grande vantagem (DAVANAGERI; NARENDRANATH; KADOLI, 2015; NILSSON,1992; DEL ABRA-ARZOLA et al., 2017). O tubo formador de espiras, produto utilizado para conformar a quente a bobina na laminação de fio máquina (MADEIRA et. al., 2024) pode ser uma dessa possível aplicabilidade vantajosa, uma vez que o fio máquina, sob a alta temperatura e elevada velocidade se movimenta em contato contínuo com o material do tubo, requerendo assim, que a superfície de contato desse tubo com o fio máquina apresente elevada resistência ao desgaste abrasivo, característica já encontrada no aço inoxidável super duplex (SPAGHETTI, 2016), e que pode ser ampliada com a precipitação das fases secundárias.

Este trabalho foi motivado pela necessidade de expandir o conhecimento existente na literatura sobre o aço inoxidável super duplex, investigando sua resistência ao desgaste abrasivo em condições de temperaturas elevadas. Embora a resistência ao desgaste abrasivo à temperatura ambiente já tenha sido estudada, há uma lacuna no entendimento desse comportamento em altas temperaturas. Assim, este estudo visa preencher essa lacuna, oferecendo dados que poderão ser aplicados em contextos industriais, como na siderurgia, especificamente no desenvolvimento de tubos formadores de espiras, amplamente utilizados nesse setor.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

O objetivo geral do trabalho foi avaliar a influência da microestrutura, com destaque para o efeito da presença da fase sigma, nas propriedades mecânicas e na resistência ao desgaste a elevadas temperaturas de um aço classificado como inoxidável super duplex SAF 2507.

2.2. Objetivos Específicos

Os objetivos específicos do trabalho foram:

- Avaliar os efeitos da temperatura de tratamento térmico (800 °C, 850 °C e 900 °C por 30 minutos, com resfriamento ao ar) na microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507, por meio de análises qualitativas e quantitativas em microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X, a fim de compreender os mecanismos de formação e evolução da fase sigma em diferentes condições de processamento.
- Analisar a influência da microestrutura obtida nos diferentes tratamentos térmicos sobre a dureza Vickers e a resistência ao impacto (Charpy-V), com o intuito de correlacionar a presença da fase sigma e a morfologia microestrutural com as alterações nas propriedades mecânicas.
- Investigar os efeitos da microestrutura, com ênfase na fração volumétrica da fase sigma, na resistência ao desgaste abrasivo em altas temperaturas, utilizando ensaios de abrasão pino sobre plano a 400 °C e 800 °C, visando estabelecer relações entre condições microestruturais, desempenho tribológico e possíveis aplicações industriais em ambientes severos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Aços Inoxidáveis Duplex

O aço inoxidável foi desenvolvido na Alemanha e no Reino Unido nas primeiras décadas do século XX. Nesse contexto, os aços austeníticos surgiram depois dos aços martensíticos e do ferríticos e, pela facilidade de produção e soldabilidade, tornaram-se as ligas de aço inoxidável mais utilizadas da época (GUNN, 1997). Com estudos desde 1930 do efeito da ferrita no aço inoxidável austenítico, desenvolve-se o aço inoxidável duplex, o qual possui microestrutura ferrítica e austenítica. A primeira liga desse tipo de aço foi produzida na Suíça em uma indústria de papel sulfite, com o objetivo principal de evitar a corrosão intergranular e a precipitação de carbonetos nos contornos de grão durante tratamento térmico e soldagem, problemas esses frequentes nos aços inoxidáveis austeníticos de alto carbono (ARVAREZ-ARMAS, 2008).

As primeiras ligas dos aços inoxidáveis duplex tinham baixa soldabilidade, justificada pela elevada presença da ferrita na zona termicamente afetada pelo calor, região da solda que não se funde durante a soldagem. Esse problema foi solucionado na década de 1970 com a adição de nitrogênio juntamente com uma liga mais austenítica. Outros estudos também foram abordados na Finlândia e França, uma patente foi criada com o material Uranus 50 e os resultados mostravam as vantagens de se trabalhar com o aço inoxidável duplex (OUTOKUMPU, 2013).

3.1.1. Características Gerais dos Aços Inoxidáveis

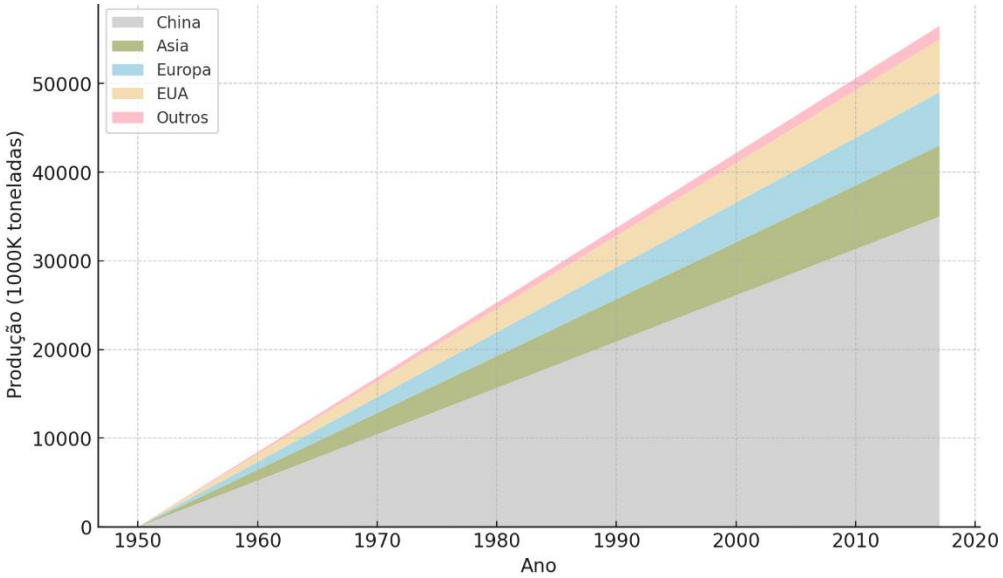
A liga ferrosa mais comum, o aço, é o principal material usado atualmente no setor de construção industrial. Do ponto de vista de corrosão, não é a melhor opção, uma vez que apresenta alto potencial de interação com o oxigênio, exibe corrosão quando em meios ácidos e incrusta quando submetido a altas temperaturas (OUTOKUMPU, 2013).

Com a adição de cromo, a partir de 10,5% em peso, é possível fabricar um grupo de materiais metálicos que, a princípio, não exibem corrosão em água do mar,

são resistentes a ácidos e não formam óxidos de ferro em temperaturas até 1100°C. Essa porcentagem de cromo faz com que seja desenvolvida uma camada fina passiva não porosa de óxido de cromo, a qual funciona como uma barreira entre o aço e o meio externo, impedindo que a superfície entre em contato com a atmosfera, ao contrário da porosa camada de óxido de ferro, que continua permitindo a entrada do oxigênio e, eventualmente, da água (BENAFIA et al., 2018). E quando não se observa corrosão no metal, o que ocorre, na verdade, é a formação de uma camada de óxido que se adere à superfície do material e é mantida por ligações químicas, em que esta camada protege o metal de continuar corroendo. Caso a camada seja removida por qualquer motivo, uma nova se sobrepõe no local, mantendo a proteção desta liga (CHIAVERINI, 1996). Em adição às características mencionadas, esses materiais apresentam também vantajosas propriedades mecânicas e bons aspectos de fabricação. Assim, essa liga metálica combina as propriedades mecânicas oriundas das ligas ferrosas e a resistência à corrosão associada ao alto teor de cromo. Esse grupo de liga ferro-cromo é conhecido como aço inoxidável que, apesar de ter vantagens quando comparados aos aços carbono, ainda possui um uso relativamente modesto, porém com alto crescimento nas últimas décadas (OUTOKUMPU, 2013).

Segundo a *Southern Africa Stainless Steel Development Association* (SASSDA) (2019), e como mostra a Figura 1, a taxa de crescimento da produção mundial de aço inoxidável média anual do ano de 1950 ao ano de 2018 foi de 5,67%. A produção mundial total de produtos primários de aço inoxidável, de acordo com o *International Stainless Steel Forum* (ISSF), foi de 50,7 milhões de toneladas em 2018, contra 48,1 milhões de toneladas em 2017. Durante o mesmo período, de 1950 a 2018, os números da ISSF para outros metais foram: 2,01% para o chumbo e ligas, 2,05% para zinco e ligas, 2,47% para o aço, 2,64% para o cobre e ligas e 3,84% para o alumínio e ligas. Dessa forma, é possível comprovar o maior crescimento do aço inoxidável em relação aos outros metais nesses últimos 68 anos.

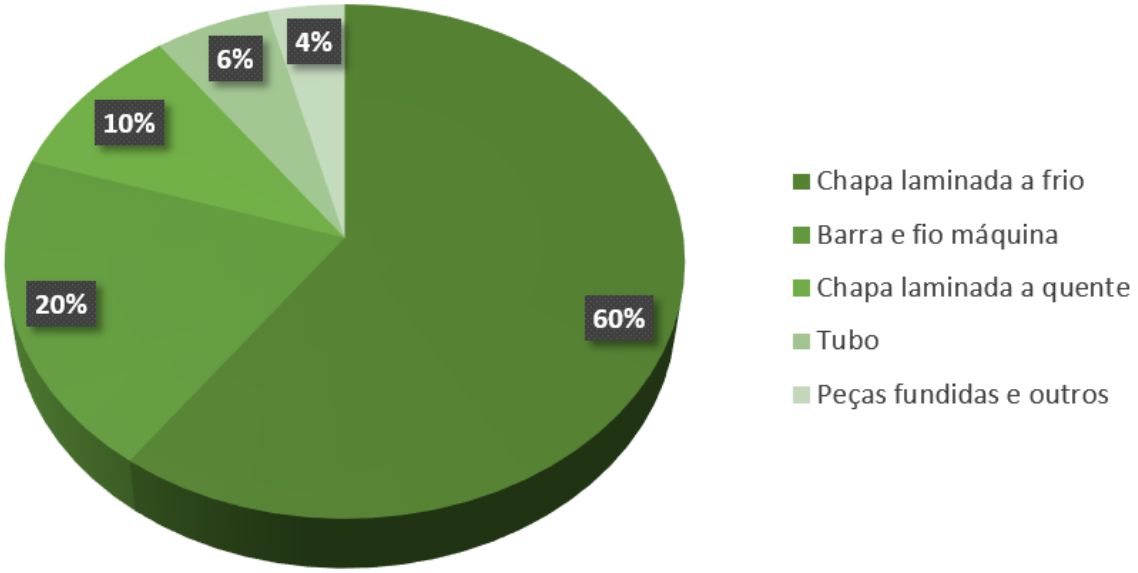
Figura 1 - Produção global de aço inoxidável por região.



Fonte: Adaptado de SASSDA, 2019.

Na Figura 2 estão representadas as formas de produtos fabricados em aços inoxidáveis que se tem disponível no mundo industrializado. São elas: chapa laminada a frio, chapa laminada a quente, tubo, barra, fio máquina e peça fundida. Nesse caso, a chapa laminada a frio é a forma de produto considerada mais amplamente empregada (OUTOKUMPU, 2013).

Figura 2 - Categorias de aplicações dos produtos de aço inoxidáveis.



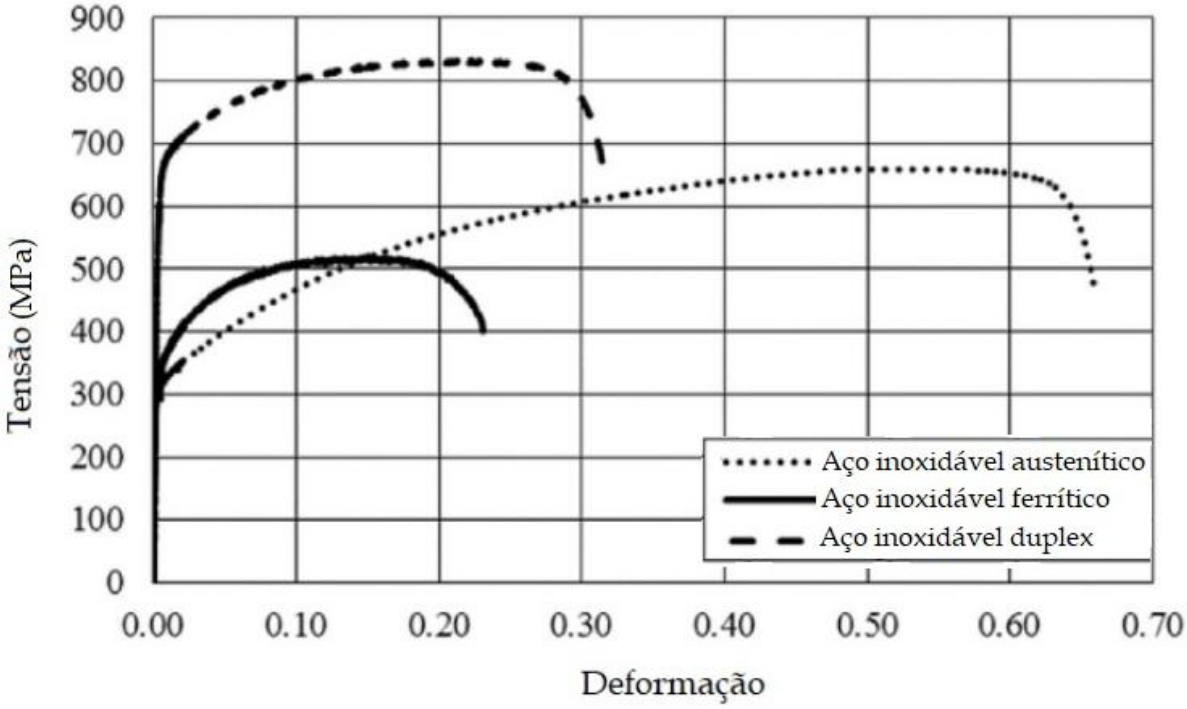
Fonte: Adaptado de OUTOKUMPU, 2013.

Segundo Outokumpu (2013), esses produtos são utilizados em diferentes setores, como: alimentos e bebidas (24%), óleo e gás (19%), panelas e talheres (9%), transporte (8%), máquina de lavar e lava-louças (8%), produção de energia (7%), indústria têxtil (6%), construção civil (5%), pias e equipamentos para cozinha (4%) e outros (10%).

Existe uma grande variedade de ligas de aço inoxidável, podendo ser classificadas em cinco famílias: austeníticos, ferríticos, martensíticos, duplex e endurecíveis por precipitação. Na Figura 3 pode ser observada a comparação da curva tensão *versus* deformação de um aço inoxidável austenítico, com um ferrítico e com um duplex. Em geral, entre essas três categorias, o aço inoxidável ferrítico é o que consegue se deformar menos e apresenta menor resistência mecânica, ao passo que o austenítico possui a maior capacidade de deformação e o duplex maior resistência mecânica (GARDNER, 2019).

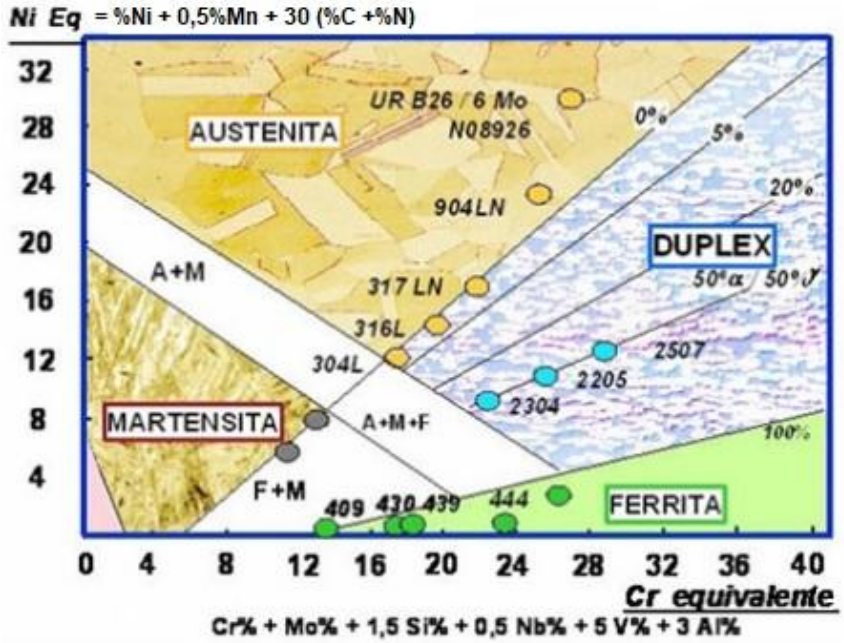
Na Figura 4 é exibido o diagrama de Schaeffler, que fornece a classificação do aço inoxidável a partir do níquel equivalente (elemento que estabiliza a fase austenita), eixo y, e a partir do cromo equivalente (elemento que estabiliza a ferrita), eixo x (TOTAL MATERIA, 2012). Esse diagrama é amplamente utilizado para prever as microestruturas resultantes de diferentes composições químicas nos aços inoxidáveis, permitindo correlacionar a relação entre elementos estabilizadores de ferrita e de austenita com a formação de fases como martensita, austenita, ferrita e microestruturas duplex. Dessa forma, o diagrama de Schaeffler fornece uma ferramenta importante para o projeto de ligas e para o entendimento do comportamento microestrutural em função da composição.

Figura 3 - Curvas tensão-deformação de três famílias do aço inoxidável.



Fonte: Adaptado de GARDNER, 2019.

Figura 4 - Diagrama de Schaeffler dos aços inoxidáveis.

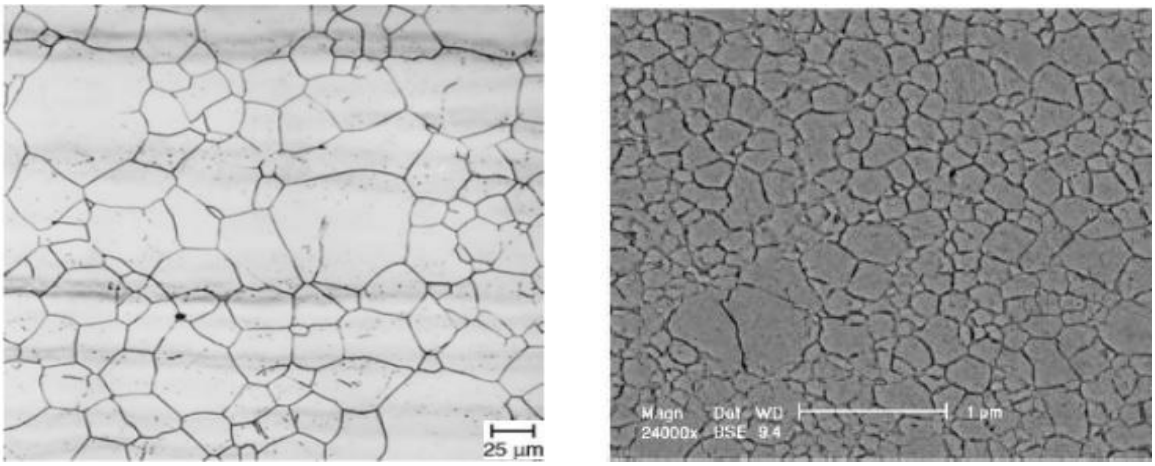


Fonte: Adaptado de TOTAL MATERIA, 2012.

Segundo *The Iron & Steel Society* (1999), os aços inoxidáveis austeníticos contêm cromo e níquel e a grande maioria é classificada como Série 300 ou Série 200, em que este último também possui magnésio na sua composição química. São

endurecidos por trabalho a frio, não são magnéticos, têm excelente conformabilidade e têm resistência para aplicações a altas temperaturas (até 1095 ºC) e abaixo de zero grau Celsius. Essas ligas possuem melhores propriedades à corrosão quando comparadas aos outros aços inoxidáveis, pela presença do cromo-níquel, que restaura a camada de proteção de maneira mais rápida. O teor de níquel também define o nível de encruamento alcançado da liga austenítica. O aço inoxidável mais usado desta família é o AISI 304, com 18% de cromo e 8% de níquel. Na Figura 5 (a) é mostrada como exemplo a microestrutura do aço inoxidável AISI 316, na qual podem ser observados os grãos do material obtida por meio de microscopia óptica. Adicionalmente, na Figura 5 (b) é exibida uma imagem gerada pelo microscópio eletrônico de varredura de uma microestrutura do aço inoxidável AISI 301, que foi submetido a um tratamento térmico a 800°C por 10 segundos. Nas duas imagens, é possível identificar uma estrutura composta por grãos austeníticos equiaxiais e uniformes (VANDER VOORT et al., 2004; KARIMI et al., 2009).

Figura 5 - Microestrutura do aço inoxidável austenítico.



(a) (b)

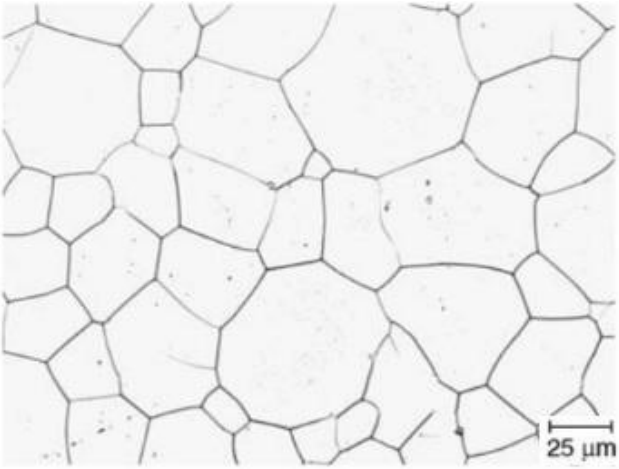
(a) Microestrutura do AISI 316 - MO, (b) microestrutura do AISI 301 - MEV
Fonte: Adaptado de VANDER VOORT et al., 2004; KARIMI et al., 2009.

Os aços inoxidáveis ferríticos contêm entre 11% a 27% de cromo e baixa porcentagem de níquel ou, até mesmo, nenhuma quantia desse elemento químico. Eles são magnéticos, bons condutores térmicos, elétricos, possuem baixa expansão térmica, boa resistência à oxidação em alta temperatura, não possuem alta resistência mecânica, tal como os martensíticos e o austeníticos, e são classificados como Série

400. O SAE 409 é a liga ferrítica com mais procura no mercado, principalmente para fabricação de peças para o sistema de escape automotivo (THE IRON & STEEL SOCIETY, 1999; CHENG et al., 2018). É um dos aços inoxidáveis com menor custo e com alta facilidade para serem manufaturados, isso é uma das principais justificativas para sua alta escolha na indústria.

Na Figura 6 é mostrada, como exemplo, a microestrutura de grãos ferríticos do aço inoxidável *Sea Cure,* na qual pode ser observado os grãos, em que a imagem foi obtida por meio de microscopia óptica. (VANDER VOORT et al., 2004).

Figura 6 - Microestrutura do aço inoxidável ferrítico – MO.

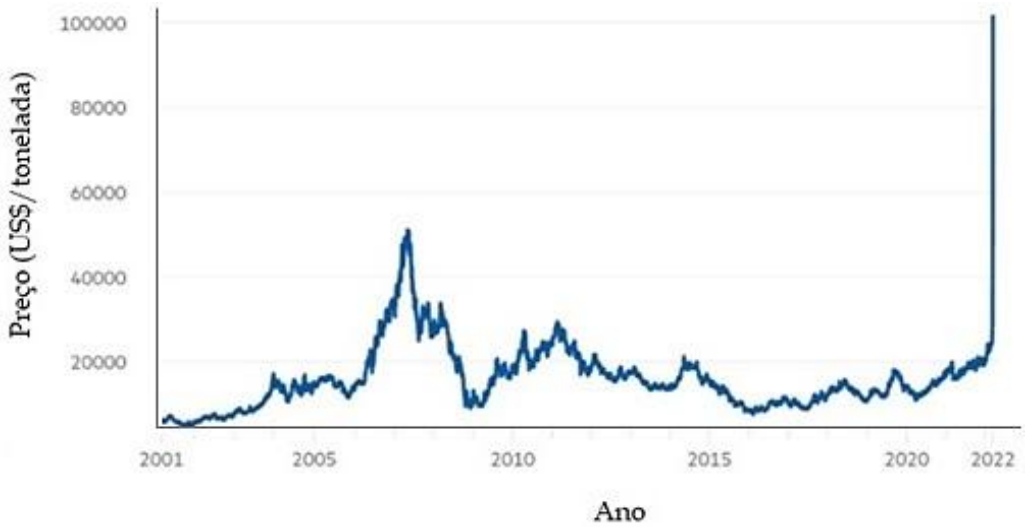


Fonte: Adaptado de VANDER VOORT et al., 2004.

3.1.2. Características dos Aços Inoxidáveis Duplex

Com novas demandas no mercado, assim como escassez de recursos na natureza, tal qual o níquel, o aço inoxidável duplex se tornou foco de pesquisa, por reduzir a quantidade desse elemento em sua composição química, uma vez que seu custo teve grande aumento durante os últimos anos. Na Figura 7 é possível analisar o incremento no custo do níquel por tonelada de aproximadamente US $6.000 no ano de 2001 para US $100.000 em 2022 (PAN et. al., 2020; MARTCHEV, 2022). Mesmo sendo esse último número uma marca ultrapassada brevemente em um único dia, justificada principalmente pela Guerra da Rússia e Ucrânia, é possível ilustrar a supervalorização desse material metálico nas últimas décadas.

Figura 7- Preço do níquel (US$/tonelada).



Fonte: MARTCHEV, 2022.

O objetivo com o desenvolvimento do aço inoxidável duplex foi reduzir o custo do aço inoxidável austenítico e também atender à necessidade do mercado de um material com maior desempenho. E isso é possível com a adição de manganês e nitrogênio, sendo que o Mn, além de ser um elemento gamagêneo (KRAUSS, 2015), estabilizador da austenita, também apresenta um custo aproximadamente 80% inferior ao do níquel. Em vista disso, por meio de um novo design de liga com a redução e substituição do níquel por manganês e nitrogênio nos aços inoxidáveis duplex, pode-se controlar a estabilidade e a energia de falha de empilhamento da austenita. O nitrogênio entra como um soluto intersticial na matriz, favorecendo a resistência mecânica do material pelo endurecimento por solução sólida. Ademais, esses elementos químicos combinados aumentam a estabilidade do filme do óxido, o que beneficia a resistência à corrosão localizada, principalmente onde a corrosão é mais intensa, como em ambientes marinhos. (GARDIN et al., 2019; MARTCHEV, 2022; PAN et. al., 2020).

Como forma de comparação sobre a diminuição e substituição do níquel entre os tipos de famílias de aços, na Tabela 1 são mostradas as análises químicas de dois aços, o aço inoxidável austenítico AISI 304 e o aço inoxidável duplex SAF 2205.Observa-se a diminuição da porcentagem de níquel entre o AISI 304, 8,02% (PANCIKIEWICZ et al., 2020), e o SAF 2205, 5,3% (BAHARZADEH et al., 2019). Também há a adição do nitrogênio, o qual não foi identificado no aço inoxidável austenítico e, por outro lado, está presente com 0,2% no aço inoxidável duplex. Já o

manganês, na verdade, foi encontrado em maior presença no AISI 304, com 1,95%, enquanto que no SAF 2205, 1,6%.

Tabela 1 - Análise química do AISI 304 e SAF 2205.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu
AISI 304	0,050	0,590	1,950	0,009	0,003	18,020	8,020	0,040	-	0,120
SAF 2205	0,030	1,000	1,600	0,030	0,020	22,400	5,300	1,600	0,200	-

Fonte: Adaptado de PANCIKIEWICZ et al., 2020; BAHARZADEH et al., 2019.

O aço inoxidável duplex é uma liga ferro-cromo-níquel (Fe-Cr-Ni) com microestrutura bifásica, ou seja, com proporções em geral aproximadamente iguais de ferrita e austenita, em que o menor teor de uma das fases deve ser maior ou igual a 25%, à vista disso, essa família de aços é também denominada austeno-ferrítica (FALKLAND et al., 2011). A combinação de 50% de ferrita e 50% de austenita é apontada como a relação ideal para obter as melhores resistências à corrosão e equilíbrio de propriedades mecânicas da ferrita e austenita. A ferrita contribui para resistência mecânica: em tração, o limite de elasticidade e a dureza do material, enquanto a austenita contribui para a resistência à corrosão e a tenacidade (ALVAREZ-ARMAS, 2008; GARDIN et al., 2019; GUNN, 1997).

A composição química de um aço duplex é caracterizada pela sua baixa porcentagem de carbono (< 0,03%), alto teor de cromo (24-27%) e presença de níquel (2-8%), molibdênio (3-5%), manganês (1,6%) e nitrogênio (0,2-0,4%), podendo ainda ter cobre e/ou tungstênio (0-2%) (BIEZMA et al., 2021), os quais podem ser adicionados para realizar o balanço microestrutural e acrescentar nas propriedades mecânicas e resistência à corrosão. O balanço da estrutura mista é possível pela presença de elementos estabilizadores de ambas as fases, níquel e nitrogênio estabilizando a estrutura cúbica de faces centradas (CFC), austenita, enquanto cromo e molibdênio estabilizam a matriz cúbica de corpo centrado (CCC) da liga, ferrita (GARDIN et al., 2019; KRAUSS, 2015).

Uma microestrutura austeno-ferrítica pode permitir que o aço inoxidável duplex alcance valores de até duas vezes maiores de resistência se comparada com uma microestrutura apenas austenítica (ZUCAS, 2013), sendo possível grande economia

de peso ao substituir a segunda pela primeira liga. Além disso, devido à excelente resistência à corrosão, a vida útil de um componente também pode ser estendida, quando substituído por um aço inoxidável duplex. As características dessa família de aço são atrativos econômicos, para segurança do trabalho e, até mesmo, ambientais, visto que é necessário realizar menos manutenções em ambientes insalubres e também menos trocas de equipamentos, utilizando assim menos matéria prima e poupando recursos ambientais finitos.

De acordo com o Instituto Aço Brasil (2013), existe também a possibilidade de reciclagem desse material, podendo ser retornado à cadeia produtiva como matéria-prima infinitas vezes sem perder a qualidade, fazendo dele um dos produtos mais reciclados do mundo. As vantagens ambientais da reciclagem na indústria do aço são amplas, englobando redução das emissões de gases do efeito estufa, redução do uso de matérias-primas não renováveis, com os benefícios se estendendo para o impacto social positivo, devido à geração de empregos desde a coleta da sucata até o processamento e transporte. Na Tabela 2 é exibida a comparação da energia (Giga Joule) utilizada para produzir uma tonelada de aço inoxidável em três cenários diferentes e também a liberação de gás carbônico nesses mesmos contextos (JEREMIAH JOHNSON et al., 2008).

Tabela 2 - Energia utilizada e liberação de CO2 para produzir uma tonelada de aço inoxidável.

Cenário	Energia para produzir 1 Mt	Emissão de CO_2
1	53 GJ	3,6 t
2	79 GJ	5,3 t
3	26 GJ	1,6 t

Fonte: Adaptado de JEREMIAH JOHNSON et al., 2008.

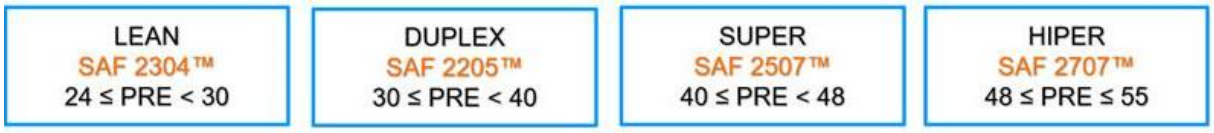
O primeiro cenário quantifica a energia utilizada para a produção de uma tonelada considerando as operações médias globais, 53 GJ, e liberação de 3,6 toneladas de CO_2 para essa atividade. Já o cenário 2 representa a energia necessária para fabricar uma tonelada de aço inoxidável utilizando apenas materiais virgens, 79 GJ, e emissão de 5,3 toneladas de gás carbônico. Por fim, o cenário 3 retrata ser preciso 26 GJ e 1,6 toneladas de CO_2 para produzir uma tonelada de aço inoxidável

100% reciclado. Todos os valores foram calculados com base no início do ano 2000. Caso fosse possível fabricar os aços inoxidáveis exclusivamente a partir de sucata, seria poupada aproximadamente 70% de energia e de liberação de gás carbônico no meio ambiente (JEREMIAH JOHNSON et al., 2008).

As aplicações dos aços inoxidáveis duplex são as mais diversas possíveis, principalmente em meios onde se exige resistência à corrosão intergranular por pites, tais como as indústrias de óleo e gás, produção de papel e celulose, fabricação de navios e estruturas a mar aberto, fabricação de estruturas reforçadas de concreto, tratamento de água, indústria química, plantas de dessalinização e transporte (GARDIN et al., 2019; VERMA et al., 2017). Alguns exemplos de produtos feitos de aço inoxidável duplex são: plataformas de petróleo, sistemas de água potável, refinarias, navios cargueiros, caminhões-tanque, trens, tubulações, tanques destinados a líquidos corrosivos aquecidos, componentes absorvedores de energia mecânica em veículos, vasos de pressão, trocadores de calor, postes de iluminação de ruas, fachadas e pontes (APERAM, 2022).

Na Figura 8 é demonstrado esquematicamente como o Equivalente de Resistência a Pite (PRE) é utilizado para classificar os diferentes tipos de aço inoxidáveis duplex que existem. Ligas com PRE entre 24 e 30 são denominados aços inoxidáveis *lean* duplex, aços inoxidáveis entre 30 e 40 são classificados como duplex, materiais entre 40 e 48 são conhecidos como aços inoxidáveis super duplex e, por fim, as ligas com referências entre 48 e 55 são os aços inoxidáveis hiper duplex (BELUCHE e MOTA, 2022).

Figura 8- Classificação dos aços inoxidáveis duplex pelo PRE.



Fonte: BELUCHE e MOTA, 2022.

O aço inoxidável *lean* duplex é uma alternativa eficaz para substituir o aço inoxidável austenítico AISI 304 e AISI 316, principalmente pela redução de custos de produção, já que tem menores teores de níquel e molibdênio do que as outras classes de duplex. E para manter a fração volumétrica de ferrita e austenita similar, o lean duplex possui maiores porcentagens de outros elementos químicos, assim como magnésio e nitrogênio. Em adição à redução de preço, o *lean* duplex também tem sido

uma alternativa eficiente devido à sua maior resistência mecânica e à corrosão, permitindo também menor espessura da peça, contraposto ao AISI 304 e AISI 316. Nos últimos anos o aço inoxidável *lean* duplex tem sido aplicado em ambientes que requerem estabilidade térmica em temperaturas intermediárias, assim como usinas de energia. Está disposta na Tabela 3 a composição química do aço UNS S82441 (aço *lean* duplex 2404) conforme trabalho de SILVA et al. (2021).

Tabela 3 - Composição química do aço inoxidável lean duplex 2404.

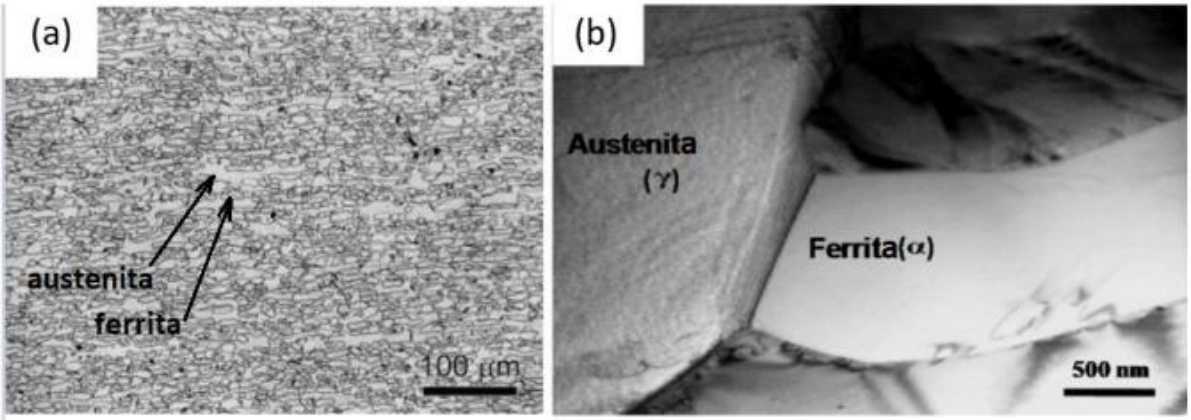
Material	C	S	N	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	Cu	P
UNS S82441	0,023	0,005	0,280	24,360	3,490	2,750	1,600	0,410	0,500	0,021

Fonte: Adaptado de SILVA et al., 2021.

O aço inoxidável duplex possui vantagens parecidas e melhores quando equiparado ao aço inoxidável *lean* duplex. Com um Equivalente de Resistência a Pite mais alto do que esse último, realmente é de se esperar uma resistência à corrosão maior.

Nas Figuras 9 (a) e 9 (b) são apresentadas imagens obtidas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de transmissão, respectivamente, de aços inoxidáveis duplex (TOTAL MATERIA, 2022; VERMA et al., 2017), nas quais podem ser constatados os grãos de austenita (Y) e de ferrita (α) no material bifásico, reforçando a natureza bifásica do material.

Figura 9 - Microestrutura do aço inoxidável duplex.



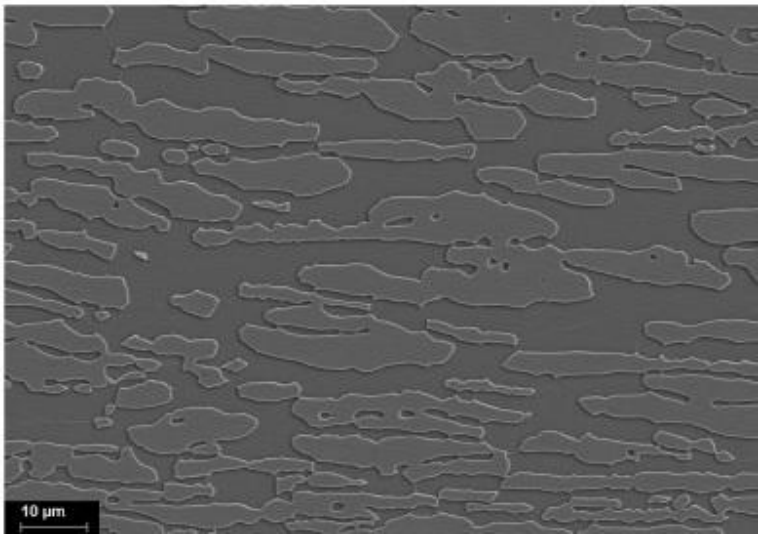
a- MO; b – MET
Fonte: TOTAL MATERIA, 2022; VERMA et al., 2017.

Seguindo a mesma ideia, como é representado na Figura 8, o aço inoxidável super duplex tem maior PRE do que o aço inoxidável lean duplex e duplex, isso pela maior porcentagem de elementos de liga, como alto cromo, molibdênio, níquel e nitrogênio, que também proporciona excelente resistência à corrosão por pite e em fresta. Logo, o aço inoxidável super duplex possui excepcionais resistência à corrosão e propriedades mecânicas, sendo o foco de estudo no presente trabalho.

Os instrumentos de aço inoxidável super duplex são projetados para aplicações severas que necessitam suportar altas cargas em ambientes extremamente corrosivos, tal qual em processos químicos, petroquímicos e equipamentos de água do mar.

Na Figura 10 é ilustrada a microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 (UNS S32750). Segundo o estudo de QI et al. (2018), a imagem revela que a fase austenita está embutida na matriz de ferrita contínua. As frações volumétricas de ferrita e austenita do material indicado são 48,7% e 51,3%, respectivamente. O limite de resistência à tração desse material do artigo é 920 MPa, limite de escoamento 686 MPa e alongamento 30%. Os valores apresentados por QI et al. (2018) estão entre os intervalos solicitados pela norma, conforme Datasheet da Sandvik (2016), como é possível verificar na Tabela 4.

Figura 10 - Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 - MEV.



Fonte: Adaptado de QI et al., 2018.

Tabela 4 - Propriedades mecânicas do SAF 2507.

Limite de escoamento (MPa)		Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HRC)
Rp0.2*	Rp1.0*	Rm	A**	
≥ 550	≥ 640	800-1000	≥ 25	≤ 32

* Corresponde a 0,2% e 1,0% de deslocamento, respectivamente.

** Baseado em L = 5,65*S^(1/2), em que L é o comprimento original e S a área da secção tranversal da amostra original.

Fonte: Adaptado de SANDVIK, 2016.

O desafio de desenvolver novos aços inoxidáveis duplex é, além de obter melhores propriedades mecânicas e resistência ao desgaste, controlar o risco de formação de fases deletérias. Nesse sentido, o aço inoxidável hiper duplex foi desenvolvido, a fim de atender as demandas do mercado. PRE (*Pitting Resistance Equivalent*, Equivalente de Resistência à Pitee) e CPT (*Critical Pitting Temperature*, Temperatura Crítica de Pite) extremamente altos, assim como os valores do limite de resistência a tração e limite de resistência à fadiga, permitindo que essa classificação de aços duplex seja usada em áreas onde a alta resistência à corrosão e serviço a alta temperatura são necessários. Essa boa combinação torna possível reduções consideráveis em espessura de produtos, diante disso, redução de peso em aplicações como os umbilicais submarinos são plausíveis. A escolha do hiper duplex nessas situações garante confiabilidade, segurança no trabalho e aumento da vida útil do equipamento. Chail e Kangas (2016) demonstram a diferença de se utilizar diferentes materiais duplex na Tabela 5.

Tabela 5 - Exemplo de economia de peso entre troca de aços duplex.

Grau do aço	Espessura da parede (mm)	Redução da espessura (%)	Economia de peso (%)
Sandvik SAF 2507	2,56		
Sandvik SAF 3207HD	1,66	21	22

Fonte: Adaptado de CHAIL e KANGAS, 2016.

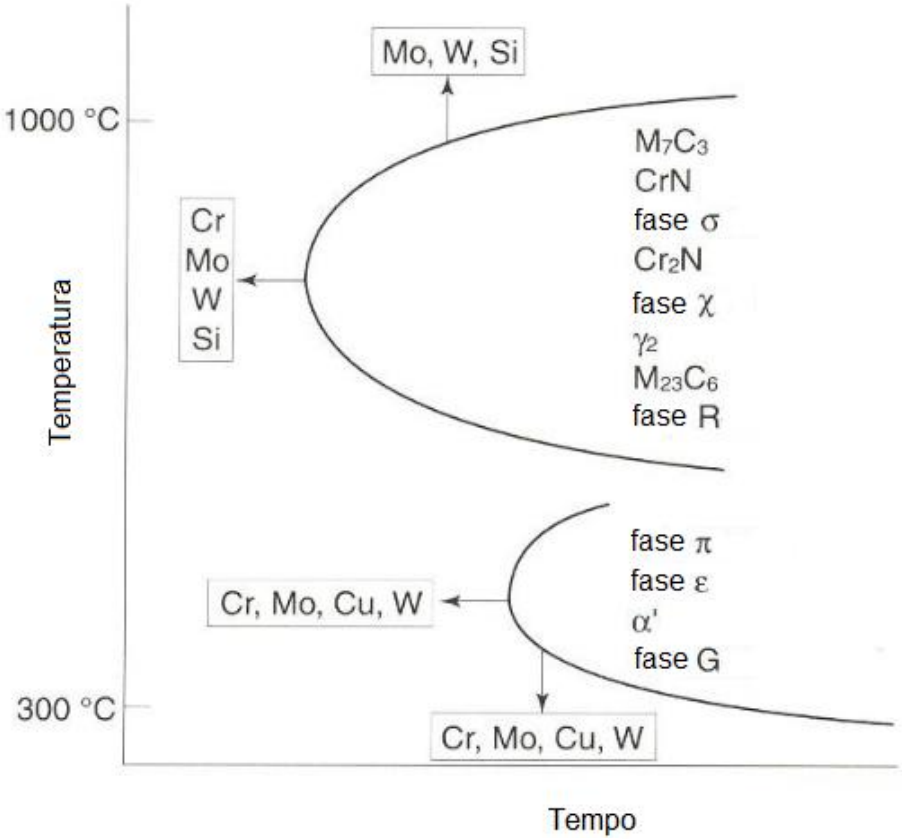
A exploração de petróleo se encaminha para águas cada vez mais profundas, com pressões mais altas, ou seja, ambientes que exigem materiais com maior resistência à corrosão. Desde 1993 o material utilizado para essa aplicação era o aço inoxidável super duplex, porém, com as mudanças no meio, também são necessárias mudanças nos produtos desse meio e isso foi exemplificado por Chail e Kangas (2016). A substituição do material dos umbilicais submarinos de SAF 2507 (aço

inoxidável super duplex) para SAF 3207 (aço inoxidável hiper duplex) resultou em uma redução de 21% na espessura na parede da tubulação, que possui um diâmetro interno de 12,70mm, e uma redução de 22% no peso.

3.1.3. Fases Deletérias Desenvolvidas nos Aços Inoxidáveis Duplex

A microestrutura ideal dos aços inoxidáveis duplex, representada pelos diagramas de Transformação Tempo Temperatura (TTT) e de Schaeffler, como na Figura 11 (IACOVIELLO et al.,2008; TOTAL MATERIA, 2012), é praticamente impossível de se adquirir durante o processo de fabricação, porque é intensamente alterada quando submetida a ciclos térmicos, tais como operações de soldagem, tratamentos térmicos e processos mecânicos e termomecânicos, processos esses muito comuns e corriqueiros no mundo dos aços. Este desenvolvimento contínuo com adição de elementos de liga, com melhores propriedades mecânicas e resistência ao desgaste gera grandes benefícios em suas aplicações, porém esses benefícios vêm com desvantagens inevitáveis em consequência das instabilidades microestruturais que os próprios elementos provocam. Esse ponto negativo é a fragilização da microestrutura, levando-a a uma diminuição da ductilidade e das propriedades anticorrosivas do metal (BIEZMA et al., 2021). Para não induzir precipitação de fases secundárias nas fases de ferrita e austenita da matriz, todos os elementos de liga devem ser dissolvidos, e como isso não é o que acontece sempre (COJOCARU et al., 2020), os aços inoxidáveis duplex têm alta tendência a formar fases secundárias intermetálicas Fe-Cr-Mo em faixas de temperatura entre 350 °C e 1100 °C, são elas: fase sigma (σ), fase chi (χ), nitretos de cromo (CrN e Cr_2N), carbonetos e outras fases deletérias menos comum, como a fase pi (π) e a fase R (BIEZMA et al, 2021). As duas fases intermetálicas mais presentes nos aços inoxidáveis são: fase σ e χ. Todas as fases aqui comentadas estão indicadas no diagrama TTT na Figura 11 (IACOVIELLO et al., 2008).

Figura 11 - Diagrama TTT de aços inoxidáveis duplex com as fases deletérias.



Fonte: Adaptado de IACOVIELLO et al., 2017.

Qualquer fase depende do tempo, temperatura e composição química do aço para se precipitar e isso não é diferente para as fases secundárias intermetálicas, em que cada uma delas tem uma cinética e propensão de formação relacionada a essas três variáveis. Da mesma forma que uma fase deletéria depende de tempo, temperatura e composição química para formar, é possível controlar ou mudar alguma dessas variáveis para evitar a difusão dos elementos de liga e, portanto, seu desenvolvimento. A primeira faixa de temperatura crítica (porção mais acima no gráfico) está entre 500 °C e 1100 °C e abrange a formação de carbonetos (M_7C_3 e $M_{23}C_6$), nitretos (Cr_2N e CrN), austenita secundária, fase sigma, fase chi e fase R. A segunda faixa de temperatura crítica está entre 350 °C e 500 °C, com um nariz a aproximadamente 475 °C. Nessa área há chance de gerar a fase pi, fases G e a decomposição espinodal de ferrita alfa e ferrita alfa linha (IACOVIELLO et al., 2008). À vista disso, os aços inoxidáveis duplex têm uma limitação de aplicações a temperatura abaixo de 300 °C, mesmo o fenômeno da fragilização ocorrendo com maior potência em temperaturas acima de 475°C.

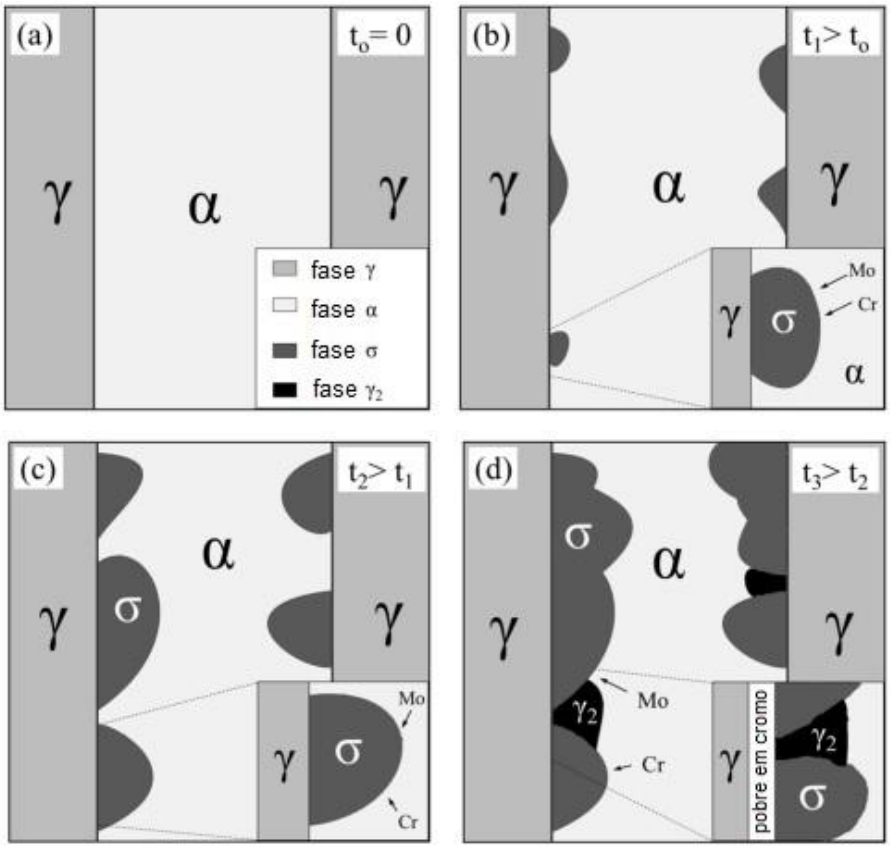
A fase sigma é de alto interesse visto que, mesmo quando presente em baixas quantidades, pode causar considerável diminuição da ductilidade pela sua natureza frágil, provoca instabilidade química na microestrutura duplex e aumenta a tendência ao desgaste corrosivo, uma vez que acumula elementos de liga, como cromo e molibdênio, importantes constituintes resistentes à corrosão, justificando 50% das falhas nos aços inoxidáveis duplex envolverem sua presença (BIEZMA et al., 2021). Em adição aos aspectos técnicos comentados, dentre as fases mencionadas, a fase σ será tratada com destaque em virtude de ser um dos assuntos principais do presente trabalho.

A fase σ é uma fase intermetálica muito dura, formada com trinta átomos por célula unitária, termodinamicamente estável, constituída pelo sistema Fe-Cr-Mo, enriquecida em Cr e Mo e com estrutura cristalina tetragonal. Possui composição química Cr_6Fe_7, com 30% de cromo, 4% de níquel e 7% de molibdênio (BIEZMA et al., 2021; COSTA; 2022). Ao se constituir, ela capta esses elementos químicos das fases vizinhas (cem vezes mais na fase ferrita do que austenita) formando regiões empobrecidas de cromo, favorecendo assim a corrosão localizada (GARIN et al., 2009). As temperaturas de precipitação da fase sigma variam entre 600 °C e 1000 °C, dependendo do aço inoxidável em questão, faixa na qual a ferrita pode se transformar em austenita e/ou sigma. O aço inoxidável duplex com fase sigma presente pode ser considerado um aço inoxidável triplex, já que não tem apenas a presença da fase ferrita e austenita, mas também da fase σ (GARIN et al., 2009).

Na Figura 12 é exposto o mecanismo de nucleação da propagação da fase sigma no aço inoxidável duplex. Ela nucleia em áreas de alta energia, como falhas de empilhamento, contornos de grãos, discordâncias e heterogeneidades químicas. No tempo 0 (Figura 12 a) tem-se as fases ferrita (α) e austenita (γ), sem presença de fase σ. No tempo 1 (Figura 12 b) é iniciada a nucleação da fase sigma na interface entre ferrita e austenita, evidenciando a difusão de cromo e molibdênio da ferrita para a fase σ. No tempo 2 (Figura 12 c) há o crescimento da fase sigma e no tempo 3 (Figura 12 d) essa propagação continua, resultando na junção com outras porções nucleadas de fase σ, conduzindo também a concentração de níquel ao redor, consequentemente formando austenita secundária (γ_2) entre a fase sigma, austenita e ferrita, gerando uma região de empobrecimento de cromo (BIEZMA et al., 2021, MAAMACHE et al., 2020). O valor de 31,1% foi a máxima porcentagem de fase σ encontrada em um aço

duplex UNS S322205 após envelhecimento a 850 °C por 135 minutos (BIEZMA et al, 2013).

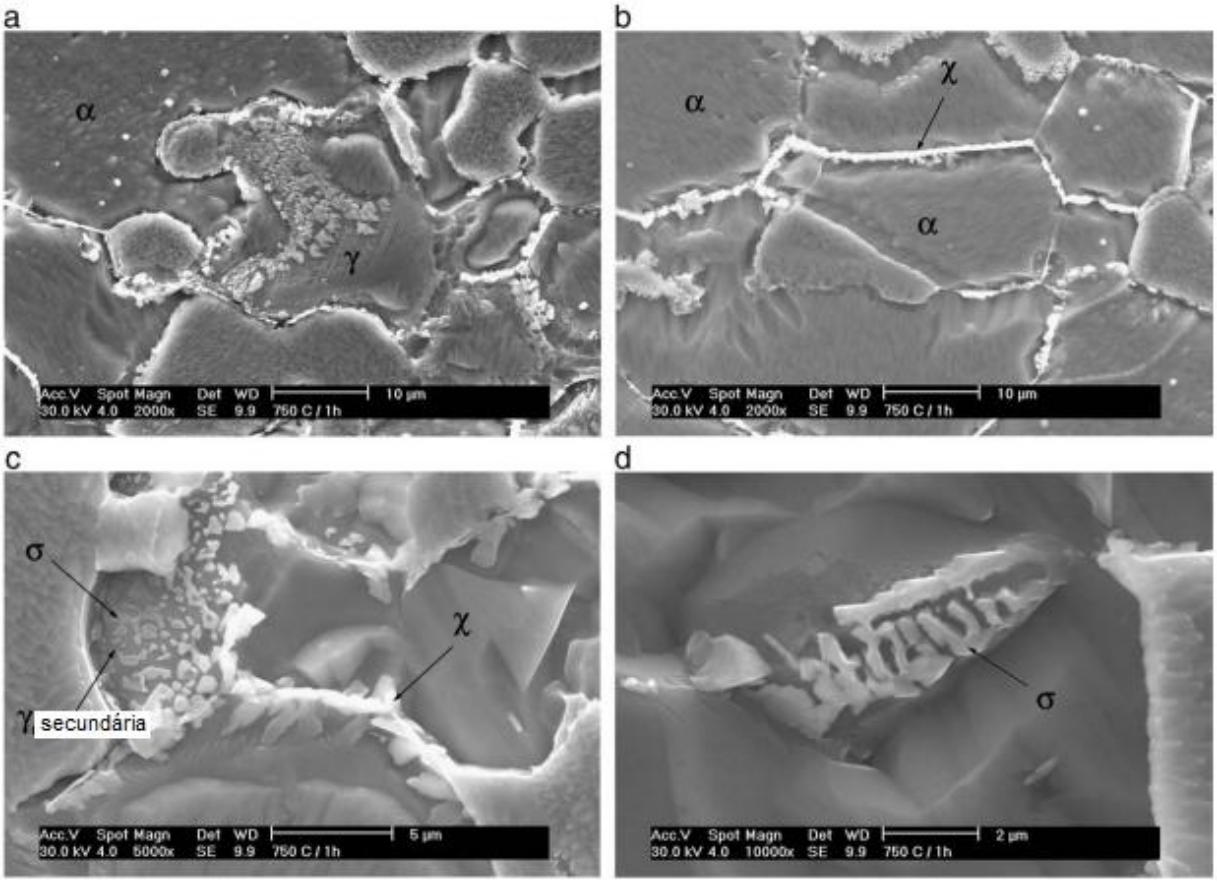
Figura 12 - Nucleação e propagação da fase σ em aços inoxidáveis duplex.



(a) Nucleação no tempo zero, (b) tempo 1, (c) tempo 2, (d) tempo 3.
Fonte: Traduzido de BIEZMA et al., 2021.

Na Figura 13 é apresentada a microestrutura de um aço inoxidável duplex submetido a envelhecimento a 750 °C por uma hora, evidenciando a presença de austenita, ferrita, fase σ e fase χ. As fases σ e χ se originam principalmente a partir da ferrita, acompanhadas pela formação de austenita secundária como consequência da decomposição da matriz ferrítica em fases intermetálicas (ESCRIBA et al., 2009). Ambas as fases intermetálicas, σ e χ, apresentam morfologia irregular, caráter frágil e ocorrem predominantemente nos contornos de grão.

Figura 13 - Micrografia do aço inoxidável super duplex - MEV.

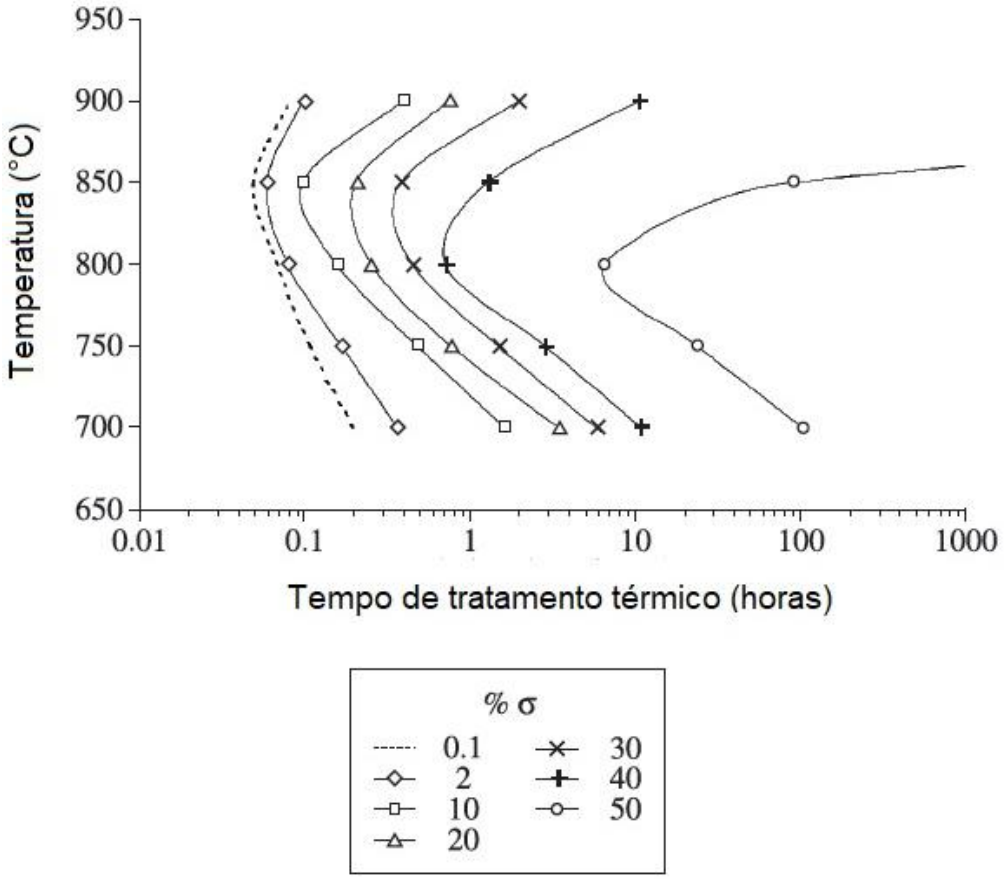


(a) Micrografia revelando austenita e ferrita, (b) ferrita e fase chi, (c) austenita secundária, fase sigma e fase chi, (d) fase sigma.

Fonte: Traduzido de ESCRIBA et al., 2009.

Na Figura 14, Magnabosco (2009) apresenta o diagrama TTT (Tempo-Temperatura-Transformação) para o aço inoxidável duplex SAF 2205, evidenciando a formação da fase σ em função do tempo de exposição e da temperatura de tratamento térmico. Observa-se que a cinética de precipitação da fase σ é mais acelerada na faixa de temperaturas entre aproximadamente 800 e 850 °C, região em que o tempo necessário para alcançar quantidades significativas de σ (acima de 10%) é consideravelmente reduzido. Em temperaturas mais baixas, a formação da fase σ ocorre de maneira mais lenta, exigindo longos tempos de exposição, enquanto em temperaturas acima de 900 °C a precipitação tende a ser suprimida devido à maior estabilidade da ferrita. Nota-se também que, em condições intermediárias de tempo e temperatura, pode-se atingir teores elevados de fase σ (até 50%), o que evidencia a criticidade do controle térmico durante processos de fabricação e serviço.

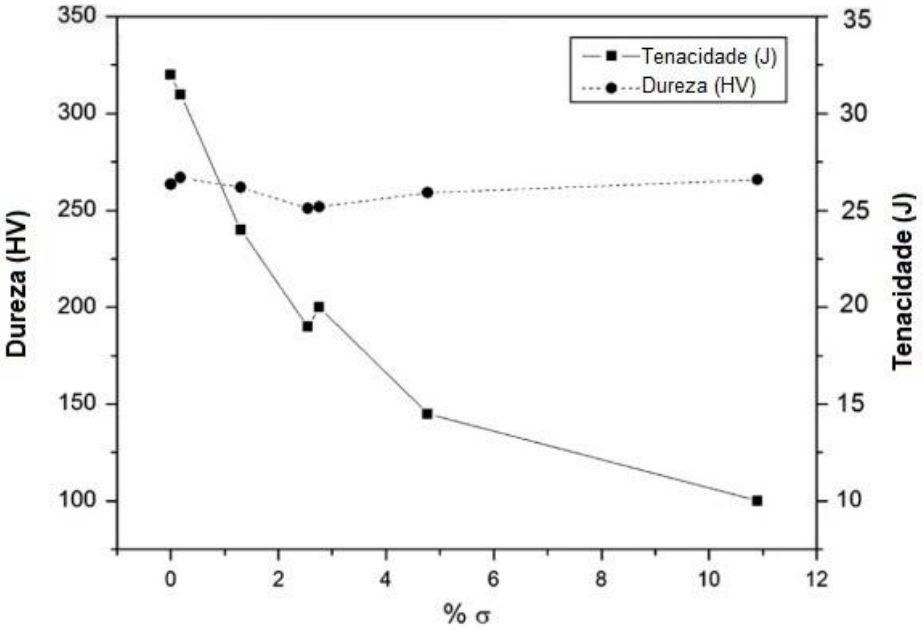
Figura 14 – Diagrama TTT do aço inoxidável duplex com diferentes % de fase sigma.



Fonte: Traduzido de Magnabosco, 2009.

Na Figura 15 são exibidos resultados obtidos por Tavares et al. (2010) mostrando a variação de dureza e tenacidade, eixo y, com a porcentagem de fase σ, eixo x, em amostras do aço UNS S31803 sem deformação prévia com tratamento térmico de envelhecimento a uma temperatura de 800 °C de 5 até 30 minutos. Pouca modificação na quantidade de fase sigma provoca uma variação relevante na tenacidade do material e não muita influência na dureza. A tenacidade do aço inoxidável duplex UNS S31803, apenas com a microestrutura bifásica, é de aproximadamente 32J, e com a formação de 12% de fase sigma na matriz, esse valor diminui mais de três vezes e passa a ser inferior a 10J.

Figura 15 - Variação de tenacidade e dureza com % de fase sigma.



Fonte: Traduzido de Tavares et al., 2010.

Hosseini et. al. (2018) identificaram que a precipitação de apenas 5% de fase sigma em um aço SAF 2507 resulta na redução de aproximadamente 80% na tenacidade do material e uma queda de 25% na resistência à corrosão

A presença de carbonetos, nitretos de cromo e austenita secundária induzem a formação de fase sigma, em virtude dos níveis de certos elementos químicos presentes nessas fases secundárias intermetálicas. A fase chi com frequência é formada antes da fase σ e, por conseguinte, também facilita a nucleação da fase σ. A fase χ é uma estrutura cúbica ordenada instável termodinamicamente, podendo precipitar entre as temperaturas de 750 °C e 850 °C e com composição $Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$ ou $Fe_{36}Cr_{12}Mo_3Ti_7$. A fase chi (χ), assim como a sigma, é frágil e, na maior parte das vezes, indesejável em um aço inoxidável duplex por comprometer tanto a resistência à corrosão quanto a tenacidade do material. (BIEZMA et al., 2021; MAGNABOSCO, 2001; LLORCA-ISERN et al., 2016).

São poucos trabalhos que estudaram a possível influência benéfica da fase sigma nos aços inoxidáveis duplex principalmente quando aplicados a altas temperaturas (WANG et. al., 2019; YALÇINER, GEÇÜ, KISASÖZ e KARAASLAN, 2021; FARGAS, MESTRA E MATEO, 2013). Assim sendo, este trabalho irá aprofundar nesta área ainda pouco abordada no meio acadêmico, sobre a influência

da fase σ na resistência ao desgaste dos aços inoxidáveis super duplex a temperaturas elevadas.

3.2. Desgaste

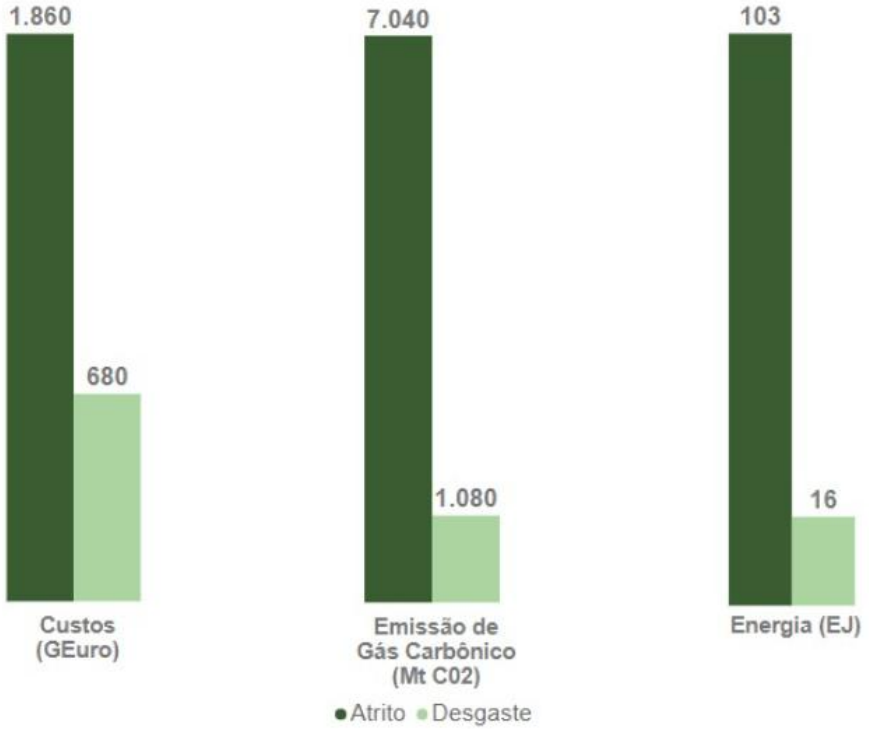
3.2.1. Fenômeno e Tipos de Desgaste

Em geral, as falhas em estruturas e componentes mecânicos podem ocorrer por meio de desgaste, sendo este fenômeno indesejável em muitas situações de engenharia. O desgaste ocorre em diferentes situações no dia a dia, como em mancais, britadores, rolamentos, conjuntos pistão e cilindro, vedações, engrenagens, freios, sapatos, facas, roupas, móveis, escadas e no corpo humano, como em articulações no quadril, joelho ou cotovelo. Em todos os exemplos há o movimento relativo entre uma superfície e a outra no chamado tribossistema e esses contatos são necessários para que ocorra o movimento, porém, em muitas vezes o desgaste entre o corpo e contra corpo é algo que precisa ser controlado, visto que gera perdas (debris, calor, vibração e ruído) e isso pode ser evitado, sem interferências nas saídas úteis do sistema tribológico (movimento e energia) (ZUM GAHR, 1987).

O investimento em pesquisa, ensino e aplicação de conceitos de tribologia pode trazer benefícios para quem emprega esses conhecimentos, para a indústria, para o consumidor e para o mundo. Na Figura 16 é mostrado, segundo Holmberg e Erdemir (2017), a energia, custo e emissão de CO_2 global gastos pelo desgaste e para superar atrito, reforçando que onde há atrito, também há desgaste. O impacto das perdas por desgaste é de $16x10^{18}$ Joules, 680.000 milhões de Euro e 1080 milhões de toneladas de gás carbônico no meio ambiente. Isto significa que existe ampla oportunidade de redução de energia, dinheiro e poluição por meio do conhecimento sobre atrito e desgaste. Em diversas situações, é desejável controlar o atrito e o desgaste de materiais. Em rolamentos, engrenagens e cames, busca-se minimizar esses efeitos por meio de lubrificação e revestimento. Em contraste, em aplicações como borrachas de apagar texto, a adesão é fundamental, enquanto em freios, sapatos, pneus e rodas de trem, utiliza-se materiais resistentes ao desgaste para maximizar o atrito. Por fim,

em casos como lápis e lubrificantes sólidos, empregam-se materiais de sacrifício para reduzir o atrito e prolongar a vida útil (STACHOWIAK e BATCHELOR, 2005).

Figura 16- Energia, custo e emissão de CO2 devido ao atrito e ao desgaste.



Fonte: Adaptado de Holmberg e Erdemir, 2017.

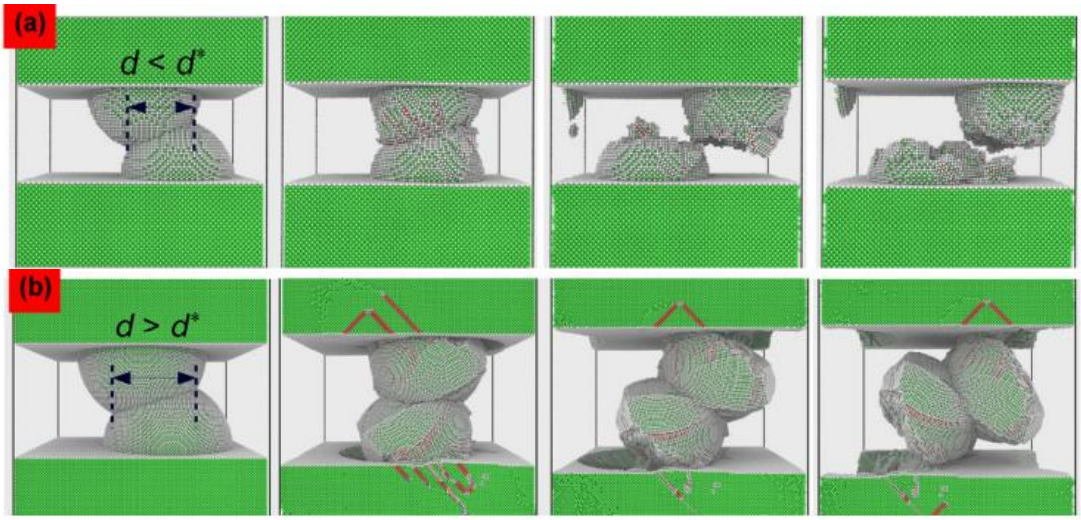
Desgaste ocorre quando há perda progressiva de material ou alteração na superfície de um corpo sólido, em consequência à ação mecânica, contato e movimento relativo de encontro a um sólido, líquido ou gás. Os processos de desgaste podem ser nominados de acordo com critérios como: variações operacionais envolvidas na situação de desgaste, mecanismo físico de remoção de material e aparência das superfícies desgastadas (HUTCHINGS e SHIPWAY, 2017 e ZUM GAHR, 1987). Esses critérios classificam os desgastes em: desgaste por abrasão, por adesão, por fadiga, por erosão e por corrosão. Em geral, o desgaste do material não ocorre por meio de um único mecanismo, sendo responsável por 70% da falha e perda relativa de materiais, conforme demonstrado na Figura 17 (RABINOWICZ, 1985).

Figura 17 - Causas de falha de materiais.

Fonte: Adaptado de RABINOWICZ, 1985.

O desgaste adesivo ocorre quando ambas as superfícies se movimentam entre si com pressão local alta e velocidade de deslizamento baixa, gerando deformação plástica. Na ausência de lubrificantes, as asperezas sofrem solda a frio nas junções, com possível rompimento dessas, e quando isso ocorre há a transferência de material da superfície menos dura para a mais dura. Na Figura 18 é demonstrado, segundo Molinari et al. (2018), dois tipos de mecanismos de desgaste adesivo distintos. Eles estudam a influência do comprimento crítico (d*) da aspereza das superfícies em contato. Na Figura 18 (a) está ilustrado o desgaste adesivo por deformação plástica e na Figura 18 (b) está exemplificada a formação de detritos por fratura. A tendência da adesão depende das propriedades química e física entre as superfícies de contato. Além da força da ligação, o tamanho e a aspereza da junção também ditam o tipo de desgaste adesivo e é isso que d* de Molinari et al. (2018) considera.

Figura 18 - Simulação numérica de dois mecanismos de desgaste adesivo.

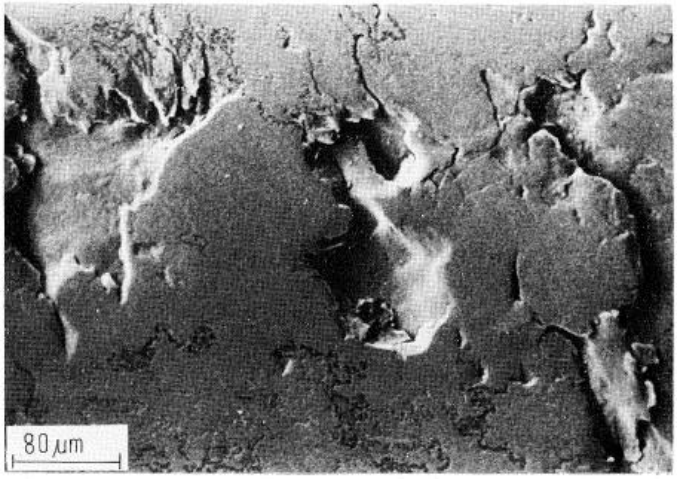


(a) Desgaste adesivo por deformação plástica, (b) por fratura.
Fonte: MOLINARI et al., 2018.

O desgaste por fadiga é caracterizado pela formação de trincas e descamação de material em virtude da ação repetitiva de tensões cíclicas nas superfícies em contato por deslizamento ou rolamento.

A corrosão é um desgaste por reação triboquímica com remoção e nova formação de produtos de reação química em consequência da interação da superfície com um ambiente corrosivo ou oxidativo, gasoso ou líquido. Filmes de óxido em metais podem ser danificados ou mesmo removidos pelo movimento relativo entre as superfícies. Em tal cenário, uma perda dessa camada pode resultar tanto em um desgaste mecânico quanto em uma corrosão acelerada. A aceleração da corrosão depende de variáveis como a composição química dos materiais de contato, as características do ambiente, a carga aplicada e o potencial corrosivo do eletrodo (BATENI et al., 2006; HUTCHINGS e SHIPWAY, 2017 e ZUM GAHR, 1987). Na Figura 19, uma imagem obtida por microscópio eletrônico de varredura (MEV) ilustra a formação de pites em um aço cementado com dureza 60 HRC. Essa formação de pites é resultado do movimento relativo entre as peças de contato, e é um exemplo de desgaste corrosivo por pite (ZUM GAHR, 1987).

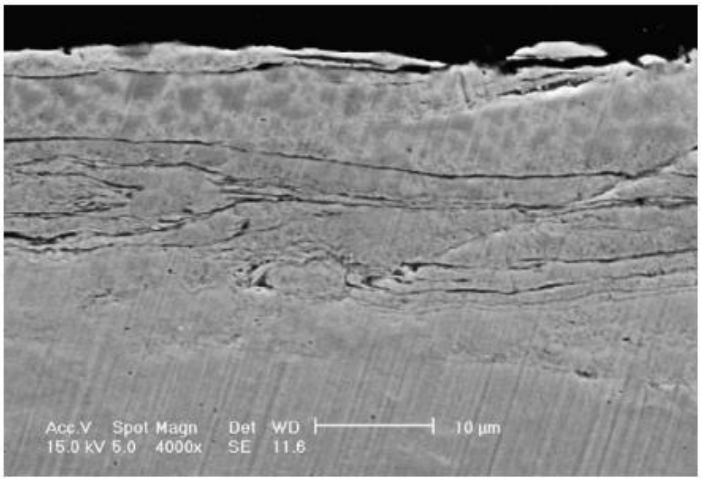
Figura 19 - Desgaste corrosivo por pite de um aço cementado - MEV.



Fonte: ZUM GAHR, 1987.

Na Figura 20 é exibida por Bateni et al. (2006) uma amostra de aço carbono AISI 1045 com trincas após estar exposto a um ambiente com cloreto de sódio com carga de 71N. O meio corrosivo reduz as forças de atrito entre as duas superfícies e favorece o desgaste.

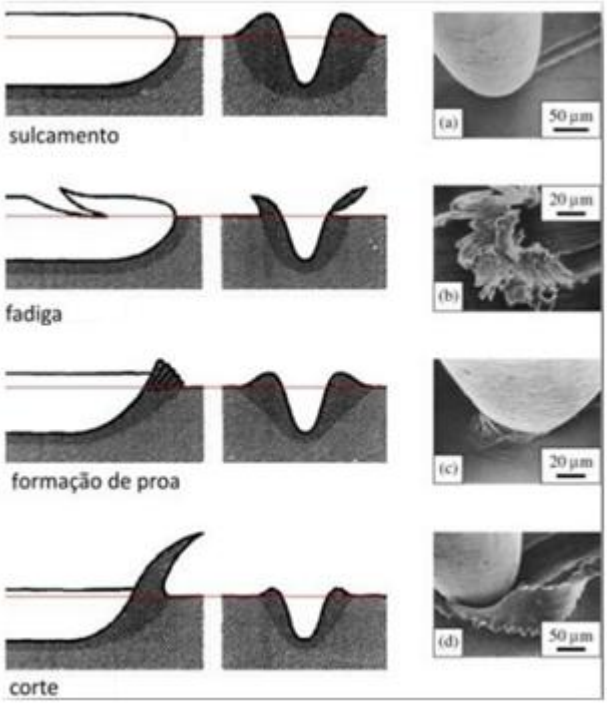
Figura 20 - Seção transversal da amostra de AISI 1045 sob teste de corrosão - MEV.



Fonte: BATENI et al., 2006

O desgaste abrasivo é um dos mecanismos mais encontrados na indústria, sendo caracterizado pela remoção de material por riscamento, gerado por partículas ou protuberâncias duras (detritos) que se movimentam contra uma superfície sólida, podendo ser por dois ou três corpos. Moinhos, ferramentas de usinagem, britadores, tubos formadores de espiras, contaminação por partículas abrasivas em equipamentos mecânicos, como pistas de mancais e rolamentos, processos de retífica, lixamento e polimento são exemplos práticos de desgaste abrasivo (HUTCHINGS e SHIPWAY, 2017; ZUM GAHR, 1985). A resistência ao desgaste abrasivo e a definição de desgaste por abrasão, seja de baixa ou alta tensão, geralmente estão relacionadas à dureza do material. Isso significa que a taxa de desgaste também é proporcional a fatores como a área de contato real, que é influenciada pela rugosidade da superfície determinada pela dureza do material mais macio e pela carga aplicada. Considerando isso, o desgaste entre dois corpos pode ser reduzido, removendo as asperezas entre as superfícies de contato do material, o que é possível com o polimento. No entanto, evitar o desgaste por completo é muito difícil e improvável (HOKKIRIGAWA e KATO, 1988). Hokkirigawa e Kato (1988) ilustram os mecanismos de desgaste por abrasão na Figura 21. Os mecanismos são formas de remoção de material e degradação da superfície desgastada, sendo conhecidos como: sulcamento, fadiga, formação de proa e corte.

Figura 21 - Mecanismos de desgaste abrasivo.

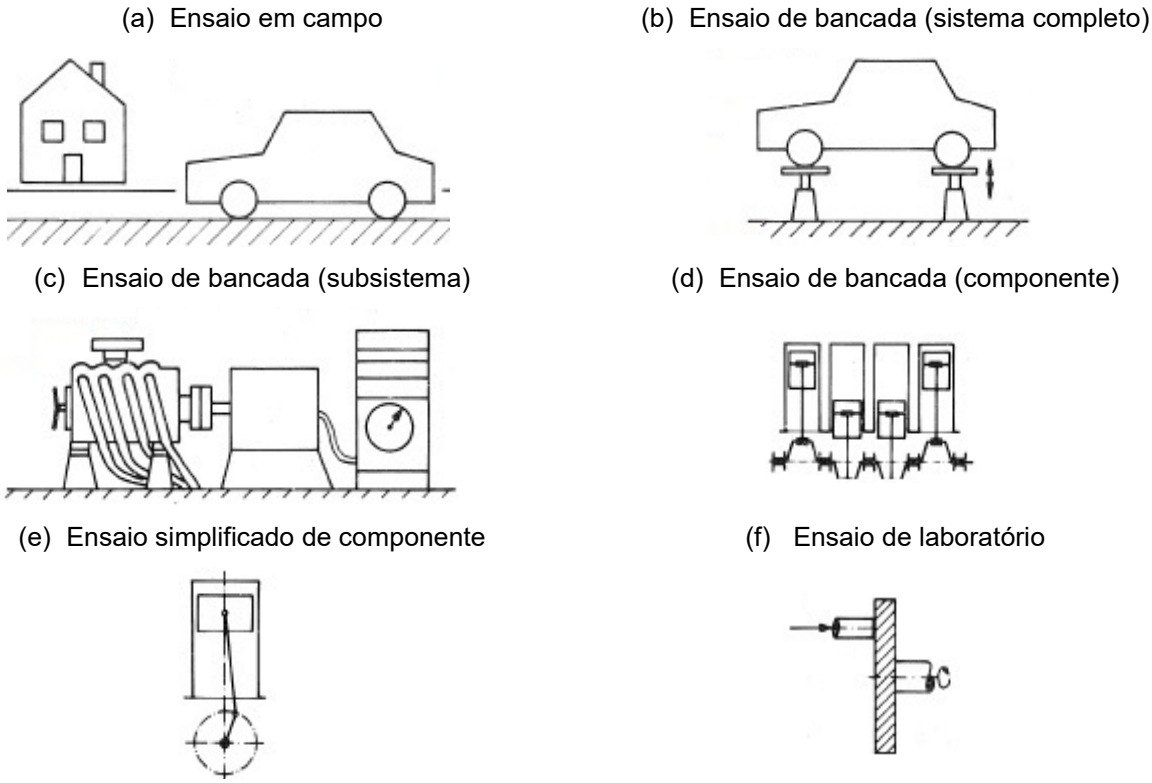


Fonte: Adaptado de HOKKIRIGAWA e KATO, 1988; adaptado de FARIA, 2017.

3.2.2. Ensaios de Desgaste

Os ensaios tribológicos estudam o atrito, desgaste e lubrificação do sistema tribológico. De acordo com Uetz, Sommer e Khosrawi (1979) e, como mostrado na Figura 22, existem seis categorias de testes de desgaste em função da estrutura, do tribossistema, da tribomáquina, do tribocomponente ou da amostra em ensaio. São elas: ensaio em campo (com sistema completo, conforme condições reais de operação), ensaio de bancada com sistema completo (condições de operação controladas na máquina completa), ensaio de bancada de subsistema (condições de operação controladas no componente), ensaio de bancada de tribocomponente (condições de operação controladas, aceleradas ou simuladas), ensaios simplificados de tribocomponentes (condições de operação simplificadas e controladas) e ensaio de laboratório de amostras arbitrárias do material dos componentes (condições laboratoriais) (FARIAS, 2017; ZUM GAHR, 1987).

Figura 22 - Classificação dos ensaios tribológicos.



Fonte: Adaptado de Uetz, Sommer e Khosrawi, 1979.

Comparando os seis tipos de ensaios, o feito em campo com sistema completo é o com maior custo, com maior complexidade, com superior dificuldade na interação entre parâmetros, com maior facilidade de utilização dos resultados, com baixa repetibilidade e com baixa significância estatística dos resultados. O ensaio de laboratório em amostras arbitrárias do material do componente é o tipo de teste de menor custo entre as seis classificações, mais simples de ser realizado, com pior interação entre os parâmetros, de fácil interpretação e difícil utilização dos resultados, com boa repetibilidade do ensaio e com boa significância estatística dos resultados (FARIAS, 2017; UETZ, SOMMER E KHOSRAWI, 1979).

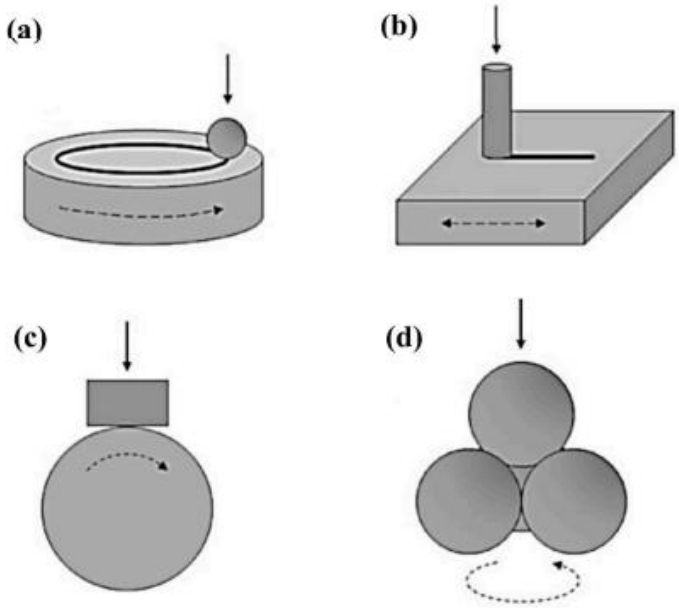
As razões para se executar o ensaio de desgaste são: para se determinar a vida útil do material, estabelecer a confiabilidade do componente/lubrificação/revestimento na aplicação, definir design ideal e otimização do tribossistema, investigar os mecanismos no sistema e analisar a influência das variáveis no tribossistema, como velocidade e pressão. Cada uma das seis categorias existentes da Figura 22 são mais eficientes e adequadas para um objetivo. O teste em laboratório é ideal para analisar os mecanismos tribológicos, materiais, lubrificantes e

influência das variáveis de operação. Os ensaios de bancada são indicados para definir o design e otimizar material e lubrificante, sendo capazes de determinar o produto adequado para a aplicação. Por último, o teste em campo é o mais adequado para estabelecer a vida útil e confiabilidade do serviço do produto selecionado nos dois testes anteriores (ZUM GAHR, 1987).

Existem centenas de tipos de tribômetros para investigar materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos, que podem ser separados em dois grupos: tribossistema aberto e tribossistema fechado. Na Figura 23, estão representados os tipos de testes utilizados para estudar o comportamento do corpo e do contra corpo, os quais são os tribossistemas fechados. Esses testes incluem: ensaio de esfera no disco (a), ensaio pino no prato (b), ensaio bloco no anel (c) e ensaio quatro esferas (d). Por outro lado, os ensaios de tribossistema aberto são utilizados para estudar o comportamento do corpo apenas, exemplos são: teste abrasivo roda de borracha, teste de desgaste de explosão, teste de roda abrasiva e teste de abrasão do pino. O teste esfera no disco é uma das configurações de tribômetro mais comuns devido à sua estabilidade, custo relativamente baixo e capacidade de atingir maiores velocidades de deslizamento. (AMERICAN SOCIETY OF LUBRICATION ENGINEERS, 1973; MENEZES ET AL., 2013).

Nesse contexto, Priest et al. (2022) realizaram um estudo que envolveu tribossistemas fechados e abertos em um tribômetro pino sobre barra de alta velocidade, onde testaram uma ferramenta de usinagem em contato com uma peça de aço C45. O objetivo era avaliar o coeficiente de atrito sob diferentes condições de contato termomecânico durante a perfuração desse material. No tribômetro aberto, o coeficiente de atrito encontrado variou entre 0,1 e 0,15, resultado menor do que a faixa obtida pelo tribômetro fechado, que variou de 0,3 a 0,55. Essa diferença pode ser atribuída à maior área de contato entre corpo e contra corpo no tribômetro aberto, bem como à sua maior sensibilidade às condições de contato termomecânico. Isso demonstra a importância da escolha apropriada do sistema de teste ao estudar o comportamento do atrito e do desgaste em diferente materiais e condições de contato.

Figura 23 - Ensaios tribológicos comuns.



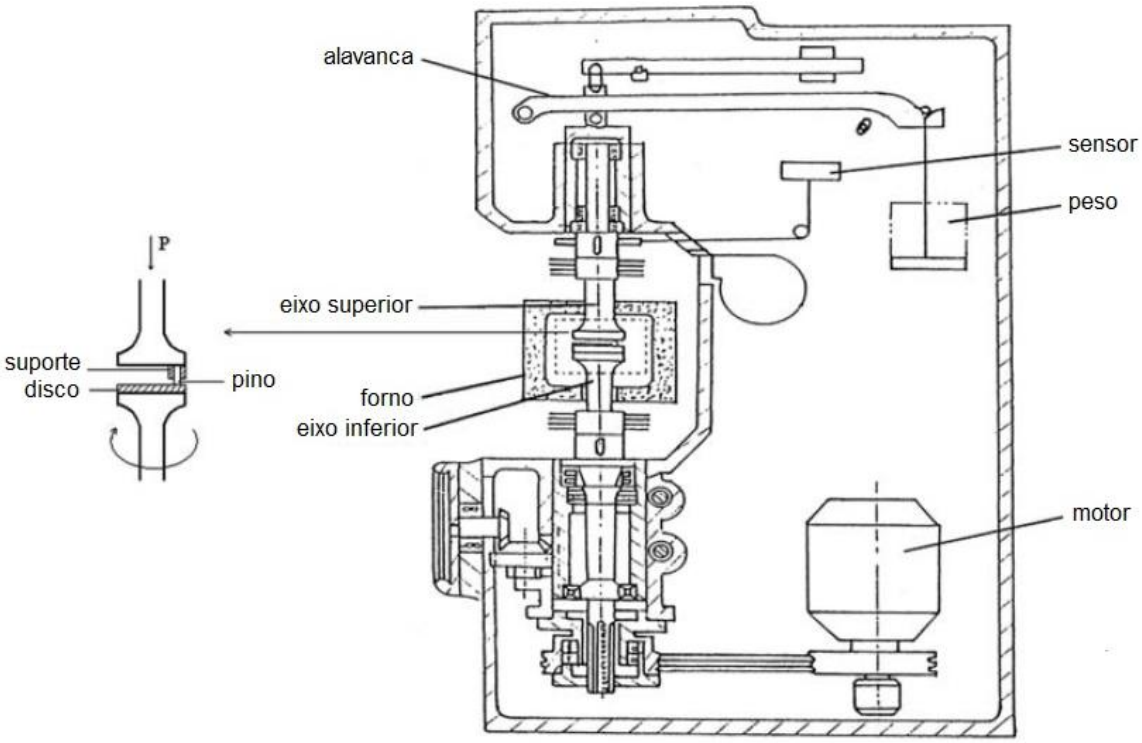
(a) Ensaio de esfera no disco, (b) pino no prato, (c) bloco no anel, (d) quatro esferas.
Fonte: Menezes et al., 2013.

A análise das propriedades de atrito e desgaste de materiais a temperaturas elevadas se tornou de interesse para o mercado, a fim de simular situações de serviço em condições térmicas elevadas. Dessa forma, fornecedores de tribômetros ampliaram sua linha de equipamentos, incluindo sistemas como o tribômetro de pino sobre plano a alta temperatura. Este equipamento será utilizado no presente trabalho para realizar o ensaio de desgaste abrasivo a alta temperatura nas amostras. Fabricantes de peças integrantes de motores de combustão, tubos formadores de espiras e usinas de energia são assim capazes de representar situações com precisão, com a finalidade de definir o melhor material/revestimento para o corpo que sofrerá consequências do ambiente, para além de determinar vida útil otimizada do produto considerando exatamente as condições de trabalho a alta temperatura (VARGA, FLASCH E BADISCH, 2015).

WEI et al. (2011) estudaram a influência da temperatura no desgaste do aço inoxidável martensítico 3Cr13 utilizando o tribômetro pino sobre disco a alta temperatura, como simbolizado pela Figura 24. A diferença do equipamento que realiza serviço em condições térmicas elevadas para o tribômetro padrão é a presença do forno e sensor. Os testes realizados no estudo foram a seco e variando a temperatura de 25°C a 400°C, com a elevação da temperatura de ensaio, a taxa de

desgaste diminuiu acompanhado por um aumento nos óxidos formados pelo aço inoxidável.

Figura 24 – Diagrama esquemático da máquina de ensaio de desgaste a alta temperatura.



Fonte: Traduzido de WEI et al., 2011.

Na Tabela 6 são exemplificados por Maamache et al. (2020) os parâmetros utilizados em seu trabalho para realizar o ensaio de desgaste utilizando um tribômetro a alta temperatura de esfera sobre disco à temperatura ambiente e condições sem lubrificação. Os autores utilizaram dois materiais diferentes para o contra corpo do tribossistema, o aço inoxidável austenítico AISI 304L e o Alumina Al_2O_3.

Tabela 6 – Parâmetros utilizados no ensaio de desgaste a alta temperatura.

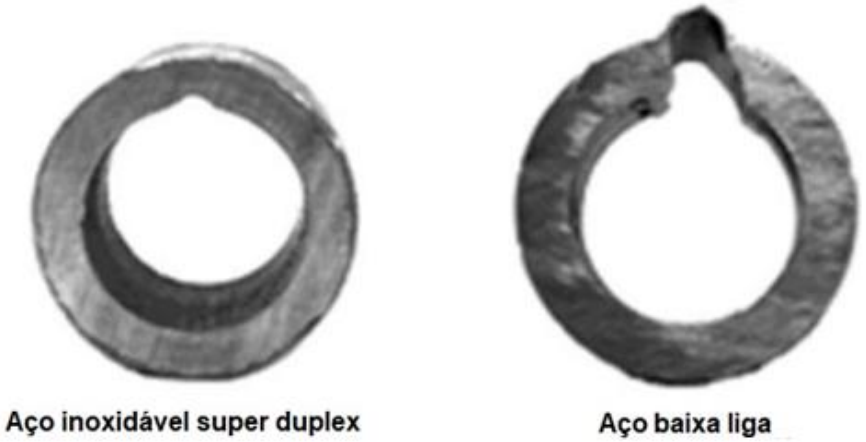
Carga aplicada (N)	10
Material do disco	Alumina Al_2O_3 AISI 304L
Diâmetro do disco (mm)	6,35
Rugosidade da amostra (Ra) (µm)	0,01
Distância de deslizamento (m)	200
Amplitude de deslizamento (mm)	5
Velocidade linear (m/s)	0,048
Temperatura (° C)	26 ± 2
Umidade (%)	45 ± 4

Fonte: Adaptado de MAAMACHE et al., 2020.

3.2.3. Aços Inoxidáveis Duplex: Comportamento Tribológico e Mecânico

O estudo de situações de desgaste em aços inoxidáveis duplex vem ganhando importância a cada dia, especialmente com o surgimento de novas aplicações para essas ligas metálicas no âmbito industrial. Um dos exemplos é a utilização desses materiais na fabricação de tubos formadores de espiras utilizados na linha de laminação de fio máquina (MADEIRA et. al., 2024). Na Figura 25 é ilustrada, em um trabalho desenvolvido por Spaghetti (2016), a diferença bastante visível do desgaste abrasivo a alta temperatura do tubo formador de espiras de aço inoxidável super duplex SAF 2507 e do tubo formador de espiras de aço baixa liga.

Figura 25- Desgaste abrasivo em tubo formador de espiras.



Fonte: Adaptado de SPAGHETTI, 2016.

Maamache et al. (2020) pesquisaram o comportamento ao desgaste de amostras de aço inoxidável duplex SAF 2507 tratadas termicamente a temperaturas e tempos distintos. A Equação (3.1) a seguir foi a utilizada no estudo para calcular a taxa de desgaste (W), em que é obtida pela divisão da perda de volume (V) pela multiplicação da distância de deslizamento (d_S) e carga aplicada (F). Por último, as larguras do desgaste atingidos pelas amostras foram medidas empregando um perfilômetro 2D.

$$W = \frac{V}{ds\ .\ F} \tag{3.1}$$

A corrosão por pites no aço inoxidável duplex é a forma de corrosão mais destrutiva, extremamente localizada que leva à geração de cavidades tão profundas que podem atravessar toda a espessura do metal, após o rompimento da camada passiva de óxido (AKPANYUNG; LOTO, 2019). Esse tipo de ataque, por se espalhar por diferentes regiões do aço, possui alta dificuldade para manutenção, assim conhecido como um dos tipos de corrosões mais prejudiciais aos aços inoxidáveis, justificando a existência do método Equivalente de Resistência a Pite, assunto já tratado na seção anterior deste trabalho ao classificar os aços inoxidáveis em: lean, duplex, super duplex e hiper duplex. O PRE estima a resistência à corrosão por pites do material calculando pela composição química, em que são considerados os seguintes elementos químicos: cromo, molibdênio e nitrogênio. O valor do PRE para aços inoxidáveis duplex é definido pela Equação (3.2) (AKPANYUNG; LOTO, 2019).

$$PRE \quad = \%Cr + 3{,}3\%Mo + 16N \tag{3.2}$$

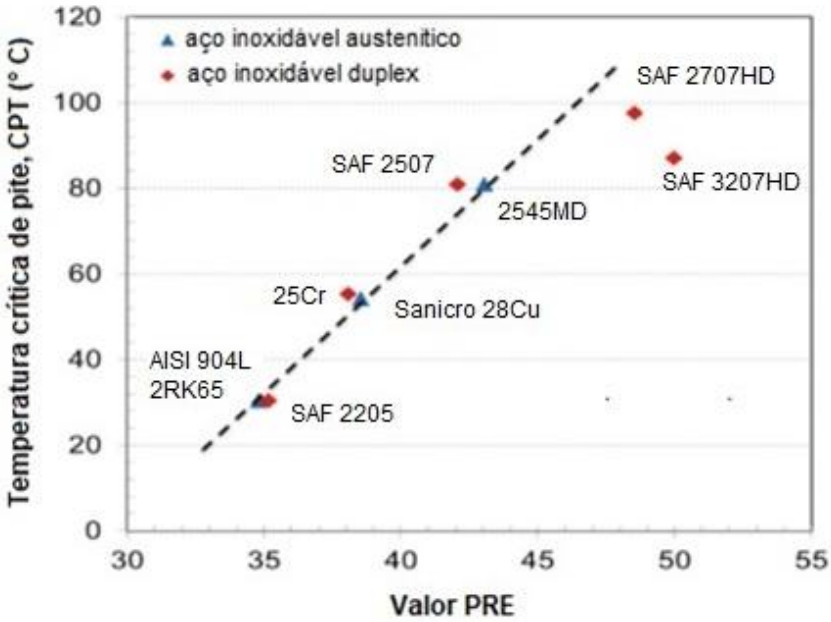
Ainda que esse número obtido pela fórmula não seja um valor absoluto e não sirva para qualquer ambiente que o material esteja sendo aplicado, o valor obtido funciona como uma ótima comparação da resistência esperada à corrosão em solução aquosa de cloreto. Em adição, para ligas com tungstênio, elemento químico que auxilia no aumento da resistência à corrosão por pite, existe a Equação (3.3) específica para calcular o Equivalente de Resistência a Pite (PRE_w) de materiais com W (ALVAREZ-ARMAS, 2008).

$$PRE_W = \%Cr + 3{,}3\%Mo + 1{,}65\%W + 16N \tag{3.3}$$

Quanto maior o valor do PRE de uma liga, maior é sua resistência à corrosão por pites. Na Figura 26 são apresentadas as comparações dos aços inoxidáveis

austeníticos e duplex com seus respectivos valores de PRE e também a temperatura em que o material se torna suscetível à nucleação e crescimento estável do pite, temperatura crítica de pite (CPT). Os aços inoxidáveis hiper duplex SAF 2707 e SAF 3207 são os que apresentam maior PRE e CPT e os aços inoxidáveis austeníticos AISI 904L e 2RK65 e o aço inoxidável duplex SAF 2205 possuem os menores valores de CPT e PRE (CHAIL; KANGAS, 2016).

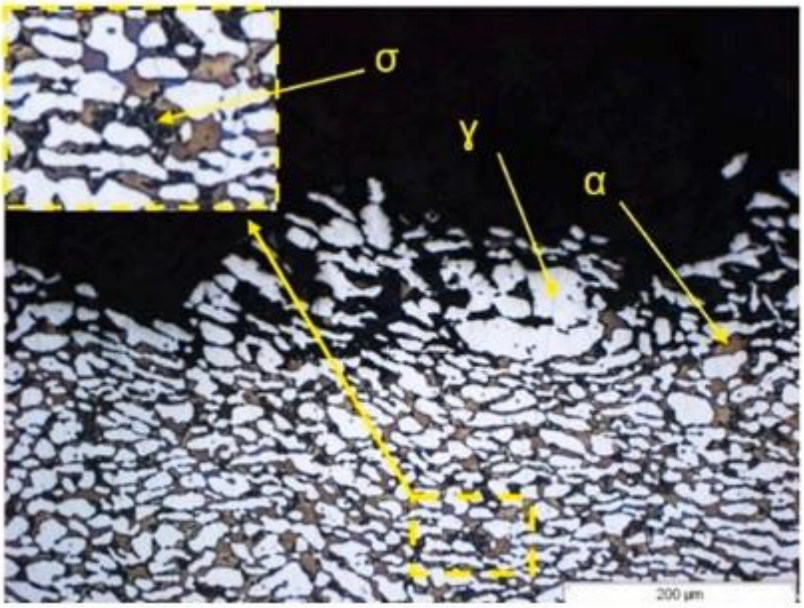
Figura 26 - Valor PRE x CPT dos aços inoxidáveis.



Fonte: Adaptado de CHAIL e KANGAS, 2016.

Biezma et al. (2021) ilustram na Figura 27 a micrografia da seção transversal do aço inoxidável super duplex UNS S32760 com matriz ferrítica-austenítica em uma região onde houve desgaste por pite. A corrosão se inicia na fase sigma e progride para a fase ao lado, ferrita.

Figura 27 - Micrografia do aço inoxidável super duplex com desgaste por pite - MO.

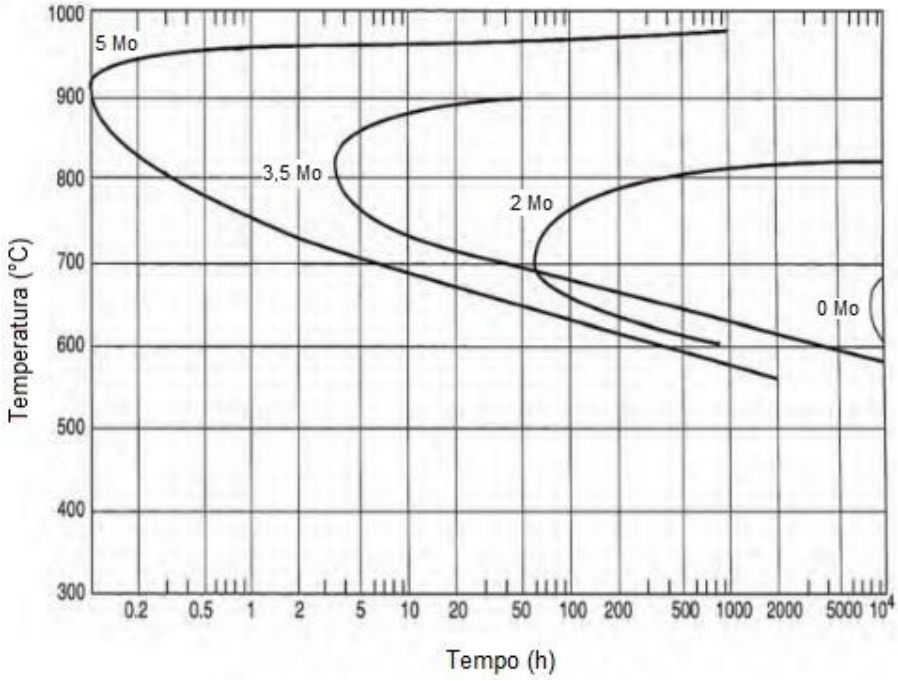


Fonte: BIEZMA et al., 2021.

As trincas não aparecem apenas nas aplicações finais dos aços inoxidáveis duplex, mas também podem ocorrer nos próprios processos de fabricação. Durante a laminação a quente de chapas do material SAF 2507 pode haver precipitações de fases secundárias duras e frágeis, assim como a fase sigma, a qual acelera a propagação de trincas na interface ferrita/austenita da chapa (ZHAO et al., 2019). Raha (2018) também estudou a interferência prejudicial das fases deletérias na formação de trincas no lingotamento do aço inoxidável super duplex grau 6A- ASTM A890 a temperaturas entre 800 °C e 900 °C. Como referência, a fase sigma já inicia sua precipitação em menos de um minuto a 800 °C. Com a finalidade de evitar a formação de trincas devido à presença dessas fases deletérias nos processos de fabricação, tem-se a opção de aumentar a taxa de resfriamento, realizar boa agitação do banho, diminuir o tempo do tratamento térmico e trocar o material com menores porcentagens de cromo e molibdênio. Como referência, na Figura 28 é retratada a interferência da porcentagem de molibdênio na velocidade de formação da fase sigma nos aços inoxidáveis super duplex. Materiais sem a presença do molibdênio iniciam a precipitação da fase σ na faixa de 10000 horas a uma temperatura de 650 °C. O nariz da curva se movimenta para a esquerda de acordo com o aumento do peso do molibdênio. Com 2% de Mo, são necessárias aproximadamente 60 horas para iniciar a formação de fase sigma, com 3,5% de molibdênio a fase deletéria aparece com 3 horas e apenas em poucos minutos com 5% de Mo em um aço inoxidável duplex a

uma temperatura de 900 °C é possível encontrar a fase sigma na matriz (RAHA, 2018). Ressalta-se que o molibdênio não é o único elemento de liga a influenciar na precipitação dessa fase, como já se foi comentado, outros elementos de liga como tungstênio, silício e, principalmente, cromo também têm relevância nessa formação.

Figura 28 – Diagrama TTT do aço inoxidável duplex com diferentes % de Mo.



Fonte: Traduzido de RAHA, 2018.

Raha (2018) também comprova a interferência das fases deletérias na tenacidade do material. Amostras de aço inoxidável super duplex tratadas termicamente a 900 °C por mais do que 30 minutos e resfriadas no forno apresentaram a temperatura ambiente valores para a tenacidade entre 2 a 4 J, enquanto esse valor para amostras recozidas em solução a -50 °C exibiram resistência a impacto maior do que 170 J.

Davanageri; Narendranath; Kadoli (2015) e Nilsson (1992) também estudaram o efeito do tratamento térmico conduzido a 850 °C durante uma hora e temperado em óleo no aço inoxidável super duplex com formação de fase sigma na resistência ao desgaste. Ambos trabalhos concluíram que a fase deletéria com alta porcentagem de cromo aumentou a dureza e também a resistência ao desgaste da liga. Nilsson encontrou uma redução de 50% no coeficiente de desgaste abrasivo nas amostras nessas condições, devido ao aumento da dureza.

Del Abra-Arzola et al. (2017) também conduziram um estudo sobre o efeito da precipitação da fase σ no desgaste e na corrosão do aço inoxidável duplex SAF 2205. Os testes foram realizados a uma temperatura de 850 ° C em quatro intervalos de tempo diferentes (5, 15, 30 e 60 minutos), seguido de resfriamento ao ar. O ensaio de desgaste foi realizado no tribômetro pino sobre disco de alumina, com velocidades tangenciais de deslizamento de 7 e 15 cm/s e carga de 1 N.

No estudo realizado por Del Abra-Arzola et al. (2017) todas as amostras mantiveram a mesma quantidade de austenita, enquanto a porcentagem de ferrita diminuiu à medida que a fase sigma aumentou, uma vez que esta última é principalmente formada a partir da fase ferrita. O aço inoxidável duplex, submetido a tratamento térmico a 850 °C por 60 minutos e resfriado ao ar, apresentou considerável aumento na resistência ao desgaste por deslizamento a seco, já que a fase deletéria fornece dureza para a matriz austenita/ferrita. Por exemplo, após o teste de 500 metros de deslizamento a seco a uma velocidade tangencial de 7 cm/s, o SAF 2205 não tratado termicamente apresentou uma perda de volume de 0,136 mm^3, enquanto o aço tratado por 60minutos teve uma perda de volume de 0,073 mm^3. No entanto, essa propriedade analisada por Del Abra-Arzola et al. (2017), pode ser reduzida com o aumento da velocidade tangencial aplicada no tribômetro, como aconteceu neste estudo a uma velocidade de 15 cm/s, devido ao efeito abrasivo das partículas da fase σ na superfície. Após 500 metros de deslizamento a seco a uma velocidade tangencial de 15 cm/s, o SAF 2205 não tratado apresentou uma perda de volume de 0,559 mm^3, enquanto que o aço tratado por 60 minutos teve uma perda de volume de 0,190 mm^3. Em contrapartida à melhoria na resistência ao desgaste proporcionada pela presença de fases secundárias intermetálicas duras e frágeis, esses aços após tratamento térmico exibiram uma menor resistência à corrosão quando comparados ao material sem a presença de fases deletérias.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Descrição Geral do Trabalho realizado

O trabalho de pesquisa envolveu a avaliação da microestrutura, das propriedades mecânicas (tenacidade e dureza) e do comportamento em relação à resistência ao desgaste, principalmente abrasivo, em elevadas temperaturas, de amostras de aço inoxidável super duplex SAF 2507. As análises foram realizadas tanto no estado inicial do material quanto após tratamentos térmicos conduzidos às temperaturas de 800°C, 850°C e 900°C por 30 minutos, com resfriamento ao ar. O presente estudo envolveu essa caracterização com o objetivo de investigar a influência dos parâmetros de tratamento térmico e, consequentemente, o efeito dos diferentes teores de austenita, ferrita e fase sigma na resistência ao desgaste do aço SAF 2507.

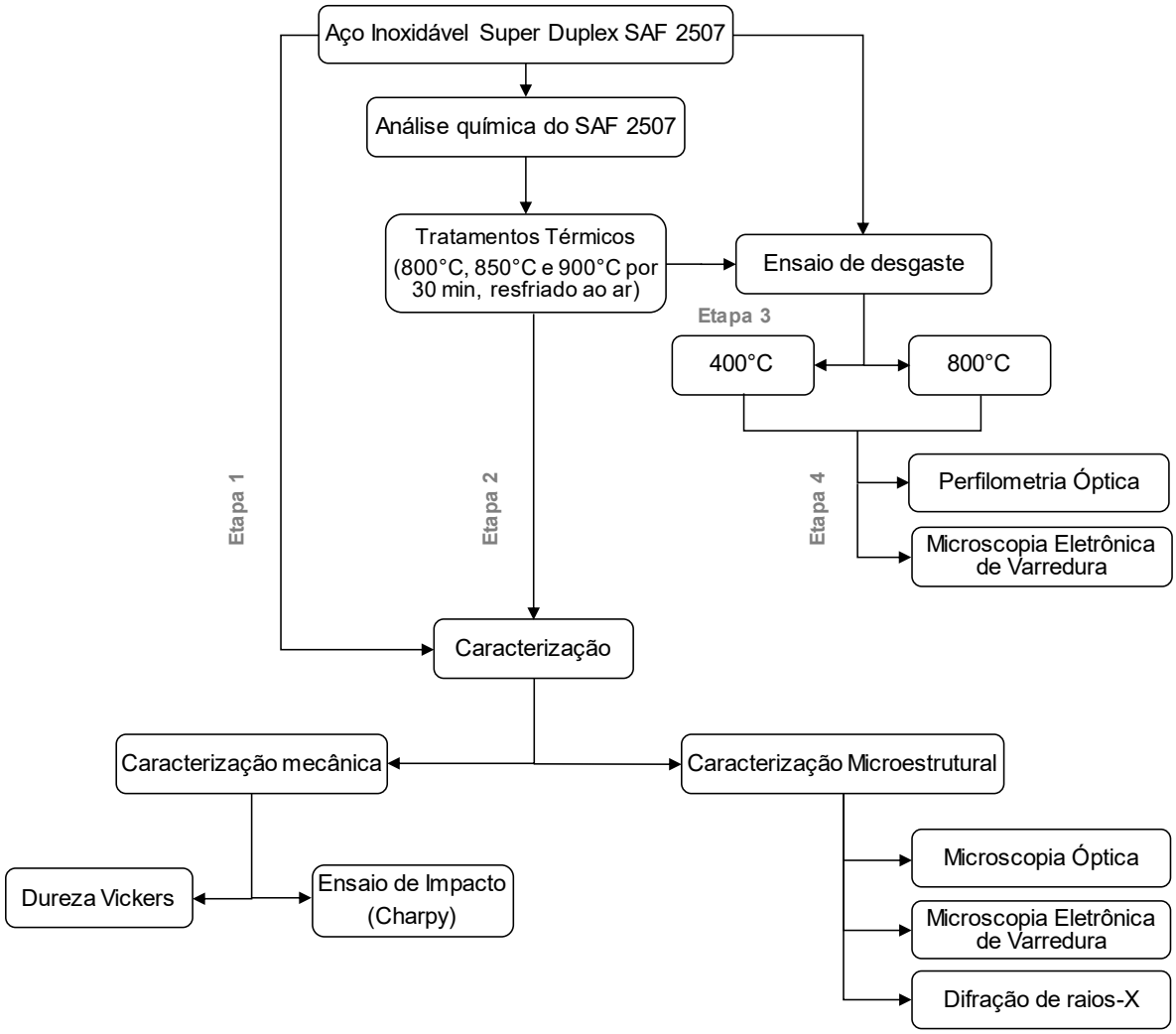
No fluxograma da Figura 29 é exibida uma síntese das etapas do procedimento experimental elaborado, contemplando os ensaios propostos. Os detalhes são explicitados nos itens a seguir.

No primeiro momento, o aço SAF 2507 no estado inicial foi caracterizado mecanicamente, por meio de ensaios de impacto, medição de dureza, e avaliação da resistência ao desgaste. Adicionalmente, análise microestrutural foi conduzida usando técnicas como microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX). Em seguida, foram determinados os parâmetros de tempo e temperatura que foram utilizados nos tratamentos térmicos, com o objetivo de gerar diferentes proporções de fase sigma na matriz austenita/ferrita. As amostras submetidas aos tratamentos térmicos foram caracterizadas de maneira semelhante à condição inicial (CI), incluindo ensaios de impacto, medição de dureza, teste de resistência ao desgaste e análise microestrutural por meio de MO, MEV e DRX.

Após a conclusão dos distintos tratamentos térmicos realizados nas amostras e sua subsequente caracterização mecânica e microestrutural, foram conduzidos os testes de resistência ao desgaste a elevadas temperaturas: 400°C e 800°C. Por fim, os efeitos da fase sigma na microestrutura, na resistência ao impacto, na dureza e na resistência ao desgaste do aço SAF 2507 nas diferentes condições foram quantificados, verificados e comparados.

. Esses valores de 400°C e 800°C foram selecionados para o ensaio de desgaste abrasivo a alta temperatura considerando a temperatura de laminação do fio máquina em contato com o tubo formador de espiras, a qual está entre 800°C e 900°C (SPAGHETTI, 2016). Algumas plantas de laminação de fio máquina resfriam com água continuamente a parte externa do tubo formador de espiras e, nesse caso, a temperatura do tubo é aproximadamente 400°C. Outras plantas de laminação de fio máquina, que não fazem nenhum resfriamento no tubo formador de espiras, têm a temperatura do tubo muito próxima à própria temperatura do fio máquina, justificando assim a escolha da segunda temperatura de 800°C.

Figura 29– Fluxograma das etapas experimentais do trabalho.



Fonte: Produzida pela autora.

4.2. Material e Análise Química

Para os experimentos realizados foram utilizados tubos de aço inoxidável super duplex SAF 2507 de um mesmo lote de fabricação. Esses tubos foram laminados a quente seguidos por um tratamento térmico (TT) a uma temperatura de 1300°C e tempo de encharque de 40 minutos e resfriamento forçado com ar comprimido, esse é o estado inicial considerado no trabalho, uma vez que se trata do tubo formador de espiras mencionado anteriormente. O tubo se apresenta com diâmetro externo de 51mm e espessura de 6,3mm. A composição química do material estudado, obtida pelo *Datasheet* do fornecedor, é apresentada na Tabela 7 (SANDVIK, 2016).

Tabela 7 – Composição química nominal em %.

	C	**Si**	**Mn**	**P**	**S**	**Cr**	**Ni**	**Mo**	**N**
SAF 2507	≤ 0,030	≤ 0,8	≤ 1,2	≤ 0,025	≤ 0,015	24-26	6-8	3-5	0,24-0,32

Fonte: Adaptado de SANDVIK, 2016.

A avaliação da composição química do material foi realizada utilizando o método de espectrometria de emissão óptica, conforme as normas ASTM E 415:2017, ASTM E 1086:2014 e ASTM A 715:2014a, utilizando o Espectrômetro de Emissão Óptica SPECTROMAX.

4.3. Corpos de Prova

Na Tabela 8 estão ilustradas as quantidades de amostras para cada ensaio.

Tabela 8 – Amostras por ensaio.

Corpo de prova - ensaio	N° de condições	N° de amostras / condições	N° total de amostras
MO	3 TT + CI	1	4
MEV			
Difração de raios X	3 TT + CI	1	4
Charpy	3 TT + CI	3	12
Desgaste a 400°C	3 TT + CI	3	12
Dureza Vickers			
Perfilometria óptica			
MEV após desgaste			
Desgaste a 800°C	3 TT + CI	3	12
Dureza Vickers			
Perfilometria óptica			
MEV após desgaste			

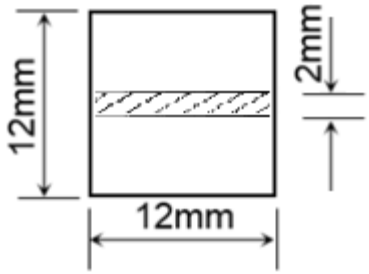
Legenda: TT - tratamento térmico, CI - condição inicial, MO - microscopia óptica, MEV - microscopia eletrônica de varredura.

Fonte: Produzida pela autora.

Foram empregados três tipos de corpos de prova para a realização do trabalho, cujas geometrias e dimensões variaram de acordo com o respectivo ensaio realizado e sequência de experimentos conduzidos. A confecção do material utilizado neste trabalho foi realizada em parceria com a empresa SMS group Metalurgia do Brasil.

Inicialmente, foram preparados corpos de prova para análise metalográfica, microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X. Neste cenário, foram empregadas amostras conforme demonstrado na Figura 30, retiradas no estado inicial, avaliadas antes e após os tratamentos térmicos. Os corpos de prova foram usinados do tubo em uma fresadora. A princípio, foram utilizadas uma amostra para MO e MEV e uma para difração de raios X.

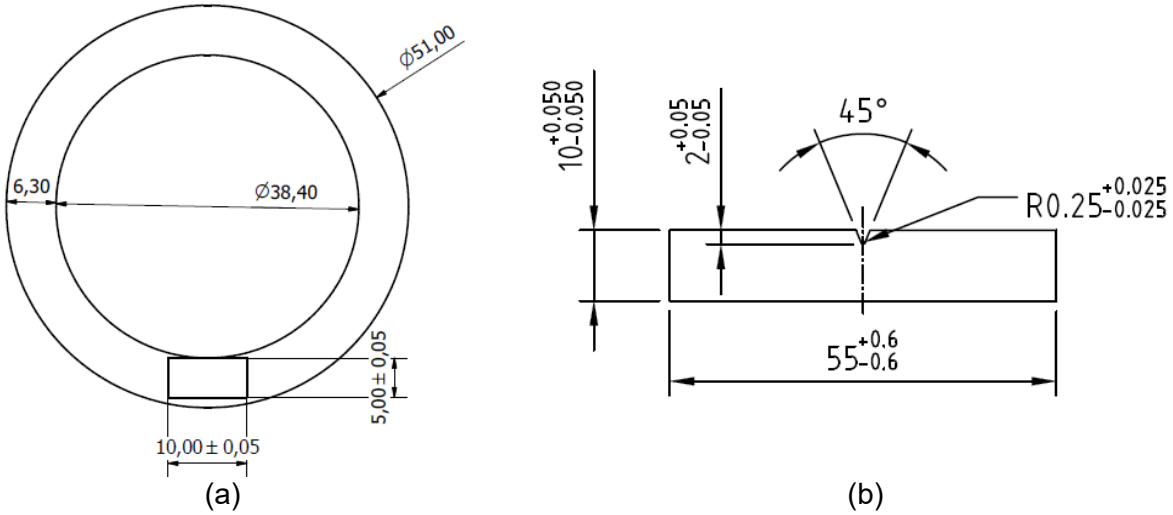
Figura 30 – Corpo de prova para caracterização microestrutural.



Fonte: Produzida pela autora.

O segundo tipo de corpo de prova foi preparado para o ensaio de impacto, com uso do corpo de prova Charpy. Ele foi confeccionado segundo a norma ABNT NBR 6157, em que a amostra foi obtida a partir da usinagem do tubo. Na Figura 31 (a) é exposto como foi retirado o corpo de prova de tamanho reduzido da parede do tubo de 6,3mm em uma fresadora. Na Figura 31 (b) são mostradas as dimensões e tolerâncias da amostra que foi utilizada para o ensaio de impacto (ABNT, 1980). Foram produzidos três corpos de prova para cada condição avaliada no trabalho.

Figura 31 – Corpo de prova reduzido para ensaio de impacto.

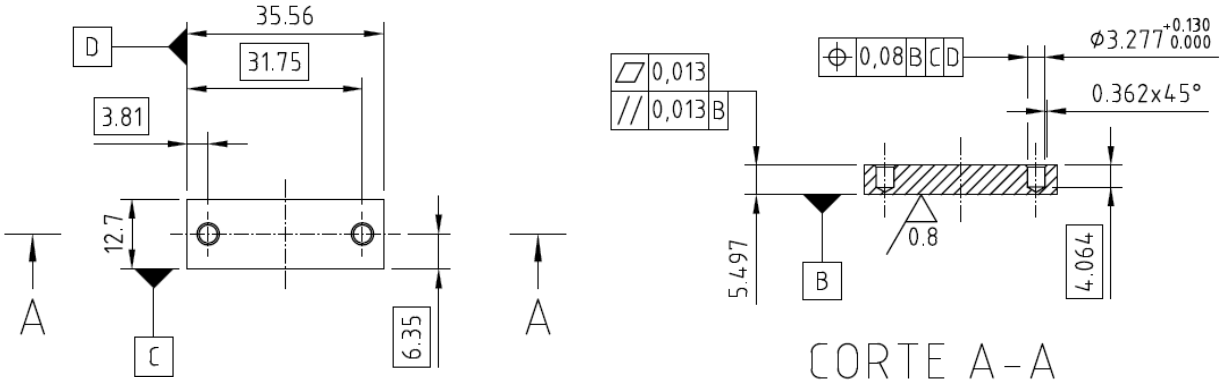


(a) Corpo de prova retirado da seção do tubo, (b) dimensional da amostra de Charpy.
Fonte: Produzida pela autora.

Por fim, o terceiro corpo de prova foi usinado também utilizando uma fresadora para os testes de desgaste em elevada temperatura e para análise de dureza Vickers. As dimensões estão apresentadas na Figura 32 e foram selecionadas de forma a permitir a realização do ensaio de desgaste utilizando o tubo como amostra, em

conformidade com as limitações dimensionais do material. Para cada condição prévia, tanto no estado inicial quanto após os tratamentos térmicos, foram confeccionadas três amostras. Os testes de perfilometria óptica e as imagens do MEV foram realizados nas mesmas amostras utilizadas nos testes de desgaste em elevada temperatura.

Figura 32 - Corpo de prova reduzido para ensaio de desgaste e ensaio de dureza.



(a) (b)

(a) Dimensional da amostra de desgaste, (b) Corte A-A.
Fonte: Produzida pela autora.

A usinagem das amostras foi realizada de forma controlada, de modo a garantir que as condições de corte não afetassem a microestrutura do material, preservando assim a confiabilidade das análises metalográficas subsequentes. Conforme indicado no desenho técnico (Figura 32), foi especificada rugosidade média de 0,8 µm, assegurando uma superfície adequada para posterior preparação metalográfica e ensaios. As tolerâncias geométricas e de acabamento foram rigorosamente atendidas, evitando a introdução de tensões residuais ou alterações térmicas que pudessem comprometer os resultados de caracterização microestrutural e de propriedades mecânicas.

4.4. Tratamentos Térmicos

Com o objetivo de avaliar o efeito dos parâmetros de tratamento térmico na microestrutura e nas propriedades mecânicas de aços inoxidáveis super duplex foram elaboradas inicialmente oito trajetórias de tratamentos térmicos com diferentes temperaturas e tempos, como testes preliminares. Estes ciclos térmicos foram conduzidos com o objetivo de gerar microestruturas com diferentes teores de

austenita, ferrita e fase sigma e, consequentemente, das propriedades no material. Com base nos resultados da proporção de fase sigma, foram estabelecidas as três melhores situações de temperatura e tempo de encharque, ou seja, as três trajetórias testadas preliminarmente que apresentaram as porcentagens de austenita, ferrita e fase sigma mais diferentes entre si, conforme Tabela 9.

Os tratamentos térmicos conduzidos no trabalho foram realizados em um forno elétrico resistivo tipo mufla da marca Analógica modelo AN1222**,** com sistema de controle digital de temperatura, com câmara aquecida com dimensões internas de 20 cm x 17 cm x 30cm e com capacidade de atingir uma temperatura máxima de trabalho de 1200°C.

Tabela 9 – Condições de temperatura e tempo para o tratamento térmico.

Temperaturas	**Tempo**	**Resfriamento**	**Identificação**
800°C			TT800G30MAr
850°C	30 minutos	Ao ar	TT850G30MAr
900°C			TT900G30MAr

Fonte: Produzida pela autora.

As condições foram selecionadas após a análise do diagrama TTT apresentado na Figura 14, considerando seu potencial de influência na microestrutura e nas propriedades dos materiais. Isso se deve à obtenção de diferentes teores da fase σ, permitindo a análise dos efeitos desse composto na resistência ao desgaste em altas temperaturas (400°C e 800°C), na resistência ao impacto e na dureza do aço inoxidável.

4.5. Caracterização Microestrutural

Para a caracterização microestrutural dos materiais no estado inicial e nas condições de tratamentos térmicos aplicadas foram empregados ensaios metalográficos, utilizando microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X. Ressalta-se que as técnicas de caracterização utilizadas no presente trabalho são complementares e cada uma delas tem seu campo de aplicação específico. As diferentes fases presentes na microestrutura do aço inoxidável super

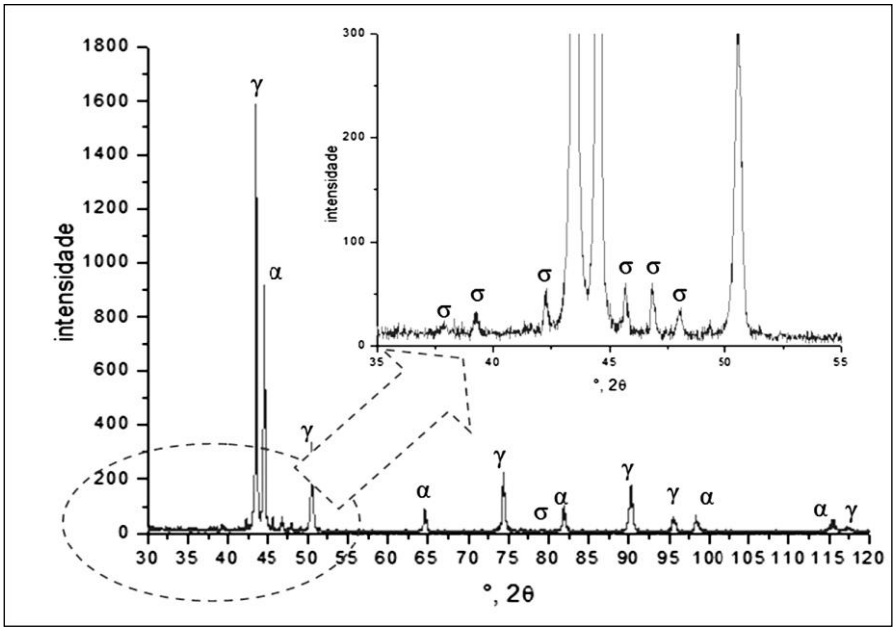
duplex apresentam características distintas, exigindo técnicas complementares para a sua correta caracterização.

A caracterização microestrutural foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura da marca SHIMADZU modelo Super Scan SSX-550, com resolução de 3,5nm e capacidade de ampliação de até 100.000x, empregando detector de elétrons secundários e um microscópio óptico Carl Zeiss AxioVision SE64 com sistema de digitalização também da Zeiss.

No procedimento metalográfico, para a análise por MO e MEV, os corpos de prova foram preparados segundo a técnica convencional, consistindo em: embutimento a frio com acrílico autopolimerizante; lixamento com óxido de alumínio em lixas com granulometria de #240, #320, #400, #600 e #1000; polimento com pasta de diamante com granulometrias de 9µm e 3µm e ataque químico com o reativo Behara modificado por imersão (ASM HANDBOOK, 2004). O reativo possui composição de 20mL de ácido clorídrico (HCl), 80mL de água destilada, 1g de metabissulfito de potássio ($K_2S_2O_5$) e 2g de bifluoreto de amônio (NH_4HF_2), tendo sido selecionado em razão da solução permitir uma distinção entre as fases austenita, ferrita e sigma (MAGNABOSCO, 2001; QUEIROZ, 2013 e SANTOS E MAGNABOSCO, 2016).

A análise por difração de raios X, empregada para possibilitar a identificação e a quantificação da presença da fase sigma, foi realizada em um difratômetro de raios X marca Rigaku 9kW modelo SmartLab com alvo metálico de cobre, empregando radiação CuKα, tensão de 40 kV, corrente de 100 mA, passo de 0,01s^{-1} e 2θ variando de 30° a 120°. A preparação das amostras consistiu em seccionamento, lixamento com granulometria #1000 e decapagem em ácido clorídrico por cerca de 240 minutos. O *software* do equipamento gerou o difratograma e identificou as fases cristalinas, como exemplificado na Figura 33. Essa identificação foi realizada por meio da comparação com as cartas de referência. do *Joint Committee of Powder Diffraction Standards* International *Centre for Diffraction Data* (JPDS ICDD): ferrita (Fe-α) JCPDS 01-080-3816, austenita (Fe-γ) JCPDS 01-074-5520, fase σ JCPDS 03-065-4528. A determinação da proporção das fases presentes foi realizada de forma quantitativa com o Método Rietveld, calculando as intensidades dos picos do difratograma empregando o *software* PDXL para o cálculo.

Figura 33 – Espectro de difração de raios-X para o aço UNS31803, envelhecido isotermicamente a 870°C, por 20 minutos.



Fonte: ZEMPULSKI, 2011.

4.6. Caracterização Mecânica dos Materiais

Para a caracterização mecânica dos materiais, no estado inicial e nas demais condições estudadas, foram utilizados ensaios de microdureza Vickers, bem como ensaios de impacto.

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados em um microdurômetro da marca Shimadzu modelo HMV-2T, empregando penetrador piramidal de diamante sintético de base quadrada, carga de 2 kgf, tempo de aplicação de 15 s e objetiva com ampliação de 40X que, em conjunto com o sistema ocular, gerou imagem com ampliação de 400X. A preparação das peças seguiu um procedimento similar ao utilizado na análise microestrutural, incluindo embutimento, lixamento, polimento e ataque químico. Os ensaios foram conduzidos nas amostras após a usinagem e o reaquecimento a 400°C e 800°C para os testes de desgaste. À temperatura de 400°C, não ocorre transformação de fase, de modo que essa condição corresponde às quatro microestruturas analisadas apenas na condição usinada. As medições de dureza foram realizadas na face oposta à pista de desgaste, garantindo que não houvesse interferência dos testes de desgaste nos resultados de dureza. Posteriormente, foi calculado o intervalo de confiança da média, acompanhado do respectivo desvio

padrão, e realizada a análise estatística utilizando o teste t de *Student* e o teste F de Fischer-Snedecor, com 10 réplicas, adotando intervalo de confiança de 95%.

Os ensaios de impacto (Charpy) foram realizados à temperatura ambiente, utilizando um equipamento da marca TIME Group Inc., modelo JB-W300A. O objetivo do ensaio foi avaliar a energia absorvida sob impacto sob em função das transformações de fase ocorridas nos tratamentos térmicos realizados a 800ºC, 850ºC e 900ºC.

4.7. Análise de Desgaste

O equipamento de ensaio de desgaste acelerado por abrasão pino sobre plano tem por finalidade simular uma situação de abrasão controlada no corpo de prova, permitindo a comparação de resultados entre materiais ou processos de fabricação. Esta comparação se dá por meio da avaliação da perda de massa (volumétrica) dos corpos de prova durante o ensaio, assim, quanto maior a resistência do material à abrasão, menor é a perda volumétrica no corpo de prova, quando ensaiado sob as mesmas condições.

O equipamento utilizado é um Tribômetro Universal de Alta Temperatura Brucker UMT TriboLab com configuração de ensaio pino sobre plano, e os ensaios foram realizados baseados na norma Norma ASTM G133-05 "*Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear*" (2005). Antes de serem analisadas, as amostras foram submetidas à limpeza em banho ultrassônico, dez minutos em acetona e dez minutos em álcool isopropílico.

Foram analisadas oito situações diferentes, com três amostras de cada situação, sendo elas: amostra condição inicial e mais três condições tratadas termicamente, conforme seção 4.4 nas temperaturas de 400°C e 800°C, totalizando assim 24 amostras.

Foram empregados contra corpos esféricos de cerâmica Alta Alumina (Al_2O_3) com diâmetro de 6,35mm. A fim de se determinar os parâmetros ótimos de teste, inicialmente realizou-se ensaios preliminares com variações de carga normal, velocidade e frequência. Neste estudo, os parâmetros ótimos foram considerados aqueles capazes de promover um desgaste mensurável pelos equipamentos. Sendo assim, os parâmetros configurados para o ensaio foram: carga normal de teste de

25N, comprimento da trilha de 10mm, frequência de oscilação de 5Hz, tempo de ensaio de 3600 segundos por amostra, totalizando uma distância total percorrida de 360 metros.

Após os testes de desgaste, foram mensurados o volume de material arrancado e a variação da massa devido ao desgaste. A análise de volume foi realizada por meio da técnica de interferometria com o auxílio do equipamento perfilômetro óptico, da marca Bruker, modelo Countour GT. A aquisição dos dados foi realizada na configuração de luz branca, Magnificação de 20x.

Sobre cada trilha de desgaste foram realizadas três medidas, sendo: uma em cada uma das extremidades e a terceira na região central da trilha. A área da seção transversal (At) [mm^2] foi calculada com o auxílio do software do equipamento, Vision 64, e a média entre as três medidas foi considerada. O cálculo do volume de desgaste (Vd) [mm^3] e a taxa de desgaste foram determinados conforme a Equação (4.1) e a Equação (4.2), respectivamente.

$$Vd = At\,.\,c \tag{4.1}$$

$$k = \frac{Vd}{d\,.\,Fn} \tag{4.2}$$

Sendo (d) a distância percorrida [m], (Fn) a força normal aplicada ao material [N], (k) coeficiente de desgaste, também conhecido como taxa de desgaste [mm^3/Nm], e (c) o comprimento da trilha de desgaste [mm].

Todos os ensaios foram realizados em triplicata e o desempenho foi avaliado por meio da determinação da taxa de desgaste. Após essa etapa, conforme ilustrado na Figura 29, foram analisadas, para as oito diferentes condições do ensaio de desgaste, as trilhas de desgaste utilizando microscopia eletrônica de varredura.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Análise da composição química

A análise da composição química do aço inoxidável super duplex UNS S32750 é apresentada na Tabela 10, proporcionando uma comparação entre as concentrações dos elementos químicos avaliados no presente trabalho por espectrometria óptica e as informações fornecidas pela fabricante da matéria-prima, conforme descritas no certificado de material. Ambas as análises químicas apresentam resultados em conformidade com as normas estabelecidas, em concordância com os achados de outros estudos, como os de Wang et al. (2023) e Handa, Goyal e Sehgal (2023).

Tabela 10 - Análises químicas do aço inoxidável super duplex.

Elemento	Concentração análise química (%)	Concentração fornecedor (%)
Carbono (C)	0,0167	0,0160
Silício (Si)	0,3073	0,2900
Manganês (Mn)	0,4765	0,3700
Fósforo (P)	0,0227	0,0210
Enxofre (S)	<0,0018	<0,0010
Cromo (Cr)	25,0740	25,4400
Molibdênio (Mo)	3,7477	3,8500
Níquel (Ni)	6,7332	6,4700
Nitrogênio (N)	0,3035	0,3000

Fonte: Produzida pela autora.

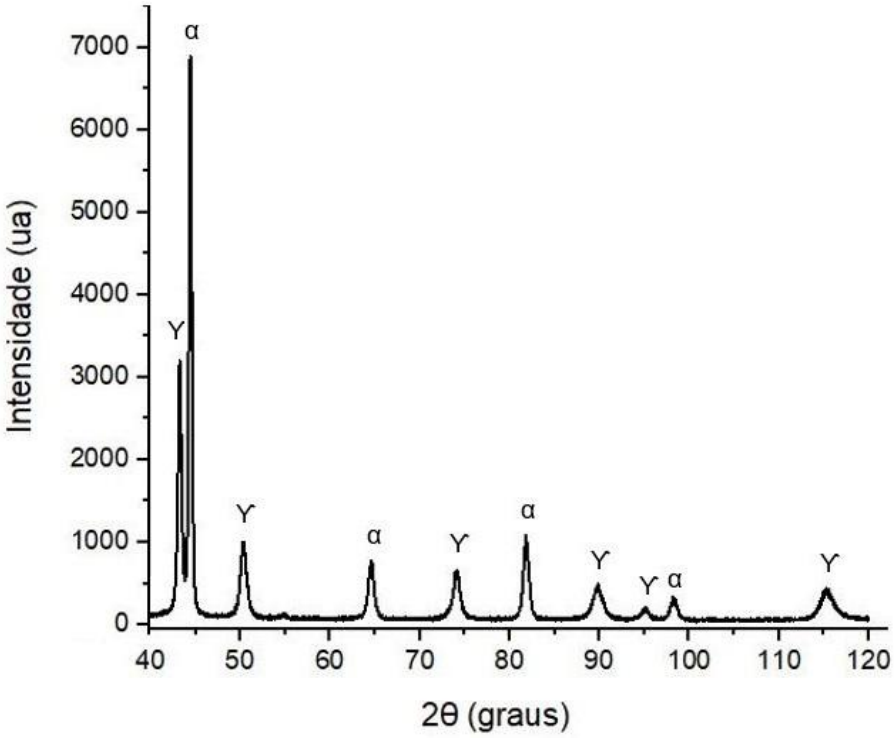
5.2. Caracterização Microestrutural

5.2.1. Difração de raios X

A difração de raios X possibilitou tanto a análise qualitativa, com a identificação das fases presentes, quanto a análise quantitativa do aço inoxidável super duplex UNS S32750, por meio do método de refinamento de Rietveld. Essa investigação foi realizada: na condição inicial, após tratamento térmico a 800°C por 30 minutos, a

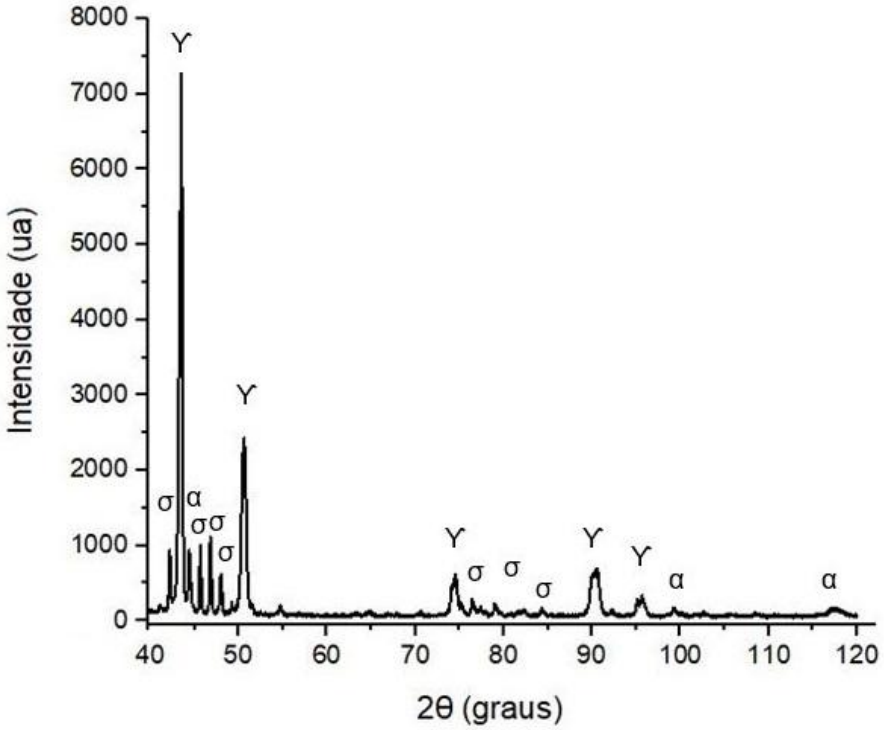
850°C e a 900°C, seguido de resfriamento ao ar. Esses resultados são apresentados nos difratogramas das Figuras 34 a 37. Na amostra de condição inicial foram identificados apenas os picos correspondentes às fases ferrita e austenita, como mostrado na Figura 34. Nas outras três condições de tratamento térmico, os picos associados à ferrita diminuíram, enquanto surgiram os da fase intermetálica sigma, conforme evidenciado nas Figuras 35, 36 e 37.

Figura 34 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 na condição inicial.



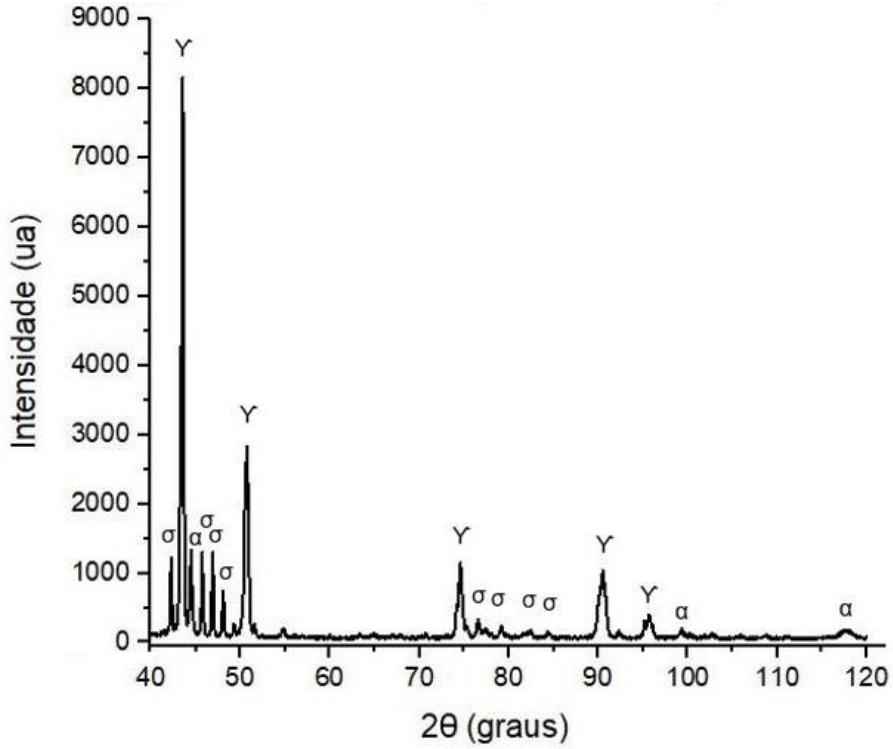
Fonte: Produzida pela autora.

Figura 35 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 800ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar.



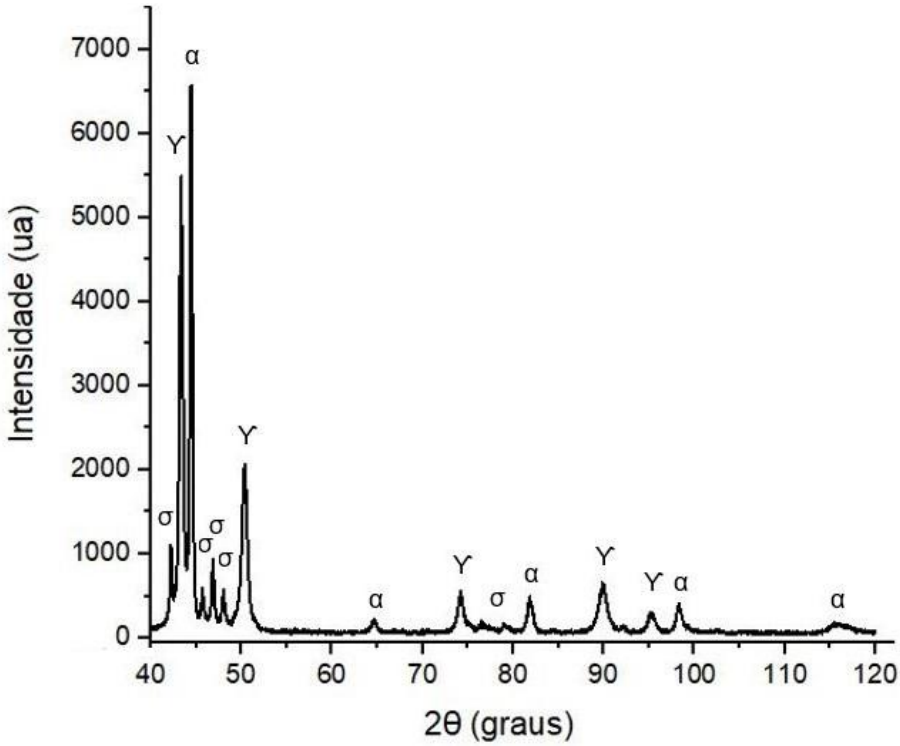
Fonte: Produzida pela autora.

Figura 36 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 850ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar.



Fonte: Produzida pela autora.

Figura 37 – Difração de raios X do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 900ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar.



Fonte: Produzida pela autora.

A análise quantitativa dos resultados obtidos nos difratogramas está apresentada na Tabela 11, que mostra as porcentagens das fases ferrita, austenita e sigma para as quatro condições estudadas.

Tabela 11 – Porcentagens das fases austenita, ferrita e sigma pelo método Rietveld.

	FASES		
Amostra	**Austenita**	**Ferrita**	**Sigma**
Condição Inicial	43,6%	56,4%	-
TT800G30MAr	58,0%	10,0%	32,0%
TT850G30MAr	63,2%	8,8%	28,0%
TT900G30MAr	55,5%	34,9%	9,6%

Fonte: Produzida pela autora.

Na amostra identificada como condição inicial, que passou por laminação a quente seguida de tratamento térmico a 1300°C por 40 minutos e resfriamento rápido com ar comprimido, foram observados apenas picos das fases α e γ, devido ao

resfriamento acelerado. Isso ocorre porque não há tempo suficiente para a difusão do cromo, níquel e molibdênio. Essa observação é corroborada pela análise por microscopia óptica e eletrônica de varredura, que são detalhadas na próxima seção, em consonância com os resultados de Magnabosco (2001,2009), Kashiwar et al. (2012) e Santos e Magnabosco (2016).

Nas amostras tratadas termicamente, observa-se a formação da fase sigma a partir da ferrita, além do aumento da proporção de fase austenita, uma vez que a austenita secundária é uma consequência da transformação da ferrita em sigma. Nos tratamentos térmicos a 800°C e 850°C por 30 minutos, houve uma maior porcentagem de formação de fase intermetálica, aproximadamente 30%. Já a 900°C por 30 minutos, com resfriamento ao ar, a presença da fase sigma diminui, sendo de cerca de 10%. Esses resultados estão em concordância com as pesquisas de Magnabosco (2009), Queiroz (2013), além da pesquisa de Davanageri, Narendranath e Kadoli (2015). É fundamental destacar que diferenças nas propriedades do material são esperadas em decorrência das variações nas composições do aço inoxidável duplex descritas na literatura, quando comparadas com o aço inoxidável super duplex analisado neste estudo. Essas variações incluem teores de cromo variando de 22% a 25%, de níquel de 5% a 7%, e de molibdênio de 3% a 4%.

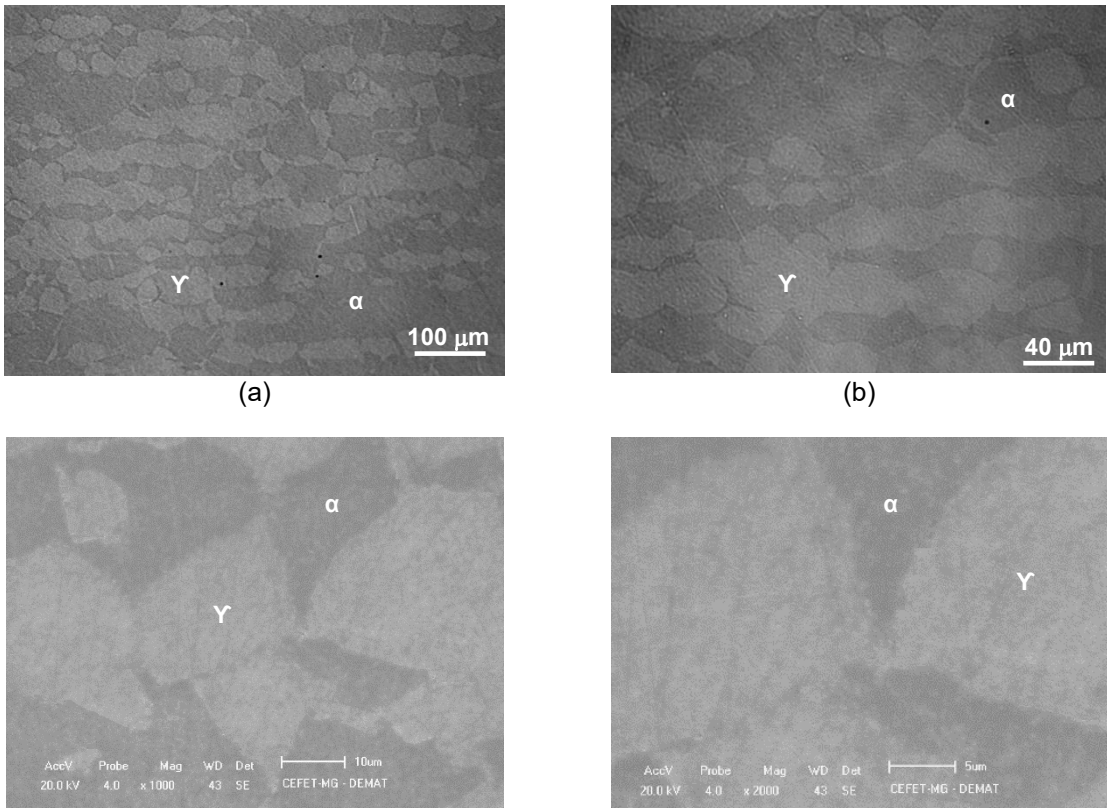
Além disso, observa-se a ausência de outras fases secundárias, como a fase chi, carbonetos, nitretos e sulfetos. Isso pode ser atribuído às baixas frações volumétricas dessas fases, aliadas às limitações das técnicas de caracterização microestrutural empregadas neste estudo. Para identificar fases secundárias com baixas frações volumétricas, como aquelas mencionadas acima, seriam necessárias técnicas mais avançadas de caracterização, como a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para o estudo da cristalografia e das frações dessas fases, ou mesmo a microscopia eletrônica de transmissão (MET) (BAYÃO, 2019).

5.2.2. Microscopias óptica e eletrônica de varredura

A análise das micrografias ópticas e de microscopia eletrônica de varredura fornece uma visão clara das alterações microestruturais. As imagens apresentadas nas Figuras 38 a 42 mostram as fases presentes nas diferentes condições de tratamento térmico.

1. **Condição Inicial (Figura 38):**
    - **Austenita (Y)**: A fase austenita aparece em tons de cinza claro, formando uma matriz contínua. Ela apresenta uma morfologia granular e é bem distribuída na microestrutura.
    - **Ferrita (α)**: A ferrita é vista em tons de cinza escuro, distribuídas entre a austenita.
    - **Ausência de Fase Sigma**: Não há fase sigma presente, o que é esperado devido ao resfriamento rápido que impede sua formação.

Figura 38 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex na condição inicial.

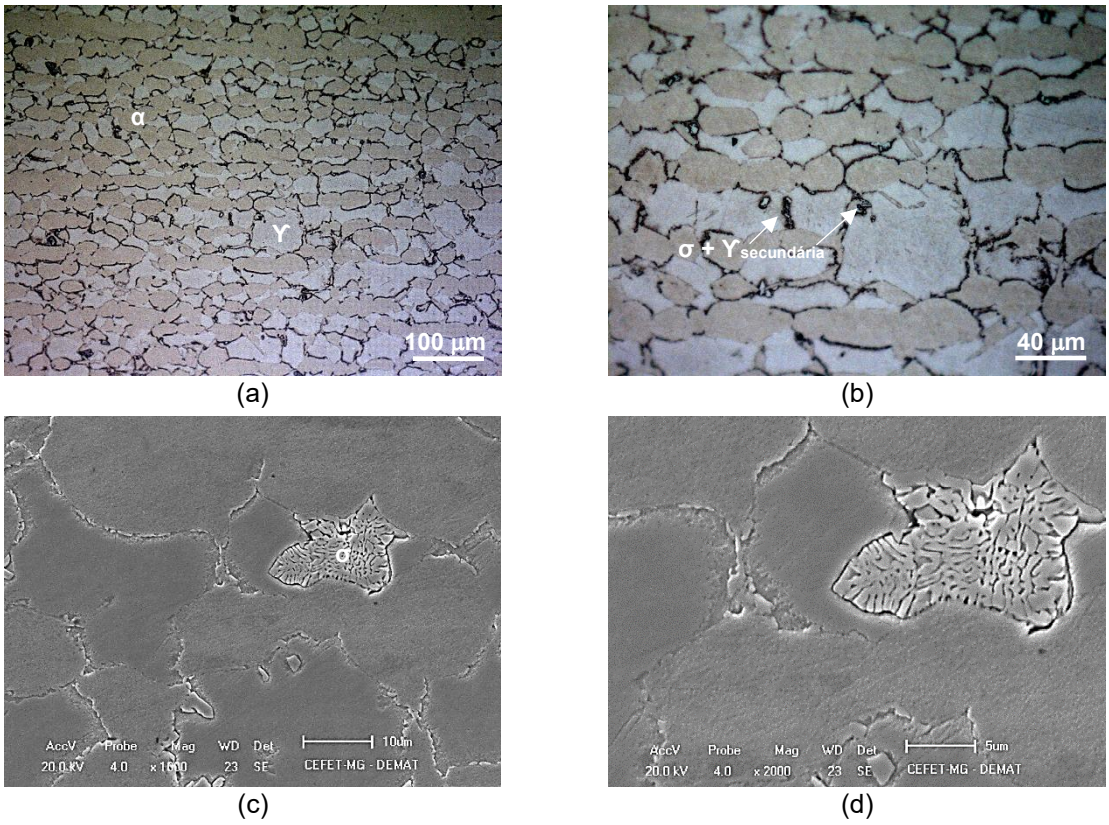


(a) e (b) microscopia óptica – ampliações distintas;
(c) e (d) microscopia eletrônica de varredura – ampliações distintas.
Fonte: Produzida pela autora.

Tratamento a 800°C (Figura 39):

- **Austenita (Y):** Continua presente em tons mais claros.
- **Ferrita (α):** A ferrita ainda aparece em tons de cinza escuro a preto e se transforma parcialmente em fase sigma.
- **Fase Sigma (σ):** A fase sigma aparece como precipitados intergranulares na ferrita, visíveis pela junção de contornos de grãos muito próximos uns aos outros. Esta fase é formada pela transformação da ferrita e é caracterizada por uma morfologia em forma de lamelas ou plaquetas. Uma análise mais detalhada das micrografias obtidas sugere a possível presença de uma quantidade adicional de fase sigma que não foi completamente revelada pelo ataque químico. Nas figuras 39(c) e 39(d), observam-se regiões com uma estrutura mais rugosa, o que indica a provável existência de fase sigma nessas áreas. Essa aparência ofuscada sugere que o ataque químico pode não ter sido suficientemente agressivo para expor completamente todas as áreas de precipitação da fase sigma, o que reforça a hipótese de uma maior fração dessa fase intermetálica no material. Essa hipótese é corroborada pelos resultados obtidos na quantificação por difração de raios X (DRX), utilizando o método de Rietveld, que identificaram frações adicionais dessa fase na análise quantitativa.

Figura 39 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 800ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar.



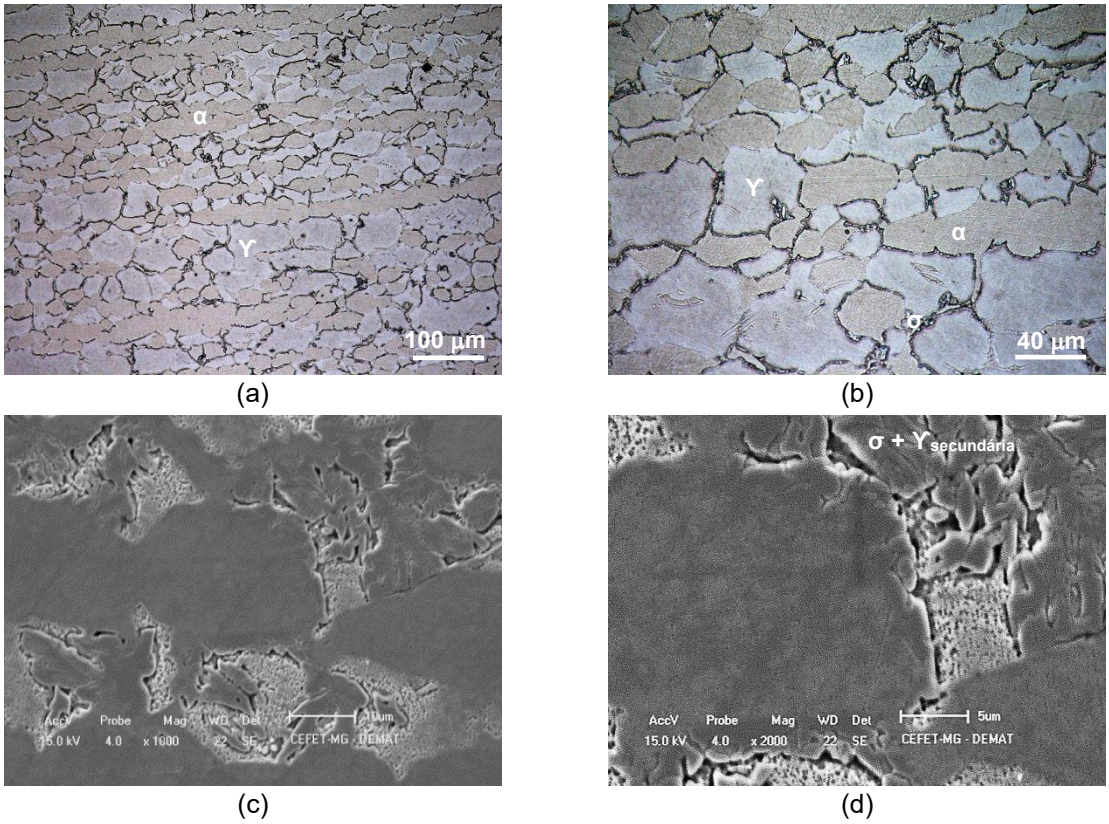
(a) e (b) microscopia óptica – ampliações distintas;
(c) e (d) microscopia eletrônica de varredura – ampliações distintas.
Fonte: Produzida pela autora.

Tratamento a 850°C (Figura 40):

- **Austenita (γ)**: Observa-se um aumento na quantidade de austenita, que aparece em tons de cinza claro.
- **Ferrita (α)**: A ferrita está presente em menor quantidade, exibindo uma morfologia mais arredondada devido à transformação em fase sigma.
- **Fase Sigma (σ)**: A fase sigma é visível em tons de cinza intermediário. Devido ao ataque químico do Behara modificado, a fase sigma aparece com um contraste maior, destacando-se dos grãos circundantes e com contornos de grão pretos. Assim como observado na amostra TT850G30Mar, é possível que a fase sigma não tenha sido completamente revelada na presente amostra. Nas micrografias apresentadas nas Figuras 40(c) e 40(d), verifica-se uma superfície com aparência rugosa e parcialmente ofuscada, o que indica a provável presença de fase sigma nessas regiões. A morfologia observada sugere que o

ataque químico utilizado pode não ter exposto totalmente essa fase, reforçando a hipótese de que uma quantidade adicional de sigma pode estar presente, mas de forma parcialmente atacada pelo Behara modificado.

Figura 40 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 850ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar.



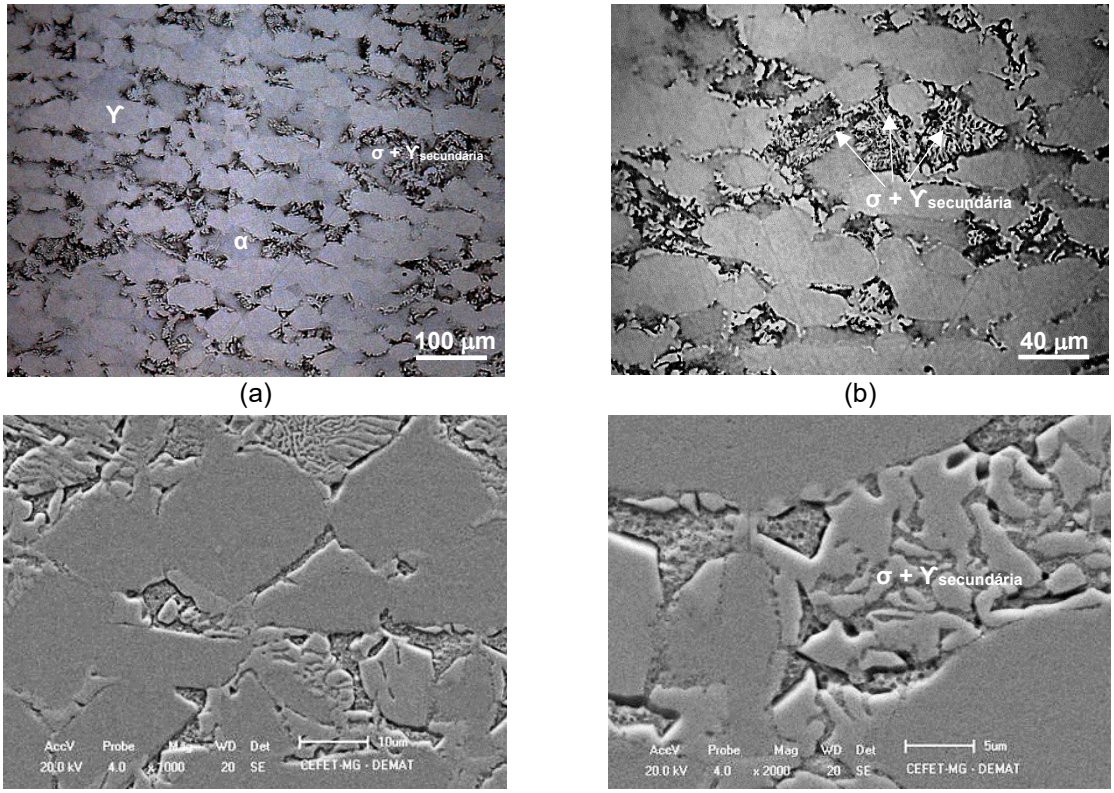
(a) e (b) microscopia óptica – ampliações distintas;
(c) e (d) microscopia eletrônica de varredura – ampliações distintas.
Fonte: Produzida pela autora.

Tratamento a 900°C (Figura 41):

- **Austenita (Y)**: A austenita está predominantemente presente, manifestando-se em tons de cinza claro e ocupando a maior parte da matriz. Além disso, observa-se a presença de austenita secundária, resultante do processo de transformação de fase, que se encontra junto à fase sigma.
- **Ferrita (α)**: A ferrita aparece em menor quantidade e em tons mais escuros, indicando que parte dela se transformou em fase sigma.
- **Fase Sigma (σ)**: A fase sigma continua apresentando uma morfologia em plaqueta com um contraste acentuado, destacando-se nitidamente dos grãos

circundantes. Os contornos dos grãos são delineados em preto, com grãos muito próximos entre si, criando uma figura que lembra a estrutura complexa de um cérebro. A natureza intergranular da fase sigma é evidente, com precipitados bem definidos ao longo das interfaces dos grãos de ferrita. Esse comportamento é similar àquele observado nas Figuras 12 e 13 (ESCRIBA et. al., 2009), em que a há a transformação da fase ferrita na fase sigma e austenita secundária, assim como também ilustrado nas Figuras 41.

Figura 41 – Microestrutura do aço inoxidável super duplex SAF 2507 tratado termicamente – temperatura 900ºC, tempo 30 min, resfriamento ao ar.



(a) e (b) microscopia óptica – ampliações distintas;
(c) e (d) microscopia eletrônica de varredura – ampliações distintas.
Fonte: Produzida pela autora.

Os resultados obtidos neste trabalho mostram-se consistentes com aqueles descritos na literatura. Magnabosco (2009) evidenciou a influência da temperatura no comportamento de transformação de fases em aços inoxidáveis duplex. De forma semelhante, no estudo de Queiroz (2013) foi relatada a formação da fase sigma em tratamentos térmicos do aço inoxidável UNS31803. Nesse trabalho, a microestrutura

apresentou modificações em função da temperatura e do tempo de encharque, sendo o resfriamento conduzido no interior do forno. Em particular, quanto ao desenvolvimento da fase sigma, Queiroz (2013) observou frações significativas dessa fase a partir de 750 °C, acompanhadas de redução na proporção de ferrita. Além disso, verificou que períodos de encharque mais longos favoreceram o início da precipitação da fase sigma.

Wang (2021) realizou uma revisão abrangente sobre a formação da fase sigma em aços inoxidáveis duplex, compilando resultados de diversos estudos. Ele destaca que a precipitação da fase sigma ocorre em um intervalo de temperatura entre 600°C e 1000°C, com formação significativa observada entre 700°C e 800°C, dependendo da composição específica do aço. A fração volumétrica da fase sigma no aço S31803 aumenta quase exponencialmente com o tempo de envelhecimento a 850°C, com a fase sigma aparecendo após apenas 5 minutos e atingindo 40% após 2 horas (MAGNABOSCO, 2009). Maehara et al. (1981) revelaram que a fase sigma pode precipitar a uma taxa de resfriamento de 0,25°C/s entre 700°C e 1000°C em aços como o 25Cr7Ni3Mo0.5Cu0.3W (equivalente ao aço S31260 ou SUS329J4L). Stradomski e Dyja (2005) demonstraram que a quantidade de fase sigma em um aço 25Cr6Ni3Mo3Cu (equivalente ao UNS S32550) varia significativamente dependendo do método de resfriamento aplicado a partir da temperatura de 1090°C, influenciando diretamente a taxa de resfriamento. Eles observaram que a fração de fase sigma era de 2,3% após têmpera em água, 3,4% com têmpera em óleo, 4,3% com resfriamento por ar comprimido, 6,5% com resfriamento ao ar, e alcançava 13,1% com resfriamento em forno. Esses resultados evidenciam a importância do controle da taxa de resfriamento para gerenciar a precipitação da fase sigma e, consequentemente, as propriedades finais do material.

Wang (2021) também destaca que a quantidade de fase sigma no aço S32205, ao ser resfriado continuamente a partir de 1020°C, variou de acordo com a taxa de resfriamento: aproximadamente 0,3% a uma taxa de 0,5°C/s, 1,0% a 0,25°C/s e 3,8% a 0,1°C/s (TAKIZAWA ET AL., 1984). Para evitar a precipitação excessiva da fase sigma, recomenda-se utilizar uma taxa de resfriamento de 0,25 °C/s. Além disso, observou-se que a quantidade de fase sigma diminui com o aumento da temperatura inicial. Por exemplo, nenhuma fase sigma foi precipitada a partir de 1200 °C com uma

taxa de 0,1 °C/s. Em contraste com os resultados mencionados, estudos teóricos e experimentais com o aço SAF2507 (super duplex) mostraram que a taxa crítica de resfriamento para formar 1% de fase sigma é de 0,4°C/s, quando aplicada à temperatura de solução de 1060°C (NILSSON, 1992).

Outro trabalho relevante é o de Villanueva et al. (2006), que realizou um estudo comparativo sobre a precipitação da fase sigma em três tipos de aços inoxidáveis: austenítico, superferrítico e duplex. Os autores observaram que a precipitação da fase sigma ocorre de forma mais rápida e completa nos aços duplex. Isso se deve à composição química da ferrita, que é rica em elementos formadores de sigma, como cromo (Cr), molibdênio (Mo) e silício (Si), e possui menores concentrações de níquel (Ni), nitrogênio (N) e carbono (C).

Os resultados de difração de raios X e análise microestrutural evidenciam a complexidade das transformações de fase em aços inoxidáveis super duplex. A formação da fase sigma durante tratamentos térmicos intermediários e sua subsequente redução em temperaturas mais altas ressaltam a importância de compreender as exigências mecânicas específicas de cada aplicação. Isso permite um controle preciso dos parâmetros de tratamento térmico, visando otimizar as propriedades do material conforme a aplicação requerida, garantindo assim a integridade estrutural dos componentes em serviço.

5.3. Ensaio de Dureza

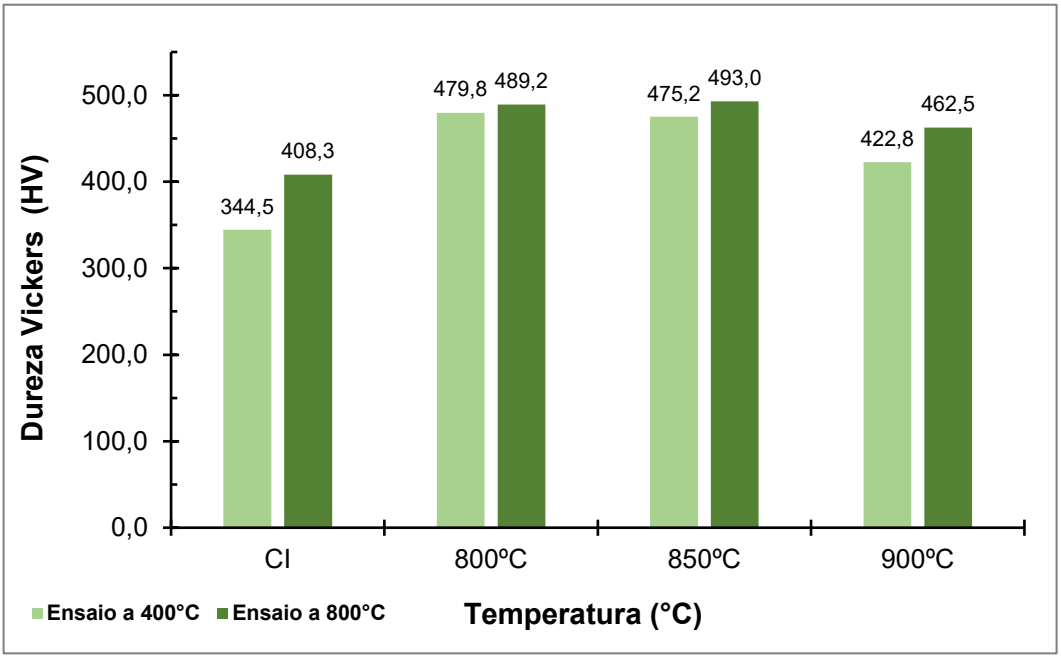
Para avaliar a dureza do aço inoxidável super duplex sob diferentes condições de tratamento térmico, a escala Vickers foi empregada nas seguintes amostras: CI usinada e reaquecida a 400°C, CI usinada e reaquecida a 800°C, TT800G30MAr usinada e reaquecida a 400°C, TT800G30MAr usinada e reaquecida a 800°C, TT850G30MAr usinada e reaquecida a 400°C, TT850G30MAr usinada e reaquecida a 800°C, TT900G30MAr usinada e reaquecida a 400°C, e TT900G30MAr usinada e reaquecida a 800°C, conforme apresentado na Tabela 12 e Figura 42.

Tabela 12 – Dureza Vickers das amostras de SAF 2507 com diferentes tratamentos térmicos e ensaios de desgaste a 400°C e 800°C.

Amostra	Ensaio de desgaste	Média (HV)	Desvio Padrão (HV)	Variância (HV)	Intervalo Inferior (HV)	Intervalo Superior (HV)
Condição Inicial	400°C	344,50	7,07	59,90	337,09	351,91
	800°C	408,33	10,24	125,87	397,59	419,08
TT800G30MAr	400°C	479,83	4,37	22,97	475,24	484,42
	800°C	489,17	7,51	67,77	481,28	497,05
TT850G30MAr	400°C	475,17	11,35	154,57	463,26	487,08
	800°C	493,00	11,83	168,00	480,58	505,42
TT900G30MAr	400°C	422,83	7,84	73,77	414,61	431,06
	800°C	462,50	7,07	59,90	455,09	469,91

Fonte: Produzida pela autora.

Figura 42 – Resultados de Dureza Vickers do aço inoxidável super duplex SAF 2507 após a realização dos tratamentos térmicos e ensaio de desgaste.



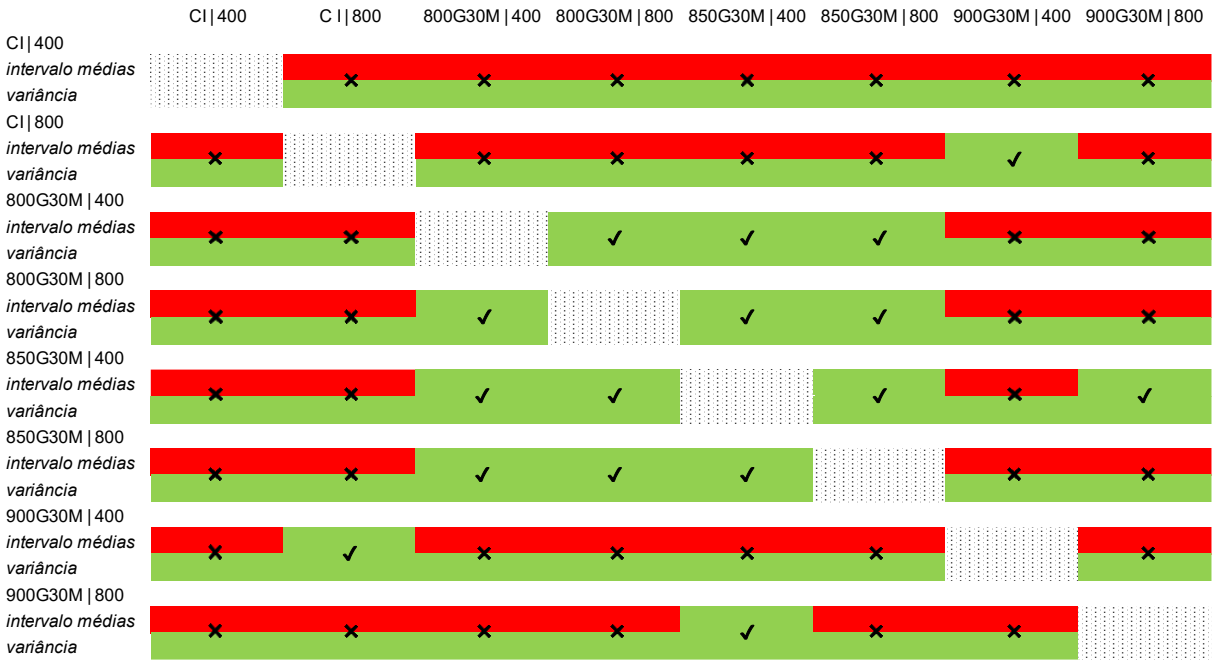
Fonte: Produzida pela autora.

De acordo com a análise estatística utilizando o teste t de *Student* e o teste F de Fischer, se houver alguma interseção dos intervalos de confiança das médias de uma condição com outra e se a razão das variâncias estiver contida entre os valores críticos de F1 e F2, isso indicará que as médias dos dois grupos são estatisticamente iguais. Portanto, se tanto a média quanto a variância exibirem interseção, isso indica que as duas condições são estatisticamente iguais em termos de dureza. No entanto,

se houver uma diferença na média ou na variância (ou em ambas), isso indicará que as duas condições têm valores de dureza estatisticamente diferentes.

Utilizando análise estatística, especificamente os testes t de Student e F de Fischer, observou-se que as durezas para as condições TT800G30MAr testadas a 400°C e 800°C, assim como TT850G30MAr testada a 400°C e TT850G30MAr testada a 800°C, apresentam equivalência estatística. Similarmente, as condições TT900G30MAr testadas a 400°C e a Condição Inicial testada a 800°C são estatisticamente equivalentes, bem como TT900G30MAr testada a 800°C e TT850G30MAr testada a 400°C, conforme demonstrado na Figura 43. Esta equivalência se justifica pela interseção das médias e variâncias dentro dos intervalos de confiança estabelecidos, e as razões das variâncias se mantêm dentro dos valores críticos de F1 e F2, confirmado a igualdade estatística entre os grupos analisados.

Figura 43 – Comparação estatística teste t de *Student* e teste F de Fischer entre as durezas das amostras.



Fonte: Produzida pela autora.

A condição inicial do aço inoxidável super duplex, testada a 400 °C e ainda sem a presença da fase sigma, apresentou dureza de 344,50 HV (±7,07). Esse valor é característico da microestrutura balanceada de austenita e ferrita. Além disso, a baixa

dispersão dos resultados indica boa reprodutibilidade e garante a confiabilidade das medições.

De acordo com Atlas Steels (2021) e o catálogo do fornecedor Sandvik (2016), a dureza típica dos aços inoxidáveis super duplex, como o SAF 2507, é geralmente em torno de 30 HRC, não excedendo 32 HRC. Para facilitar a comparação entre os valores de dureza das amostras, medidos em diferentes escalas (HRC e HV), considera-se que 32 HRC corresponde aproximadamente a 310 HV10. Essa equivalência baseia-se nas tabelas de conversão da norma DIN EN ISO 18265 (2004), que se aplicam a uma carga de 10kgf. Embora este estudo tenha empregado uma carga de 2kgf, a conversão para HV proporciona uma estimativa razoável do valor de dureza, independente da carga aplicada. Isso está alinhado com os resultados observados para a amostra na Condição Inicial testada a 400°C, em que a dureza máxima para aços duplex pode variar, mas geralmente, valores acima de 30 HRC indicam um material tratado termicamente, como é o caso das outras sete amostras.

Os ensaios de dureza Vickers demonstram que as amostras de aço inoxidável super duplex SAF 2507, quando submetidas a diferentes condições de temperatura durante o tratamento térmico apresentaram variações na dureza. Conforme ilustrado na Figura 42, a dureza Vickers (HV) das amostras varia consideravelmente entre as condições térmicas: A amostra na Condição Inicial apresenta uma dureza de 344,5 HV a 400°C e 408,3 HV a 800°C, demonstrando um aumento na dureza com o aumento da temperatura de ensaio. A amostra tratada a 800°C mostra durezas de 479,8 HV a 400°C e 489,2 HV a 800°C, indicando uma tendência de aumento da dureza com a elevação da temperatura de tratamento térmico e de ensaio. A amostra tratada a 850°C exibe uma dureza de 475,2 HV a 400°C e 493,0 HV a 800°C, sendo esta última a maior dureza observada entre todas as amostras, refletindo o efeito endurecedor da temperatura mais elevada e um aumento na porcentagem de fase sigma. A menor diferença observada entre as amostras tratadas termicamente a 800 °C e 850 °C, após os reaquecimentos a 400 °C e 800 °C, pode ser explicada pelo fato de essas condições já apresentarem elevada fração de fase sigma. Como a formação dessa fase possui um limite máximo, a variação adicional durante o reaquecimento é restrita. Ainda assim, nota-se um aumento de dureza no reaquecimento a 800 °C. Entretanto, essa diferença se torna mais significativa em amostras que inicialmente

não apresentavam fase sigma, ou possuíam apenas pequenas quantidades, como no caso da condição inicial e daquela tratada a 900 °C por 30 minutos, seguida de resfriamento ao ar. Finalmente, a amostra submetida ao tratamento térmico a 900°C apresentou uma redução na dureza em relação à amostra tratada a 850ºC, registrando 422,8 HV quando testada a 400°C e 462,5 HV a 800°C. Esta redução no valor máximo de dureza Vickers é indicativa de uma menor porcentagem de fase sigma em comparação com as outras condições tratadas. Tal comportamento está alinhado com a curva de Transformação Contínua de Resfriamento para este tipo de aço.

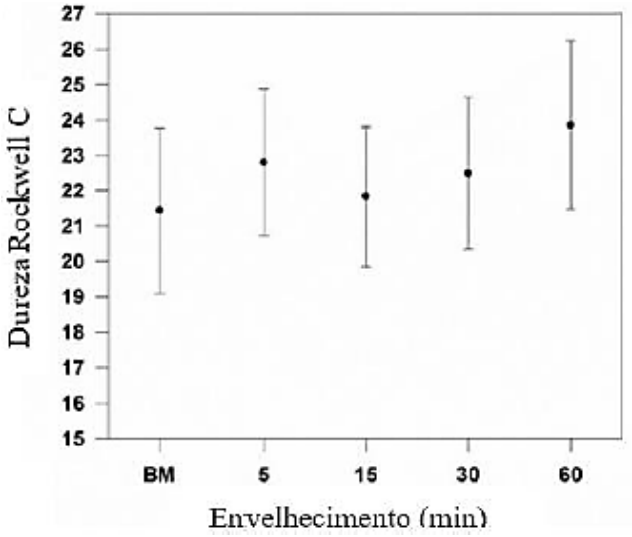
As variações na dureza entre as amostras tratadas a 400°C e 800°C são consistentes com as transformações microestruturais induzidas pelas diferentes temperaturas de tratamento e ensaio, demonstrando que a resistência do material aumenta com a temperatura até certo ponto antes de começar a declinar. A análise estatística confirmou a confiabilidade das medições de dureza, com pequenas variações entre as amostras em cada estado específico, o que suporta a interpretação de que os tratamentos térmicos influenciam diretamente a dureza do aço inoxidável super duplex SAF 2507.

No estudo de Martins e Casteletti (2005), verificou-se que a dureza do aço inoxidável super duplex ASTM A890 GR 6A é diretamente afetada pela fase sigma. Após tratamento a 900 °C por 2 h, a dureza atingiu 375 HB (≈380 HV10, DIN EN ISO 18265, 2004), associada a uma fração volumétrica de sigma de 37,4%. No presente estudo, as amostras apresentaram valores de dureza iguais ou superiores, indicando maior concentração de sigma após o ensaio de desgaste a alta temperatura, em concordância com Martins e Casteletti (2005).

Disha et al. (2021) investigaram o aço UNS Zeron 100 envelhecido a 850 °C e constataram aumento progressivo da dureza Rockwell em função do tempo, atingindo 60,5 HRC (>650 HV) após 90 min. Em comparação, as amostras deste estudo tratadas a 850 °C por 30 min e resfriadas ao ar apresentaram dureza inferior, resultado atribuído ao menor tempo de envelhecimento e às condições de resfriamento. Essa comparação evidencia que parâmetros de processo, como tempo de tratamento e método de resfriamento, controlam a fração de sigma e a dureza final do material.

Abra-Arzola et al. (2017) analisaram o efeito da precipitação de fases intermetálicas na resistência ao desgaste do aço duplex UNS S32205. O aumento da resistência foi correlacionado ao ganho de dureza pela precipitação nos contornos ferríticos. Nesse estudo, o material tratado a 850 °C por 30 min e resfriado ao ar apresentou dureza de 22,5 HRC (≈250 HV10, DIN EN ISO 18265, 2004), conforme Figura 44. Em contraste, as amostras de aço super duplex avaliadas aqui exibiram valores de dureza superiores. Essa diferença está relacionada à maior fração de ferrita e sigma, favorecida pelos teores mais elevados de elementos de liga, como cromo. Além disso, as medições deste trabalho foram realizadas após tratamento térmico e ensaios em alta temperatura, o que intensifica a presença e o efeito da sigma intermetálica.

Figura 44 – Efeito do tempo de envelhecimento sobre valores de dureza Rockwell C do material base das amostras tratadas termicamente a 850°C para o aço UNS S32205.



Fonte: Adaptado de Abra-Arzola et al. (2017).

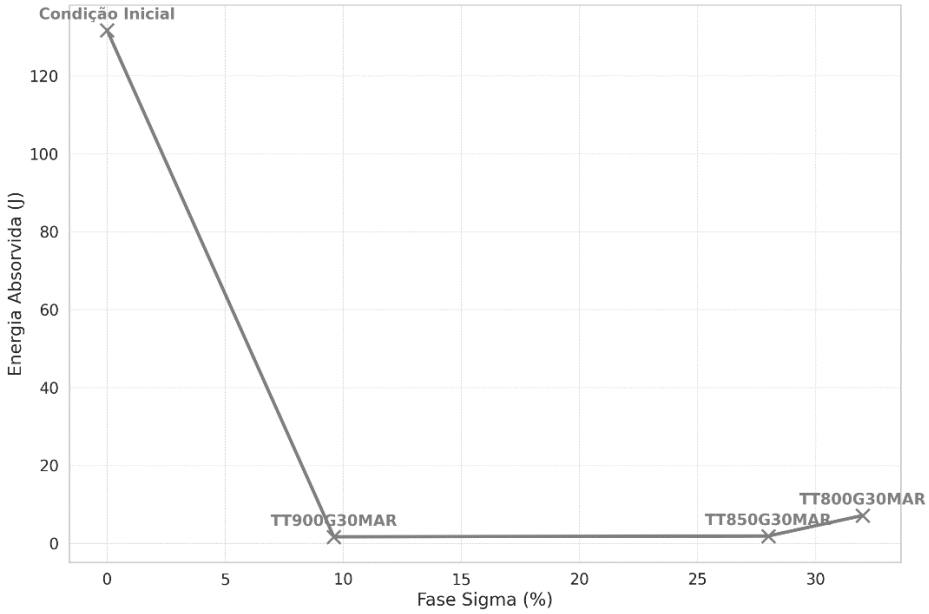
*BM: material base

5.4. Ensaio de Impacto

O estudo da fase sigma em aços duplex é relevante, pois essa fase intermetálica, de natureza frágil, pode reduzir significativamente a energia absorvida sob impacto.

Durante tratamentos térmicos, a formação da fase sigma pode transformar um material de alta resistência em uma estrutura mais suscetível à fragilidade, comprometendo sua aplicabilidade em ambientes que exigem resistência a impactos. No gráfico apresentado na Figura 45, observa-se uma queda acentuada na energia absorvida com o aumento dessa fase. A condição inicial, sem fase sigma, absorveu 131,77 J, indicando alta tenacidade. Em contraste, com apenas 9,6% de fase sigma (TT900G30MAr), a energia absorvida caiu para 1,70 J. Essa tendência continua com 28% (TT850G30MAr) e 32% (TT800G30MAr) de fase sigma, absorvendo 1,90 J e 7,17 J, respectivamente.

Figura 45 – Impacto da Fase Sigma na Energia Absorvida.



Fonte: Produzida pela autora.

Ao analisar os resultados do gráfico e compará-los com a literatura, fica evidente que a fase sigma tem um impacto significativo na tenacidade ao impacto de aços duplex. A redução na energia absorvida é uma clara indicação do impacto negativo da fase sigma na tenacidade do material. Martins e Casteletti (2005) destacam que, após tratamento térmico a 900°C por 2 horas, com uma fração volumétrica de 37,4% de fase sigma, a dureza do material aumentou significativamente, mas isso resultou em uma diminuição correspondente na tenacidade ao impacto. Esse fenômeno é explicado pela transformação do material, que de tenaz se torna frágil com a

precipitação da fase sigma, refletindo em uma menor capacidade de absorção de energia durante esforços dinâmicos.

Ahiale et al. (2018) destacam que até mesmo pequenas frações de fase sigma, como 2-4%, podem provocar uma redução superior a 80% na tenacidade do aço inoxidável super duplex SAF 2507. A análise da precipitação de fase sigma em diferentes profundidades de uma amostra com 200 mm de espessura revelou que, conforme evidenciado na Tabela 13, apenas 1,3% de fase sigma já foi suficiente para causar uma queda significativa na resistência ao impacto, especialmente em profundidades superiores a 0,1T (20 mm). A energia absorvida variou de 75,25 J, com 0,01% de fase sigma, para apenas 25,46 J, com 9,89% de fase sigma, dependendo da profundidade e da quantidade de fase sigma presente na região analisada. A análise de fratura mostrou que a proximidade entre as partículas de fase sigma foi determinante para a quantidade de trincas frágeis, iniciando a transição de fratura dúctil para frágil, o que está diretamente associado à redução drástica da resistência ao impacto com o aumento da profundidade.

Tabela 13 – Resultados do ensaio de impacto e fração de área dos precipitados em relação à profundidade a partir da superfície.

Tipo de Amostra	**Energia de Ruptura (J)**	**Resistência ao Impacto (MJ/m²)**	**Fração de Área dos Precipitados (%)**
0,05T (superfície)	75,25	941	0,01
0,10T	75,02	938	0,02
0,15T	44,55	557	1,31
0,20T	46,23	578	1,69
0,25T	36,94	462	2,34
0,30T	27,46	343	7,88
0,35T	27,16	340	8,21
0,40T	25,46	318	9,89
0,45T	40,46	506	2,06
0,50T (centro)	33,55	419	3,3

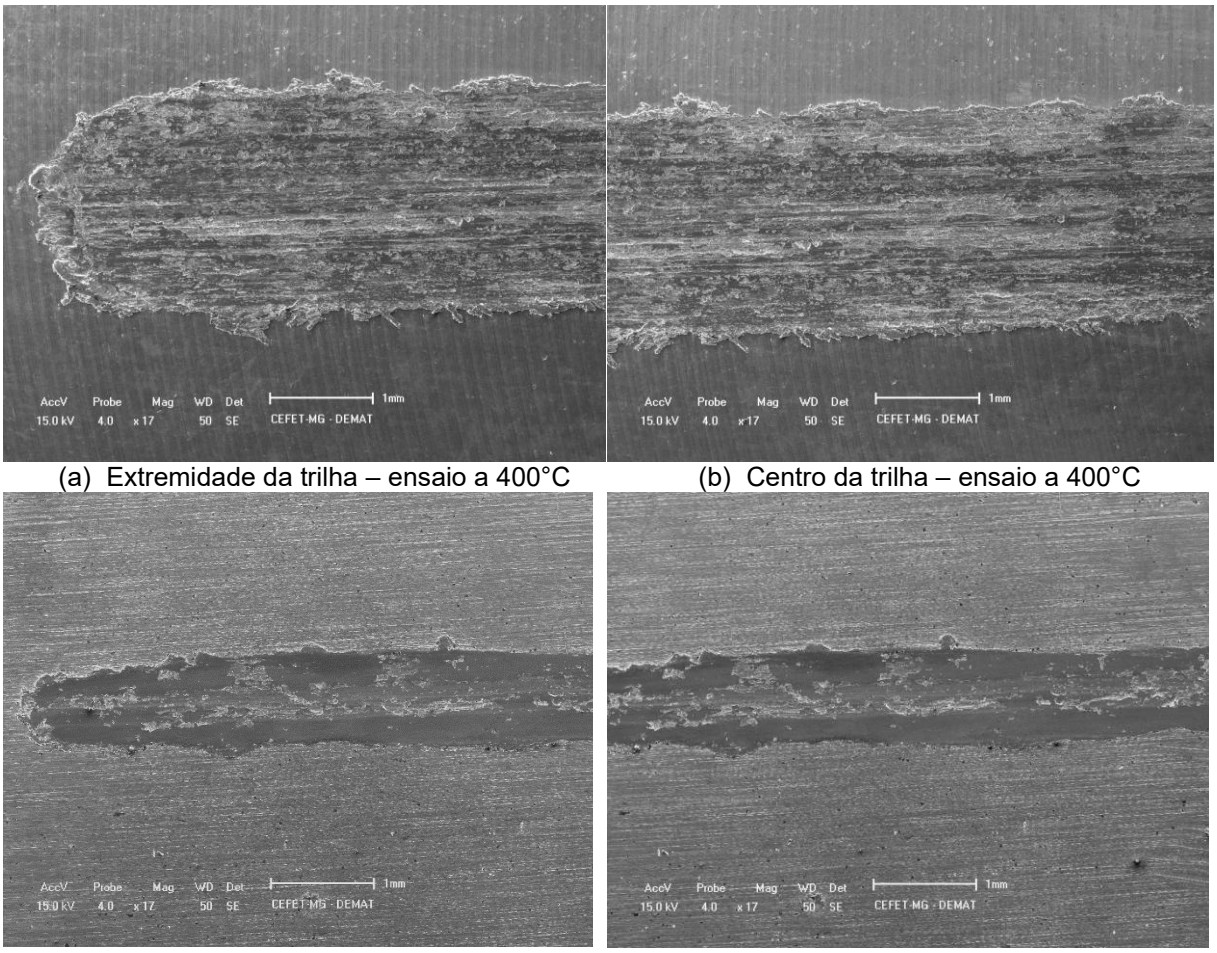
Fonte: Traduzido de AHIALE et al., 2018.

5.5. Ensaio de desgaste a alta temperatura

5.5.1. Microscopia eletrônica de varredura após ensaio de desgaste

As imagens apresentadas nas Figuras 46 a 49 mostram as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) das trilhas de desgaste das amostras ensaiadas a 400°C e 800°C, respectivamente, nas condições Condição Inicial, TT800G30MAr, TT850G30MAr e TT900G30MAr. Em cada figura, são exibidas as regiões da extremidade e do centro da trilha de desgaste, proporcionando uma análise detalhada da distribuição do material e da morfologia das trilhas em diferentes áreas da superfície ensaiada. Essas micrografias servem como base visual para a avaliação dos mecanismos de desgaste abrasivo predominantes e das variações morfológicas entre as amostras testadas em diferentes condições térmicas, permitindo a análise comparativa da resistência ao desgaste dos diferentes tratamentos térmicos aplicados.

Figura 46 – MEV da trilha de desgaste da amostra Condição Inicial.

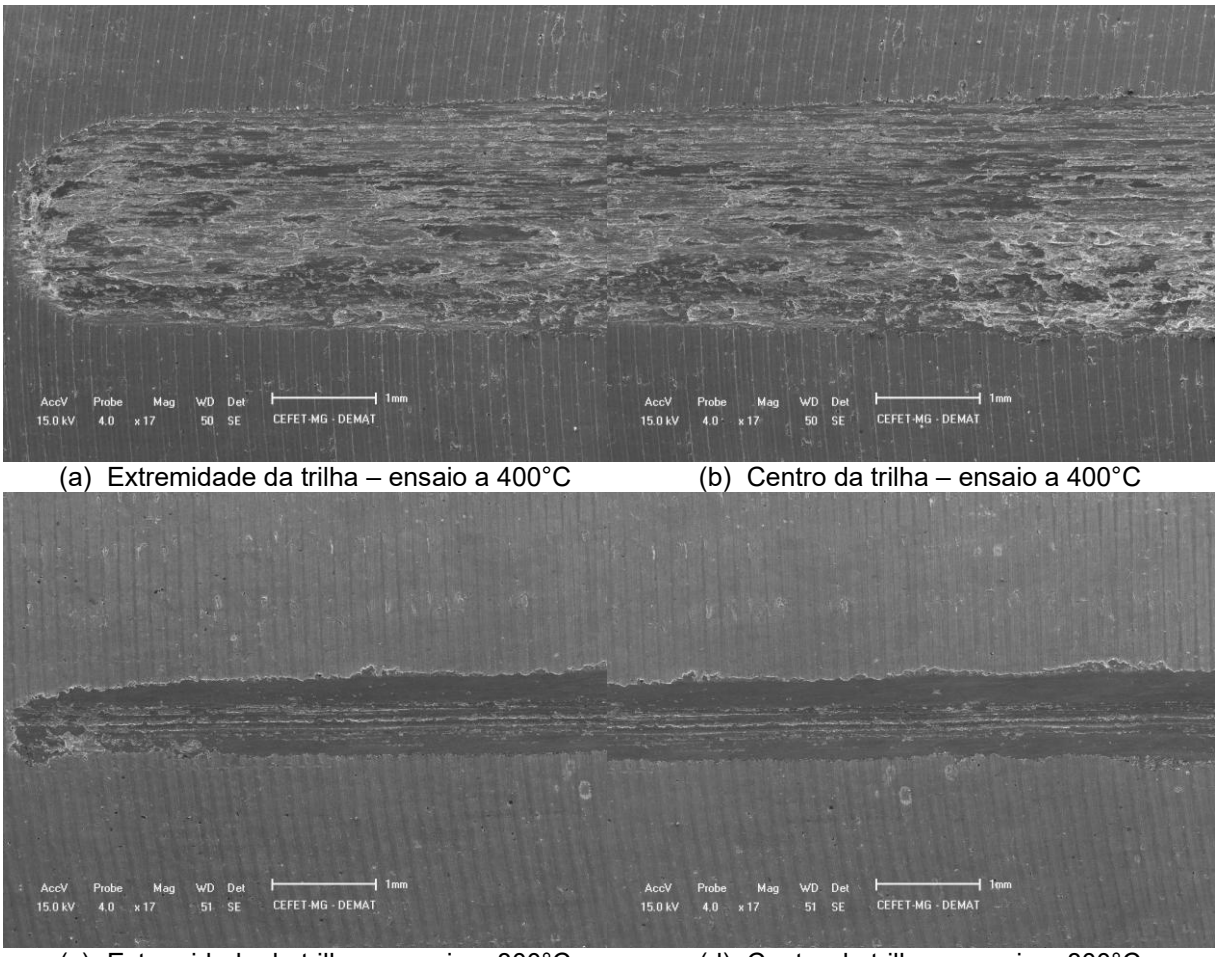


(a) Extremidade da trilha – ensaio a 400°C (b) Centro da trilha – ensaio a 400°C

(c) Extremidade da trilha – ensaio a 800°C (d) Centro da trilha – ensaio a 800°C

Fonte: Produzida pela autora.

Figura 47 – MEV da trilha de desgaste da amostra TT800G30MAr.

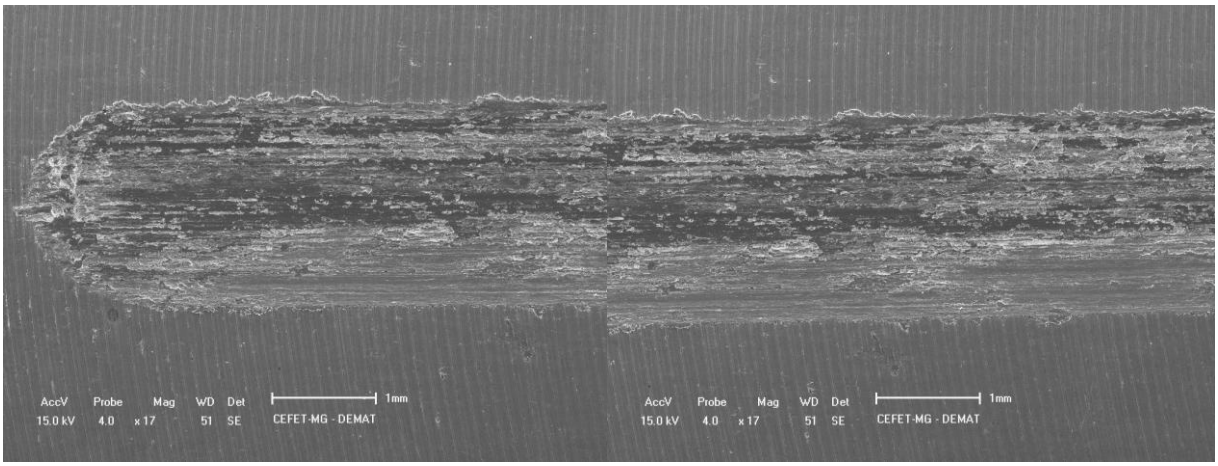


(a) Extremidade da trilha – ensaio a 400°C (b) Centro da trilha – ensaio a 400°C

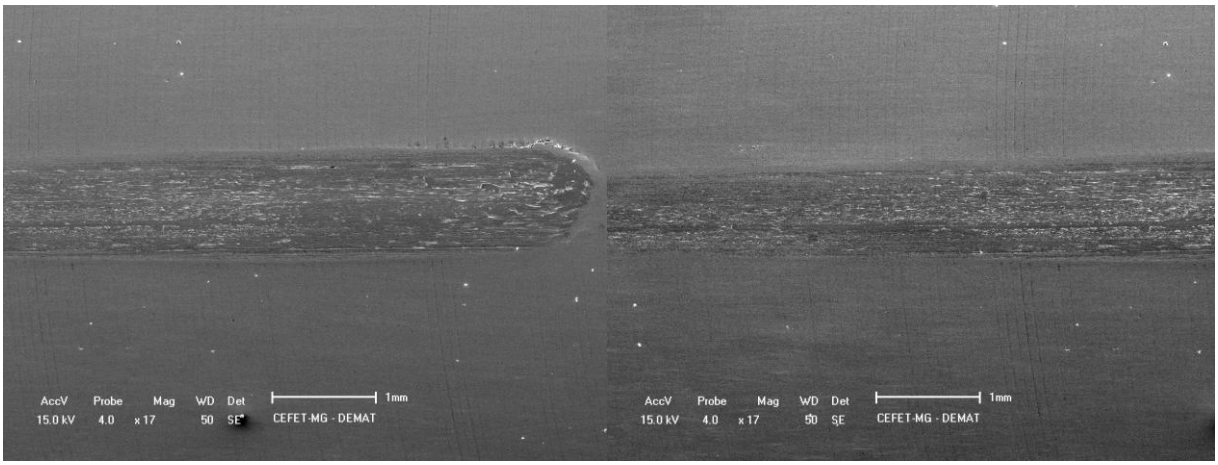
(c) Extremidade da trilha – ensaio a 800°C (d) Centro da trilha – ensaio a 800°C

Fonte: Produzida pela autora.

Figura 48 – MEV da trilha de desgaste da amostra TT850G30MAr.



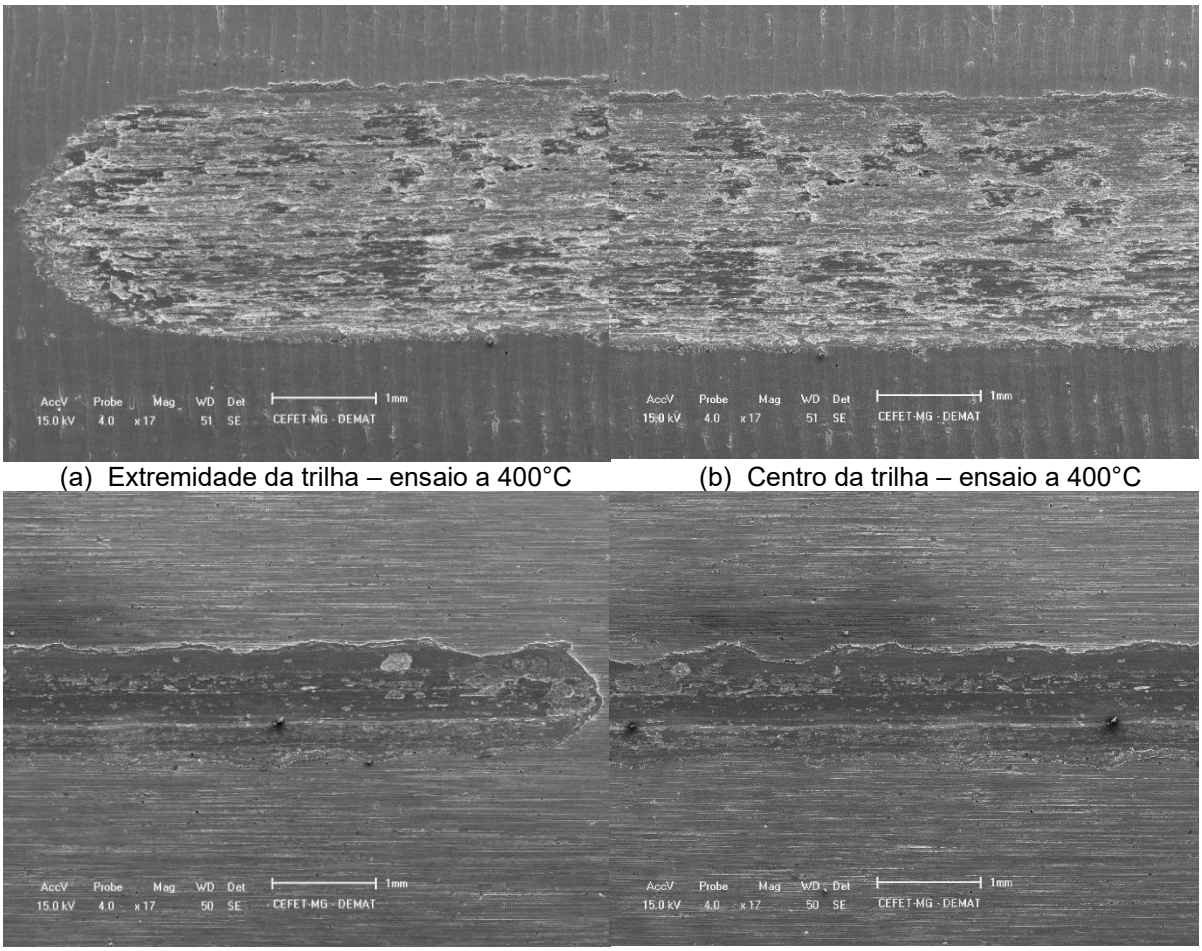
(a) Extremidade da trilha – ensaio a 400°C (b) Centro da trilha – ensaio a 400°C



(c) Extremidade da trilha – ensaio a 800°C (d) Centro da trilha – ensaio a 800°C

Fonte: Produzida pela autora.

Figura 49 – MEV da trilha de desgaste da amostra TT900G30MAr.



(a) Extremidade da trilha – ensaio a 400°C (b) Centro da trilha – ensaio a 400°C

(c) Extremidade da trilha – ensaio a 800°C (d) Centro da trilha – ensaio a 800°C

Fonte: Produzida pela autora.

Ao analisar as imagens das amostras submetidas aos ensaios de desgaste, é possível estabelecer uma nítida divisão entre os comportamentos das amostras ensaiadas a 400°C e aquelas ensaiadas a 800°C, com base nos mecanismos de desgaste abrasivo e na morfologia das trilhas. Esses dois grupos mostram distintos comportamentos tribológicos e características de desgaste, relacionados diretamente às diferenças nas temperaturas de ensaio e nas fases presentes no material.

Nas figuras, (a) e (b), das amostras submetidas ao ensaio de 400°C, percebe-se um desgaste acentuado, com sulcamento, que é um dos principais mecanismos de desgaste abrasivo em materiais dúcteis. Esse fenômeno é confirmado pela presença de sulcos profundos e paralelos, acompanhados de material espalhado nas bordas da trilha de desgaste. Esse comportamento é típico de materiais que experimentam ângulos de ataque acima do ângulo crítico de corte (HUTCHINGS e SHIPWAY, 2017).

Em tais condições, o abrasivo penetra profundamente na superfície e remove material em grandes partículas, o que resulta em uma maior taxa de desgaste. Além disso, a presença de regiões heterogêneas com maior deformação, especialmente na amostra TT900G30MAr, indica que as partículas abrasivas removeram material de forma irregular, resultando em um desgaste mais pronunciado e espalhamento de material ao redor da pista de desgaste. Na amostra da Condição Inicial, onde não há presença de fase sigma, o sulcamento é o mecanismo dominante. Essa heterogeneidade na morfologia das trilhas de desgaste é uma prova de um comportamento predominantemente plástico, onde as fases presentes não oferecem resistência suficiente para impedir a remoção de material em grandes quantidades.

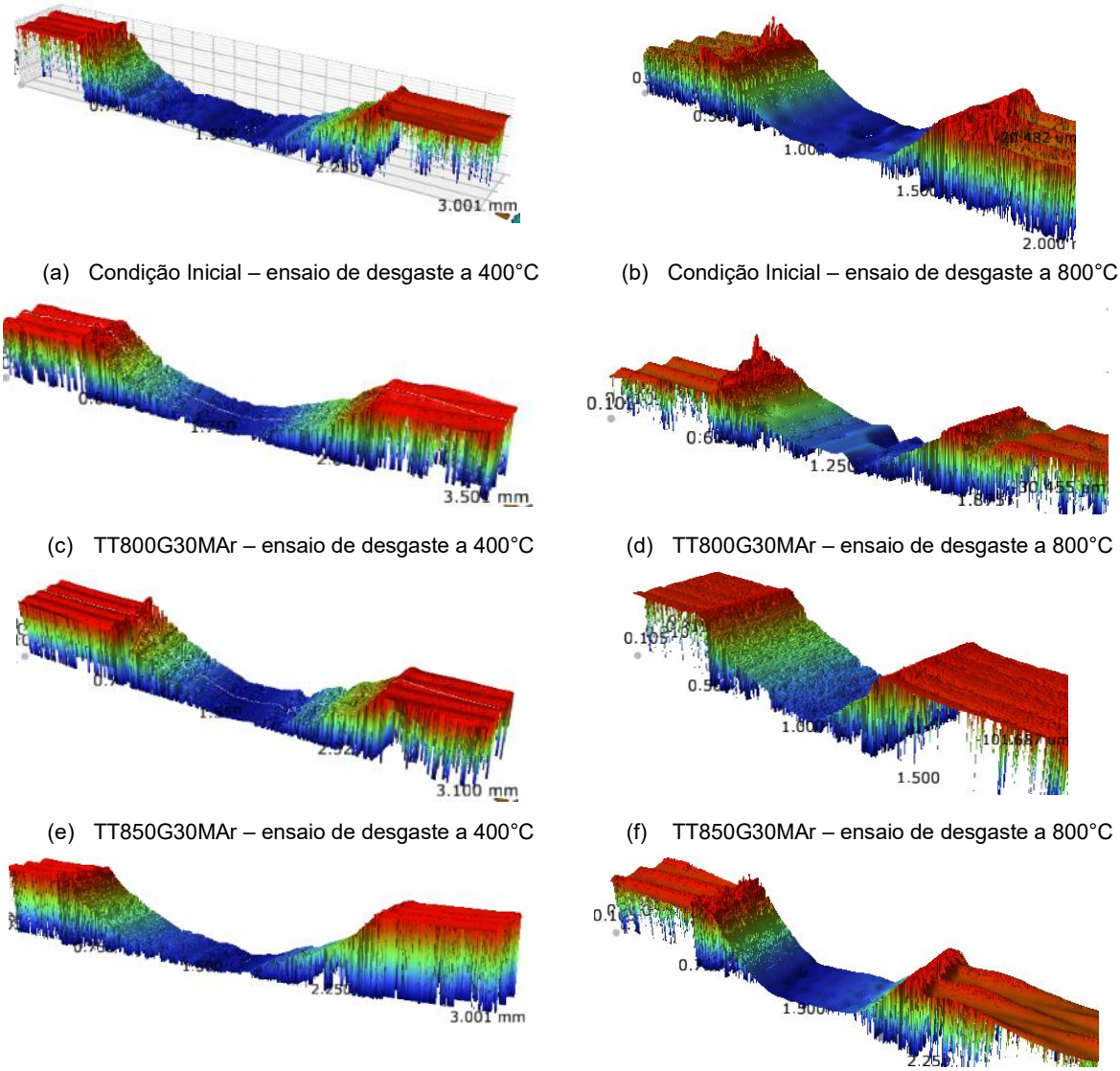
As quatro amostras ensaiadas a 800°C, figuras (c) e (d), por outro lado, mostram uma significativa melhora na resistência ao desgaste, evidenciada por trilhas de desgaste mais limpas, com menos espalhamento de material e sulcos mais rasos. Esse comportamento pode ser explicado pela maior dureza da superfície em função da formação de fase sigma adicional durante o ensaio de desgaste realizado a elevada temperatura. Conforme descrito por Hutchings e Shipway (2017), em materiais mais duros, o desgaste abrasivo ocorre com ângulos de ataque inferiores ao ângulo crítico de corte, resultando em um mecanismo de microcorte, onde partículas menores de material são removidas. A menor taxa de desgaste observada na amostra TT800G30MAr, com 32% de fase sigma e ensaiada a 800°C, é atribuída à maior dureza conferida pela presença dessa fase intermetálica. As imagens de MEV mostram trilhas de desgaste mais definidas, com áreas vazias na superfície, o que indica uma menor quantidade de material removido. Essa ausência de material arrancado confirma a menor taxa de desgaste, uma vez que a formação de fase sigma endurece a superfície e impede a ação dos abrasivos de forma eficaz.

5.5.2. Taxa de desgaste

As análises de perfilometria óptica das trilhas de desgaste a 400 °C e 800 °C, ilustradas nas Figuras 50(a) a 50(h), evidenciam a variação do volume de material removido sob diferentes condições térmicas do aço inoxidável super duplex. Esses volumes foram utilizados para o cálculo da taxa de desgaste, de acordo com as Equações 4 e 5, apresentadas na Figura 51. Os resultados demonstram que as

amostras testadas a 800 °C exibiram maior resistência ao desgaste em comparação às testadas a 400 °C. Tal comportamento é perceptível nas imagens de perfilometria, onde todas as condições reaquecidas a 800 °C apresentam menor largura da trilha de desgaste. Como essas imagens correspondem a cortes no sentido transversal da trilha, os resultados corroboram as observações feitas por MEV na Figura 49. Essa melhora no desempenho pode estar associada à formação de fases intermetálicas, como a sigma, em condições de alta temperatura, que contribuem para o aumento da resistência ao desgaste.

Figura 50 – Perfilometria óptica das trilhas de desgaste das amostras.



(a) Condição Inicial – ensaio de desgaste a 400°C

(b) Condição Inicial – ensaio de desgaste a 800°C

(c) TT800G30MAr – ensaio de desgaste a 400°C

(d) TT800G30MAr – ensaio de desgaste a 800°C

(e) TT850G30MAr – ensaio de desgaste a 400°C

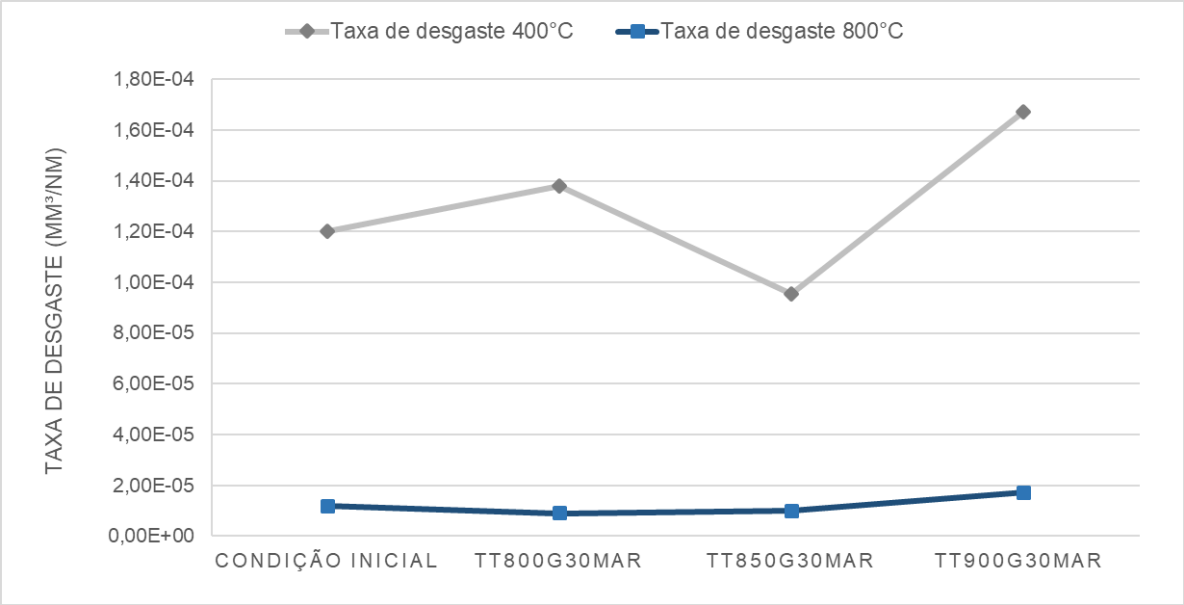
(f) TT850G30MAr – ensaio de desgaste a 800°C

(g) TT900G30MAr – ensaio de desgaste a 400°C

(h) TT900G30MAr – ensaio de desgaste a 800°C

Fonte: Produzida pela autora.

Figura 51 – Taxa de desgaste a 400°C e 800°C por condição.



Fonte: Produzida pela autora.

No gráfico apresentado na Figura 51, observa-se a taxa de desgaste de amostras de aço inoxidável super duplex SAF 2507 sob diferentes condições de tratamento térmico (condição inicial, tratamentos a 800°C, 850°C e 900°C por trinta minutos e subsequente resfriamento ao ar). A Condição Inicial mostrou uma taxa de desgaste de aproximadamente 1,20E-04 mm³/Nm ± 7,64E-06 mm³/Nm a 400°C e uma redução significativa para 1,19E-05 mm³/Nm ± 2,11E-06 mm³/Nm a 800°C. Esse comportamento indica que o aumento da temperatura de ensaio melhora a resistência ao desgaste, devido à transformação de fase e redistribuição de tensões internas.

Para a condição TT800G30MAr, com 32% de fase sigma, a taxa de desgaste foi de 1,38E-04 mm³/Nm ± 7,64E-06 mm³/Nm a 400°C, reduzindo-se drasticamente para 9,07E-06 mm³/Nm ± 3,11E-06 mm³/Nm a 800°C. Esta condição apresentou a menor taxa de desgaste, destacando-se como a mais resistente ao desgaste entre todas as oito condições testadas, assim como ilustrado nas figuras de MEV 47(c) e 47(d). Esse resultado destaca o papel crucial da fase sigma na redução do desgaste, especialmente a 800°C, uma temperatura em que a cinética de formação dessa fase é favorecida. Além da quantidade inicial de 32% de fase sigma, é provável que durante o teste a essa alta temperatura tenha ocorrido uma precipitação adicional dessa fase, uma vez que a cinética de formação de fase sigma é acelerada a essa faixa térmica.

A presença significativa de fase sigma aumenta a dureza do material e reduz os mecanismos de desgaste abrasivo e de deformação plástica.

A amostra TT850G30MAr apresentou uma taxa de desgaste de 9,54E-05 mm³/Nm ± 6,81E-06 mm³/Nm a 400°C, que se reduziu para 1,00E-05 mm³/Nm ± 2,40E-06 mm³/Nm no teste a 800°C. Embora a redução seja significativa, não foi tão expressiva quanto a condição TT800G30MAr.

A condição TT900G30MAr, com apenas 9,6% de fase sigma, apresentou a maior taxa de desgaste a 400°C, alcançando 1,67E-04 mm³/Nm ± 2,24E-05 mm³/Nm, o que representa o pior desempenho entre todas as condições testadas. Esse resultado é ilustrado nas figuras de MEV 49(a) e 49(b), onde o desgaste acentuado é visível. Essa baixa resistência ao desgaste pode ser atribuída à menor quantidade de fase sigma presente, juntamente com uma maior fração de ferrita (34,9%) e austenita (55,5%). A ferrita e austenita, sendo mais dúcteis e menos resistentes ao desgaste em comparação com a fase sigma, contribuem para a suscetibilidade ao desgaste em temperaturas de teste mais baixas, como a 400°C. Contudo, ao aumentar a temperatura do ensaio para 800°C, houve uma significativa melhora na resistência ao desgaste, refletida na redução da taxa de desgaste para 1,71E-05 mm³/Nm ± 2,62E-06 mm³/Nm. Esse comportamento se deve, em parte, à formação adicional de fase sigma durante o ensaio, já que essa temperatura favorece a precipitação dessa fase intermetálica, o que aumenta a dureza do material e, consequentemente, sua resistência ao desgaste. Assim, embora a quantidade inicial de fase sigma seja baixa, o aumento da temperatura do ensaio permite que o material atinja uma melhor resistência ao desgaste.

O estudo conduzido por Fargas, Mestra e Mateo (2013) investigou o impacto da fase sigma no comportamento ao desgaste à temperatura ambiente por deslizamento de um aço inoxidável super duplex. O material foi tratado termicamente a temperaturas entre 875°C e 975°C para promover a formação da fase sigma, seguido de testes de desgaste utilizando a técnica de esfera sobre disco, sob condições de deslizamento variadas e com uma velocidade constante. Os resultados demonstraram que o aumento da fração volumétrica de fase sigma na matriz de austenita/ferrita melhorou significativamente a resistência ao desgaste, tanto em ambientes secos quanto corrosivos. Essa melhora se deve à maior dureza

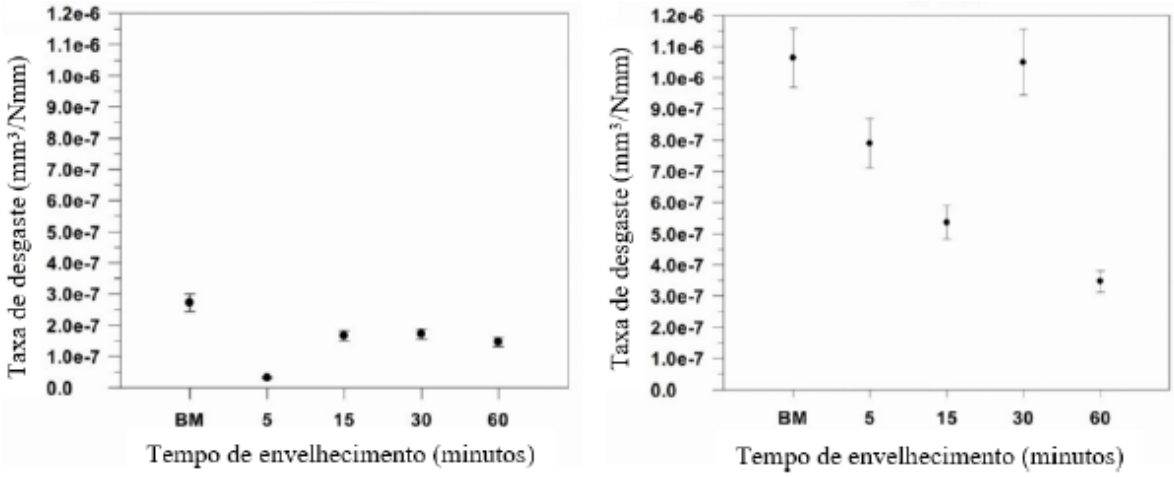
proporcionada pelas partículas de fase sigma, que reduz substancialmente o desgaste abrasivo. Além disso, a presença da fase sigma resultou em uma taxa de desgaste inferior em comparação à microestrutura bifásica original, com esse efeito sendo ainda mais acentuado em soluções de HCl. A dureza adicional proporcionada pela fase sigma foi considerada mais relevante do que os impactos negativos na resistência à corrosão. A análise foi realizada comparando o aço inoxidável super duplex nas condições como recebido e após tratamento térmico a 875°C por 180 minutos (HT875-180). Os testes de desgaste em solução de NaCl sob diferentes cargas mostraram que, em todos os casos, a condição tratada termicamente apresentou uma menor taxa de desgaste em comparação à condição como recebido. Para uma carga de 20 N, a taxa de desgaste para a condição conforme recebido foi de aproximadamente 1,1 x 10^4 mm³/Nm, enquanto para a condição HT875-180 foi de cerca de 9,0 x 10^5 mm³/Nm. Esses resultados indicam que o tratamento térmico a 875°C reduziu a taxa de desgaste, aumentando a resistência do material, especialmente sob maiores cargas. Essa análise corrobora os resultados observados no presente estudo, onde as amostras ensaiadas a 800°C apresentaram uma taxa de desgaste significativamente menor em comparação com outras condições.

A pesquisa realizada por Yalçiner, Geçü, Kısasöz e Karaaslan (2021) investigou os efeitos da realização de tratamento térmico em aços inoxidáveis duplex de média liga (EN 1.4462) e super duplex (EN 1.4501) em ensaios de desgaste à temperatura ambiente. Após o tratamento térmico a 850°C por 20 minutos seguido de têmpera em água, as análises microestruturais revelaram que as amostras apresentaram diferentes proporções de fase sigma. Especificamente, as amostras de aço EN 1.4462 apresentaram uma fração de fase sigma de aproximadamente 23%, enquanto as amostras de aço EN 1.4501 mostraram uma fração maior, cerca de 45%. A análise da taxa de desgaste revelou que o aço EN 1.4501, com maior fração de fase sigma, apresentou uma taxa de desgaste ligeiramente superior (aproximadamente 0,00045 mm³/Nm) em comparação com o aço EN 1.4462, que teve uma taxa de desgaste de aproximadamente 0,0004 mm³/Nm. Esse comportamento pode ser explicado pelo fato de que, apesar de a fase sigma aumentar a dureza global do material, sua presença em excesso pode gerar uma microestrutura mais frágil e suscetível a mecanismos de desgaste. A fase sigma, uma fase intermetálica rica em cromo e molibdênio, é conhecida por sua elevada dureza, porém, sua formação em grandes quantidades

pode resultar em uma distribuição menos homogênea das tensões internas e na presença de microtrincas. Essas microtrincas podem atuar como iniciadores de falhas durante o desgaste, contribuindo para uma taxa de desgaste mais elevada, apesar da dureza aumentada. Dessa forma, o aumento da fração de fase sigma, como observado no aço EN 1.4501, pode ter levado a um comportamento de desgaste menos eficiente em comparação ao aço EN 1.4462, onde a fração de fase sigma foi menor e a microestrutura manteve um melhor equilíbrio, resultando em uma taxa de desgaste ligeiramente inferior. Comparando esses resultados com os dados da presente pesquisa, observa-se que o tratamento térmico a 800°C (TT800G30MAr) nas amostras deste trabalho levou a uma menor taxa de desgaste, possivelmente devido à menor quantidade de fase sigma , inferior aos 45% reportados no estudo de Yalçiner, Geçü, Kısasöz e Karaaslan (2021), quanto à distribuição mais homogênea desta fase, o que contribui para a preservação da integridade estrutural do material e, por conseguinte, uma melhoria na sua resistência ao desgaste.

Abra-Arzola et al. (2017) também investigaram a correlação entre a taxa de desgaste do aço inoxidável duplex em diferentes tempos (5, 15, 30 e 60 minutos) de tratamentos isotérmicos, incluindo a condição do material sem tratamento térmico (BM), considerando duas velocidades de deslizamento a seco após o tratamento isotérmico a 850°C, como ilustrado na Figura 52. Os resultados indicaram que a taxa de desgaste aumenta substancialmente com o incremento na velocidade de deslizamento. Além disso, observou-se que a redução na taxa de desgaste está diretamente associada ao aumento da dureza, resultante da precipitação de fases intermetálicas, especialmente a fase sigma, em comparação com amostras contendo apenas as fases austenítica e ferrítica.

Figura 52 – Teste tribológico mostrando a taxa de desgaste em amostras tratadas isotermicamente a 850°C considerando uma perda de material depois de 500m de deslizamento a seco com uma carga de 1N nas velocidades de (a) 70mm/s e (b) 150 mm/s.



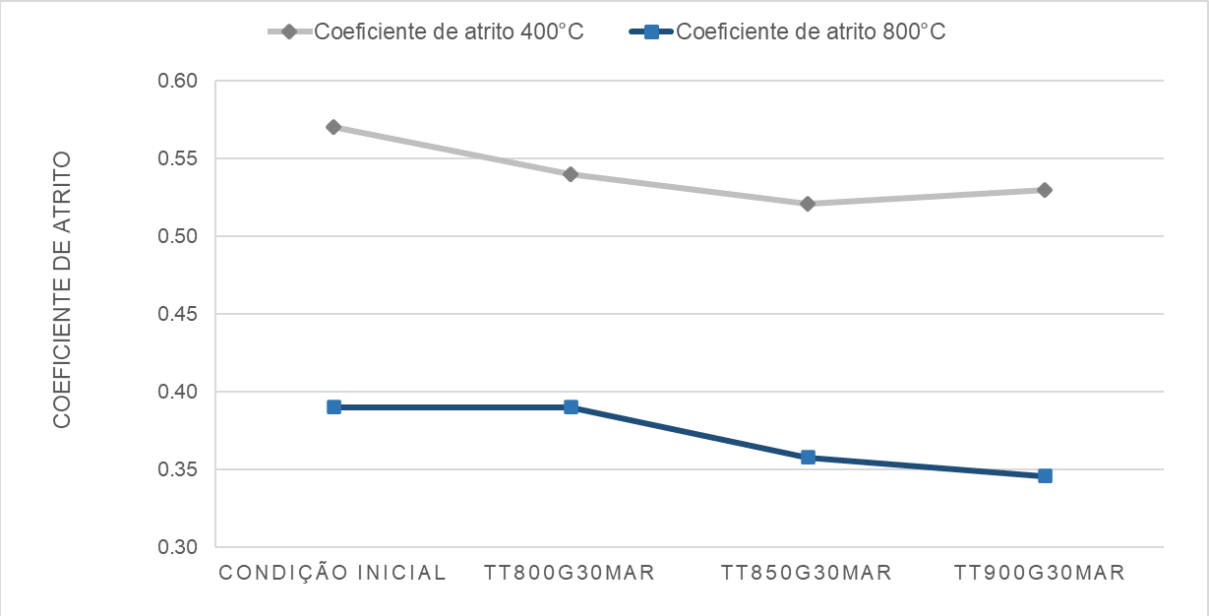
(a) Velocidade de teste: 70mm/s (b) Velocidade de teste: 150mm/s

Adaptado de Abra-Arzola et al. (2017).

5.5.3. Coeficiente de atrito

Nos ensaios de desgaste realizados com aço inoxidável super duplex, o coeficiente de atrito foi mensurado em diferentes temperaturas de ensaio (400°C e 800°C) para as amostras com as distintas microestruturas. Esses valores, conforme exibido na Figura 53, refletem o comportamento tribológico do material frente a essas diferentes condições, sendo o coeficiente de atrito uma grandeza essencial para avaliar a interação de superfícies em movimento relativo sob diferentes condições de carga e temperatura, como discutido por Hutchings e Shipway (2017).

Figura 53 – Coeficiente de atrito a 400°C e 800°C por condição.



Fonte: Produzida pela autora.

A amostra sob condição inicial, sem tratamento térmico, apresentou um coeficiente de atrito médio de 5,70E-01 a 400°C, com um desvio padrão de 1,65E-01. Esse valor, relativamente alto, pode ser atribuído à ausência de transformações de fase que promovam um endurecimento do material. O atrito elevado indica que o contato superficial entre o aço inoxidável e a esfera de alumina ocorreu de maneira mais intensa, promovendo maior resistência ao deslizamento, o que está correlacionado com os mecanismos de desgaste por *plowing* (sulcos e ranhuras) observados nas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) previamente apresentadas. Em contraste, a mesma amostra ensaiada a 800°C exibiu um coeficiente de atrito reduzido de 3,90E-01, com desvio de 5,28E-02, o que evidencia uma mudança significativa na interação de atrito em altas temperaturas. Em temperaturas elevadas, pode ocorrer a formação de óxidos superficiais que reduzem a adesão direta entre as superfícies em contato, contribuindo para a diminuição do atrito. Além disso, a redistribuição das fases internas, como o aumento da fração de austenita e formação das fases secundárias durante o teste abrasivo, possivelmente contribuiu para uma resposta tribológica mais favorável.

As amostras previamente tratadas termicamente a 800°C (TT800G30MAr) e ensaiadas a 400°C, apresentaram um coeficiente de atrito médio de 5,40E-01, com

desvio padrão de 3,54E-02, próximo ao valor da condição inicial a 400°C. Isso indica que o comportamento tribológico do material a essa temperatura não apresentou uma melhora significativa em termos de atrito. A análise por MEV revelou sulcamento nas trilhas de desgaste, o que confirma que o material, mesmo após tratamento térmico, também está sujeito a mecanismos de desgaste abrasivo a essa temperatura. Por outro lado, a mesma amostra ensaiada a 800°C apresentou uma notável redução no coeficiente de atrito, com média de 3,90E-01 e desvio de 5,74E-02. Esse resultado é consistente com a menor taxa de desgaste observada na análise volumétrica e na microscopia, onde houve menos espalhamento de material. O comportamento pode ser explicado pela formação de uma maior quantidade de fase sigma, precipitada adicionalmente durante o próprio ensaio de desgaste, que aumenta a dureza do material, e também contribui para a redução do atrito, devido à menor deformação plástica nas áreas de contato, como discutido por Hutchings e Shipway (2017).

A amostra TT850G30MAr apresentou um comportamento intermediário nos ensaios de desgaste, com coeficiente de atrito de 5,21E-01 e desvio padrão de 2,47E-02 a 400°C. Esse valor é mais baixo em comparação com a amostra TT900G30MAr, mas ainda elevado se comparado às amostras ensaiadas a 800°C. Por outro lado, ao ensaiar a 800°C, o coeficiente de atrito dessa mesma amostra reduziu para 3,58E-01, com desvio de 3,51E-02. A diminuição do coeficiente de atrito e da taxa de desgaste sugere que, a essa temperatura, não só a formação de óxidos superficiais, como também o aumento de fases secundárias, como a fase sigma, contribuíram para a maior resistência ao desgaste. A fase sigma, por ser mais dura, limita a deformação plástica e o espalhamento de material, como observado nas trilhas de desgaste das amostras. Esse comportamento é evidenciado pela redução dos sulcos e pela menor perda de material nas imagens de MEV, onde o desgaste é visivelmente menor.

A amostra tratada termicamente a 900°C (TT900G30MAr) e ensaiada a 400°C exibiu o segundo coeficiente de atrito mais elevado entre todas as condições, atingindo 5,30E-01 com desvio de 1,47E-02. Isso pode ser explicado pela alta fração de ferrita (34,9%) presente no material, conforme discutido anteriormente. A ferrita, sendo uma fase mais dúctil, oferece menor resistência ao desgaste em comparação com a fase sigma, o que resulta em maior atrito e maior perda de material. A análise por MEV mostra um sulcamento pronunciado e espalhamento irregular de material,

corroborando a alta taxa de desgaste a essa temperatura. Entretanto, a mesma amostra ensaiada a 800°C apresentou um coeficiente de atrito de 3,46E-01 com desvio de 1,75E-02, o mais baixo entre todas as condições testadas. Esse valor indica que, a 800°C, a amostra desenvolve uma camada de óxido protetora e ocorre uma distribuição mais homogênea das fases internas, resultando em um menor desgaste e, consequentemente, menor atrito. Nessa temperatura, tanto a formação da fase sigma quanto, possivelmente, a precipitação de óxidos desempenham papel determinante no aumento da dureza e na redução do atrito, conforme evidenciado pelas análises de microscopia e observado em todas as amostras ensaiadas a 800 °C.

Existe uma distinção entre os mecanismos que regem o atrito e o desgaste. O coeficiente de atrito está associado à resistência ao movimento relativo entre duas superfícies em contato, refletindo as interações mecânicas e tribológicas do sistema. Por outro lado, a taxa de desgaste quantifica a remoção de material resultante desse contato, sendo influenciada por fatores como a microestrutura do material, a carga aplicada e as condições ambientais.

Wang et al. (2019) investigaram o desgaste por fretting no aço inoxidável super duplex SAF 2507, analisando a influência de diferentes temperaturas de tratamento térmico e ambientes de teste sobre a fase sigma, dureza e coeficiente de atrito. Os ensaios utilizaram esferas de aço AISI 52100 em contato com o SAF 2507, sob condições controladas de carga, deslocamento e frequência. Foram testados três ambientes: ar, água deionizada e água do mar artificial, permitindo avaliar os efeitos da lubrificação.

As amostras foram tratadas termicamente de temperatura ambiente até 950°C, com resfriamento em água. A fração de fase sigma atingiu ~35% a 850°C, enquanto em temperatura ambiente era quase nula. O coeficiente de atrito reduziu significativamente com o tratamento a 850°C, principalmente em meios lubrificados, caindo de 0,9 em ar para 0,3 em água do mar artificial. A condição inicial apresentou coeficiente próximo de 1 em ar e 0,4 em água do mar, enquanto a amostra a 850°C reduziu para 0,8 em ar e 0,2 em água do mar. A taxa de desgaste também apresentou redução expressiva: 30 x 10^6 μm^3 em ar e 3 x 10^6 μm^3 em água do mar artificial, equivalente a uma queda de 91%. A dureza atingiu 370 HV na amostra a 850°C,

comparada a 250 HV na condição inicial, declinando para 325 HV a 900°C e 300 HV a 950°C.

Embora o presente estudo trate de desgaste abrasivo, enquanto Wang et al. (2019) analisaram fretting, ambos evidenciam que maior fração de fase sigma aumenta a resistência ao desgaste e reduz coeficiente de atrito. Esses resultados reforçam que o tratamento térmico a 850°C promove precipitação de sigma, e que a presença de um meio lubrificante adequado, como água do mar, melhora significativamente o desempenho ao desgaste e ao atrito, com reduções de até 70% no atrito e 91% no desgaste.

6. CONCLUSÕES

Análise da Microestrutura

- As análises de MEV e MO confirmaram a formação da fase sigma nos contornos de grão da ferrita após os tratamentos térmicos aplicados neste trabalho. A fase sigma foi observada em quantidades significativas nas amostras tratadas a 800°C e 850°C, onde a ferrita transformou-se parcialmente em fase sigma, resultando em uma estrutura mais rígida e resistente ao desgaste.
- No estado inicial, o aço SAF 2507 apresentou uma microestrutura composta por 56,4% de ferrita e 43,6% de austenita, sem a presença de fase sigma.
- Após o tratamento térmico, houve precipitação de fase sigma em todas as temperaturas analisadas (800°C, 850°C e 900°C), com a maior fração de fase sigma, 32%, sendo observada na amostra tratada a 800°C, e 28% na amostra tratada a 850°C. Nessas duas amostras houve acentuada redução da fase ferrita para 10% e 8,8% respectivamente, podendo inferir que a ferrita foi transformada em fase sigma e austenita secundária.
- Em temperaturas mais elevadas, como 900°C, a fração de fase sigma foi reduzida para 9,6%, enquanto a fração de ferrita aumentou para 34,9%. Esse comportamento está de acordo com a análise termodinâmica e cinética apresentada no diagrama de Transformação Tempo-Temperatura (TTT) para aços inoxidáveis super duplex a 900°C.

Propriedades Mecânicas

- Os ensaios de dureza Vickers aplicados ao aço inoxidável super duplex SAF 2507 sob diferentes condições térmicas e de ensaios de desgaste a 400°C e 800°C revelaram variações significativas na dureza das amostras. As condições testadas incluíram a Condição Inicial, TT800G30MAr, TT850G30MAr, e TT900G30MAr, cada uma submetida a ensaios nas duas temperaturas. A CI testada a 400°C apresentou uma dureza de 344,5 HV, que aumentou para 408,3 HV quando testada a 800°C. Por outro lado, a amostra TT800G30MAr mostrou uma dureza de 479,8 HV a 400°C e 489,2 HV a 800°C. A TT850G30MAr registrou 475,2 HV a 400°C e alcançou 493,0 HV a 800°C,

sendo essa a maior dureza observada. Finalmente, a TT900G30MAr exibiu uma dureza de 422,8 HV a 400°C, que subiu para 462,5 HV a 800°C. Esses resultados indicam que o tratamento térmico, especialmente nas condições que favorecem maior cinética de formação da fase sigma no aço SAF 2507, assim como as condições de ensaio, podem aumentar a dureza do material, evidenciando o impacto direto das variáveis experimentais na resistência mecânica do aço.

- A análise estatística, empregando os testes t de Student e F de Fisher, confirmou a igualdade estatística das durezas entre condições, como as amostras TT800G30MAr a 400°C e 800°C e TT850G30MAr a 400°C e 800°C. Adicionalmente, as condições TT900G30MAr a 400°C e a Condição Inicial a 800°C também foram comparadas estatisticamente, com resultados mostrando que não há diferenças significativas entre elas, sustentando que as variações de dureza estão dentro dos intervalos de confiança.
- A formação da fase sigma teve impacto negativo na tenacidade do aço inoxidável super duplex. A amostra no estado inicial, sem sigma, absorveu 131,77 J no ensaio de impacto Charpy, enquanto a amostra tratada a 850 °C, com 28% de sigma, absorveu apenas 1,9 J, evidenciando que o aumento da fração de fase intermetálica resulta em significativa fragilização do material e perda de capacidade de absorção de energia.

Resistência ao Desgaste

- O tratamento térmico a 800 °C resultou na menor taxa de desgaste entre todas as condições testadas, com a amostra apresentando $9{,}07 \times 10^{-6}$ mm³/N·m no ensaio a 800 °C. Essa redução na taxa de desgaste está associada à formação da fase sigma, que aumentou a resistência ao desgaste abrasivo, limitando a deformação plástica e a remoção de material.
- Em contrapartida, a amostra tratada a 900°C, com uma menor fração de fase sigma e maior quantidade de ferrita, apresentou a maior taxa de desgaste a 400°C, refletindo a menor resistência ao desgaste de materiais com maior fração de ferrita.
- O coeficiente de atrito foi consideravelmente reduzido nas amostras tratadas termicamente, especialmente as três condições de ensaio de desgaste

realizado a 800°C. Nessa condição, houve uma redução de até 70% no coeficiente de atrito quando testado a 800°C, com um valor médio de 0,37, comparado a 0,54 quando testado a 400°C.

- As amostras tratadas termicamente exibiram trilhas de desgaste mais rasas e menos material removido, em comparação com a amostra inicial. Isso corrobora a melhora na resistência ao desgaste em condições de altas temperaturas e aumento de dureza.

Considerações Finais

- O tratamento térmico a 800°C, combinado com o ensaio de desgaste também a 800°C, demonstrou ser a condição mais favorável para alcançar um equilíbrio ideal entre resistência ao desgaste e formação controlada de fase sigma. Contudo, a diminuição da tenacidade associada à precipitação dessa fase indica que o uso desse material deve ser ponderado em aplicações onde a resistência ao impacto não seja um requisito primordial.
- Os resultados deste estudo evidenciam que, por meio do controle preciso da temperatura de tratamento térmico e da quantidade de fase sigma, é possível otimizar as propriedades do aço inoxidável super duplex SAF 2507 para diversas aplicações industriais.
- Para aplicações abaixo de 800 °C, o tratamento térmico prévio permite ajustar a microestrutura e aumentar a resistência ao desgaste, pois essa faixa de temperatura favorece a cinética de transformação da fase sigma. Para serviços acima de 800 °C, o próprio ambiente de operação pode atuar como tratamento in situ, promovendo efeitos semelhantes de fortalecimento. Essa estratégia é recomendada para aplicações que exigem alta dureza e resistência ao desgaste abrasivo, mas em que a resistência ao impacto e à corrosão seja menos crítica, como em tubos formadores de espiras.

Sugestões para futuros trabalhos

- <u>Avaliação da Influência do Tempo de Tratamento Térmico:</u> Este estudo focou nas diferentes temperaturas de tratamento térmico, mas seria interessante avaliar a influência de tempos mais longos ou mais curtos de exposição a essas

temperaturas para entender como o tempo de encharque afeta a formação da fase sigma e as propriedades mecânicas do material.

- Estudo da Interação de Outras Fases Secundárias: A fase sigma foi o principal foco deste estudo, mas seria relevante investigar a presença e o impacto de outras fases deletérias (como a fase chi, nitretos e carbonetos), que podem surgir em tratamentos térmicos distintos ou em composições químicas variadas.
- Estudos em Escala Industrial: Ampliar os testes para condições reais de aplicação industrial, como simulações de desgaste em larga escala ou ensaios de longa duração sob condições operacionais de uma planta petroquímica, óleo e gás, ou em ambientes offshore, poderia fornecer dados mais práticos e aplicáveis para futuras implementações do material.
- Desenvolvimento de Novas Ligas com Diferentes Composições de Elementos de Liga: Investigar como pequenas variações na composição química do aço inoxidável super duplex (como mudanças nas concentrações de Cr, Mo ou N) podem influenciar a formação de fase sigma e o comportamento do material em termos de dureza, resistência ao desgaste e resistência à corrosão.

7. REFERÊNCIAS

ABNT- Associação Brasileira de Normas Técnicas. **NBR 6157: Materiais metálicos – Determinação da resistência ao impacto em corpos-de-prova entalhados simplesmente apoiados.** Rio de Janeiro, p.5, 1980.

AHILE, G. K.; KIM, D. H.; YANG, W. J.; LEE, J. H.; OH, Y.J. Change of Precipitation Behavior and Impact Toughness with Depths in Quenched Thick SAF 2507 Super Duplex Stainless Steel. **Metals and Materials International**, 2018, https://doi.org/10.1007/s12540-018-0100-0

AKPANYUNG, K. V.; LOTO, R. T. Pitting corrosion evaluation: a review. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 1378, 2019, p. 022088.

ALVAREZ-ARMAS, I. Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys. **Recent Patents on Mechanical Engineering**, v.1, 2008, p. 51-57.

AMERICAN SOCIETY OF LUBRICATION ENGINEERS. **A catalog of Friction and Wear Devices**. 2° Edição. Park Ridge: Editora ASLE, 1973.

APERAM. **O que é Aço Inoxidável?** Disponível em: <https://www.aperam.com/pt-br/o-que-e-aco-inoxidavel/>. Acesso em: 08 ago. 2022.

ASM HANDBOOK. **Metallography and Microstructures**. American Society for Metals – ASM International, v. 9, 2004, p. 2733.

ASM SPECIALTY HANDBOOK. **Stainless Steels**. Ohio: J. R. Davis, 1994.

ASTM G133-05. **Standard Test Method for Linearly Reciprocating Ball-on-Flat Sliding Wear**. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2005.

ATLAS STEELS. Stainless Steel Hardness Table Chart. **Atlas Steel**, 2021.

BAHARZADEH, E.; SHAMANIAN, M.; RAFIEI, M.; MOSTAAN, H. Properties of IN X-750/BNi-2/SAF 2205 joints formed by transient liquid phase bonding. **Journal of Materials Processing Tech**, v. 274, 2019, p. 116297.

BATENI, M. R.; SZPUNAR, J. A.; WANG, X.; LI, D. Y. Wear and corrosion wear of medium carbon steel and 304 stainless steel. **Wear**, v. 260, 2006, p. 116-122.

BAYÃO, D. V. **Influência das transformações de fases nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável duplex UNS S31803 (SAF 2205) envelhecido isotermicamente a 750ºC e a 850ºC**. Orientadora: Profa. Dra. Ivete Peixoto Pinheiro. 172 f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte. 2019.

BENAFIA, S.; RETRAINT, D.; YAPI BROU, S.; PANICAUD, B.; GROSSEAU POUSSARD, J. L.; Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment on the

oxidation behavior of 316L stainless steel. **Corrosion Science,** v. 136, 2018, p. 188-200.

BELUCHE, F; MOTA, R. Aços inoxidáveis duplex e suas aplicações na indústria. 2022. Apresentação do Power Point.

BIEZMA, M. V; BERLANGA, C. ARGANDONA, G. Types in a UNS S32205 Duplex Stainless Steel. **Materials Research**, v. 16, 2013, p. 965-969.

BIEZMA, M. V.; MARTIN, U.; LINHARDT, P.; RESS, J.; RODRÍGUES, C.; BASTIDAS, D. M. Non-destructive techniques for the detection of sigma phase in duplex stainless steel: A comprehensive review. **Engineering failures analysis**, v. 122, 2021, p. 105227.

CHAIL, G; KANGAS, P. Super and hyper duplex stainless steels: structures, properties and applications. **Procedia Structural Integrity**, v. 2, 2016, p. 1755-1762.

CHENG, X. W.; JIANG, Z. Y.; MONAGHAN, B. J.; LONGBOTTOM, R. J.; WEI, D. B.; HEE, A. C.; JIANG, L. Z. Degradation of ferritic stainless steels at 1200°C in air. **Materials and Corrosion**, v. 69 p. 63-75, 2018.

CHIAVERINI, Vicente. **Aços e Ferros Fundidos**. 7 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1996.

COJOCARU, E. M.; RADUCANU, D.; VINTILA, A. N.; ALTURAIHI, A. S.; SERBAN, N.; BERBECARU, A. C.; COJOCARU, V. D. Influence of ageing treatment on microstructural and mechanical properties of a solution treated UNS S32750/EN 1.4410/F53 Super Duplex Stainless Steel (SDSS) alloy. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, 2020, p. 8592-8605.

COSTA, A. R. Tubos formadores de espiras de aço inoxidável duplex. Belo Horizonte, 2022. 61 p. Monografia (Especialização em Processamento de Materiais Metálicos) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais.

DAVANAGERI, M. B.; NARENDRANATH, S.; KADOLI, R. Influence of Heat Treatment on Microstructure, Hardness and Wear Behavior of Super Duplex Stainless Steel AISI 2507. **American Journal of Materials Science**, v. 5, 2015, p. 48-52.

DAVIS, J. R. **ASM Speciality Handbook Stainless Steels**. J. R. Davis, 1994.

DEL ABRA-ARZOLA, J. L.; GARCÍA-RENTERÍA, M. A.; CRUZ-HERNÁNDEZ, V. L. GARCÍA-GUERRA, J.; MARTÍNEZ-LANDEROS, V. H. FALCÓN-FRANCO, CURIEL-LÓPEZ, F. F. Study of the effect of sigma phase precipitation on the sliding wear and corrosion behaviour of duplex stainless steel AISI 2205. **Wear**, https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.12.019, 2017.

DIN EN ISO 18265. **Hardness Conversion Table**: **conversation for unalloyed and low-alloy steels and cast steel.** Berlin:c Beuth Verlag GmbH, 2004.

ESCRIBA, D. M.; MATERNA-MORRIS, E. PLAUT, R. L. PADILHA, A. F. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel**. Materials Characterization**, v. 60, 2009, p. 1214-1219.

FALKLAND, M. L.; GLAES, M.; LILIAS, M. Duplex stainless steels. In: REVIE, R. Winston. **Uhlig's Corrosion Handbook**. 3 ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2011, p. 695-706.

FARGAS, G.; MESTRA, A.; MATEO, A.; Effect of sigma phase on the wear behavior of a super duplex stainless steel. **Wear**, v. 303, 2013, p. 584-590.

FARIAS, M. C. M. Tribologia. Universidade de Caxias do Sul. 2017. Apresentação do Power Point. Disponível em: <https://www.ucs.br/site/midia/arquivos/18_04_Palestras_Tribologia_Profa_MCristinaMFarias.pdf>. Acesso em: 16 ago. 2022.

GARDIN, E.; ZANNA, S.; SEYEUX, A.; ALLION-MAURER, A.; MARCUS, P. XPS and ToF-SIMS characterization of the surface oxides on lean duplex stainless steel – Global and local approaches. **Corrosion Science**, v. 155 p. 121-133, 2019.

GARDNER, L. Stability and design of stainless steel structures - Review and outlook. **Thin-Walled Structures**, v. 141, 2019, p. 208-2016.

GARIN, J. L.; MANNHEIM, R. L. Sigma-phase precipitation upon industrial-like heating of cast heat-resistant steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, 2009, p.3143-3148.

GUNN, R. N. **Duplex Stainless Steels: Microstructure, properties and applications**. Ed. by Gunn R.N., Abington Publishing. Cambridge, England, 1997.

HANDA, V.; GOYAL, P.; SEHFAL, S. Low Cost Joining of Inconel 625 and Super Duplex Stainless Steel 2507 through Novel Technique. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.32, 2023, p. 170–175, https://doi.org/10.1007/s11665-022-07092-w

HOLMBERG, K.; ERDEMIR, A. Influence of tribology on global energy consumption, costs and emissions. **Frictions**, v. 5, 2017, p. 263-284.

HOKKIRIGAWA, K.; KATO, K. An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear. **Tribology International**, v. 21, 1988, p. 51-57

HOSSEINI, A. V.; KARLSSON, L.; WESSMAN, S.; FUERTES, N. Effect of Sigma Phase Morphology on the Degradation of Properties in a Super Duplex Stainless Steel. **Materials**, v.11, 2018, p. 1-20.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. 2° Edição. Amsterdam: Editora Elsevier Science Publishers, 2017.

IACOVIELLO, F.; DI COCCO, V.; D'AGOSTINO, L. Intergranular corrosion susceptibility analysis in austeno-ferritic (duplex) stainless steels. **Procedia Structural Integrity**, v.3, 2017, p. 276-282.

IACOVIELLO, F.; DI COCCO, V.; FRANZESE, E.; NATALI, S. Fatigue crack propagation micromechanisms in high temperature embrittled duplex stainless steels. **17th European Conference on Fracture**, 2008, p. 2268-2275.

JEREMIAH JOHNSON; RECK, B. K.; WANG, T. E.; GRAEDEL, T. E. The energy benefit of stainless steel recycling. **Energy Policy**, 2008, p. 181-192.

KARIMI, M; NAJAFIZADEH A.; KERMANPUR, A; ESKANDARI, M. Effect of martensite to austenite reversion on the formation of nano/submicron grained AISI 301 stainless steel. **Materials Characterization**, 2009, p. 1220-1223.

KASHIWAR, A; VENNELA, N. P.; KAMATH, S. L.; KHATIRKAR, R. K. Effect of solution annealing temperature on precipitation in 2205 duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 74, 2012, p.55-63.

KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure and Performance.** 2. ed. Novelty: ASM International, 2015.

LEFFLER, B. **Stainless Steels and their Properties**, ISBN 91-9720-216-9, 2013.

LIORCA-ISERN, N.; LÓPEZ-LUQUE, H.; LÓPEZ-JIMÉNEZ, I.; BIEZMA, M. V. Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels. **Materials Characterization**, v. 112, 2016, p. 20-29.

MAAMACHE, B.; CHENITI, B.; BELKESSA, B.; TAHAR-CHAOUCH, K.; KOUBA, R. Effect of Aging Temperature on the Microstructure, Local Mechanical Properties, and Wear Behavior of a UNS S32750 Super Duplex Stainless Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 30, 2020, p. 546-555.

MADEIRA, G. V. D. C.; NOLASCO, R.; OLIVEIRA, C.; CASTRO, C. Laboratory Simulation and Characterization of Duplex Laying Head Pipes Thermal Distortions. **AISTech 2024 —Proceedings of the Iron & Steel Technology Conference**, Columbus, Ohio, USA, 2024, p. 1429-1435, DOI: 10.33313/388/151.

MAEHARA, Y; KOIKE, M; FUJINO, N; KUNITAKE, T. Precipitation behavior of σ phase in a duplex phase stainless steel, **Tetsu-to-Hagané**, v. 67, 1981, p. 577-586.

MAGNABOSCO, R. **Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803**. Orientadora: Prof. Dr. Neusa Alonso-Falleiros. 207 f. Dissertação (Doutorado) - Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001. Disponível em: https://fei.edu.br/~rodrmagn/PROJETOS_IC/rel04/MM04_1a.pdf. Acesso em 13 ago. 2022.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. **Materials Research**, v. 12, n. 3, 2009, p.321-327.

MAHESH, S; DAVANAGERI, B; NARENDRANATH, S; RAVIKIRAN, K. Influence of Heat Treatment on Microstructure, Hardness and Wear Behavior of Super Duplex

Stainless Steel AISI 2507. **American Journal of Materials Science**, 5(3C), 2015, p.48-52.

MARQUES, F., DA SILVA, W. M., PARDAL, J. M., TAVARES, S. S. M., SCANDIAN, C. Influence of heat treatments on the micro-abrasion wear resistance of a superduplex stainless steel. **Wear**, 271(9–10), 1288–1294, 2011. https://doi.org/10.1016/j.wear.2010.12.087

MARTCHEV, I. Nickel's Monstrous Short Squeeze. **Seeking Alpha**, 2022. Disponível em: https://seekingalpha.com/article/4495545-nickel-short-squeeze. Acesso em 17 jun 2022.

MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C. Heat treatment temperature influence on ASTM A890 GR 6A super duplex stainless steel microstructure. **Materials Characterization**, v. 55, 2005, p. 225-233.

MENEZES, P. L.; NOSONOVSKY, M.; INGOLE, S. P.; KAILAS, S. V.; LOVELL, M. R. **Tribology for Scientists and Engineers**. Editora Springer Science. 2013.

MOLINARI, J.-F.; AGHABABAEI, R.; BRINK, T.; FRÉROT, L.; MILANESE, E. Adhesive wear mechanism uncovered by atomistic simulations. **Friction**, v. 6, 2018, p. 245-259.

MOREIRA G. D., **Efeito da fração de fase sigma sobre o desempenho mecânico em tração e em desgaste de tubos formadores de espiras de aço inoxidável duplex UNS S32750 utilizados em laminação de fio máquina**. Orientador: Prof. D.Sc. Geraldo Lúcio de Faria, 134 f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, 2023

NILSSON, J. Overview Super Duplex Stainless Steels, **Materials Science and Technology**, v. 8, 1992, p. 685-700.

OUTOKUMPU. **Handbook of Stainless Steel**, 2013. Disponível em: https://www.outokumpu.com/expertise/2021/handbook-of-stainless-steel. Acesso em: 01 Jun 2022.

PAN, M.; ZHANG, X.; CHEN, P.; SU, X.B.; MISRA, R. D. K. The effect of chemical composition and annealing condition on the microstructure and tensile properties of a resource-saving duplex stainless steel. **Materials Science & Engineering**, v. 778, 2020, p. 139540.

PANCIKIEWICZ, K.; ALEKSANDRA, S.; PAULINA, H; TUMIDAJEWICZ, M. Laser Dissimilar Welding of AISI 430F and AISI 304 Stainless Steels. **Materials**, v. 13, 2020, p. 4540.

PRIEST, J.; GHADBEIGI, H.; AYVAR-SOBERANIS, S.; LILJEREHN, A.; WAY, M. Analysis of the contact mechanics in machining using a novel high-speed tribometer. **6th CIRP Conference on Surface Integrity**, v. 108, 2022, p. 123-128.

WORLD POPULATION PROSPECTS 2022. United Nations, 2022. Disponível em:<https://www.un.org/development/desa/pd/sites/www.un.org.development.desa.pd/files/wpp2022_summary_of_results.pdf>. Acesso em: 16 jun. 2023.

QI, K.; LI, R.; WANG, G.; LI, G.; LIU, B.; WU, M. Microstructure and Corrosion Properties of Laser-Welded SAF 2507 Super Duplex Stainless Steel Joints. **ASM International**, v. 1059, 2018, p. 9454.

QUEIROZ, M. S. **Análise da influência dos processamentos térmicos e mecânico na formação de fases intermetálicas e seu efeito nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão do aço inoxidável austeno-ferrítico**. Orientadora: Profa. Dra. Elaine Carballo Siqueira Corrêa.109 f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte. 2013. Disponível em: https://www.posmat.cefetmg.br/82-2/. Acesso em 25 jun. 2023.

RABINOWICZ, E. **Friction and wear of materials**. 2° Edição. Editora John Wiley & Sons, 1985.

RAHA, B. Study on Deleterious Phases Precipitation on Super Duplex Stainless Steel Grade 6A- ASTM A890. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, 2018, p. 7836-7844.

SANDVIK. Sandvik SAF 2507 Tube and Pipe, Seamless. **Datasheet**. 2016.

SANTOS, D. C.; MAGNABOSCO, R. Kinetic study to predict sigma phase formation in duplex stainless steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 47, n. 4, 2016, p.1554-1565.

SILVA, R.; KUGELMEIER, C. L.; VACCHI, G. S.; MARTINS JUNIOR, C. B.; DAINEZI, I.; AFONSO, C. R. M.; MENDES FILHO, A. A.; ROVERE, C. A. D. A comprehensive study of the pitting corrosion mechanism of lean duplex stainless steel grade 2404 aged at 475 °C. **Corrosion Science**, v. 191, 2021, p. 109738.

SPAGHETTI, A. Laying head pipe material for production of wire roads in long rolling mills. **Seminário de Laminação - Processos e Produtos Laminados e Revestidos, parte de ABM Week**, v. 53, 2016, p. 327-332.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. 3° Edição. Amsterdam: Editora Elsevier Science Publishers, 2005.

STRADOMSKI, Z.; DYJA, D. Sigma phase precipitation in duplex phase stainless steels, (2005).

TAKIZAWA, K; SHIMIZU, Y.; HIGUCHI, Y.; TAMURA, I. Effect of cold work and 475 ℃ aging on corrosion behavior of duplex stainless steel, **Tetsu-to-Hagané**, V. 70, 1984, p. 904-910.

TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M. GUERREIRO, A. M.; DA SILVA, M. R. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, 2010, p. L29-L33.

The Global and Local Stainless Steel Primary Product Market. **SASSDA,** 2019. Disponível em: https://sassda.co.za/the-global-and-local-stainless-steel-primary-product-market/. Acesso em: 05 Jun. 2022.

THE IRON & STEEL SOCIETY. **Steel Products Manual: Stainless Steels**. Warrendale: ISS Publications, 1999.

TOTAL MATERIA. **O Mais Detalhado Banco de Dados de Materiais do Mundo**.

Disponível em: https://search.totalmateria.com/Search/QuickSearch. Acesso em: 10 ago. 2022.

TOTAL MATERIA. **O Mais Detalhado Banco de Dados de Materiais do Mundo**. Lean Duplex Stainless Steel, 2012. Disponível em: https://www.totalmateria.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=364. Acesso em: 09 ago. 2022.

UETZ, H.; SOMMER, K. KHOSRAWI, M. A. Übertragbarkeit von Versuchs-und Prüfergebnissen bei abrasiver Versschleissbeanspruchung auf Bauteile, **VDI-Beruchte**, v. 354, 1979, p.107-124.

VARGA, M.; FLASCH, M.; BADISCH, E. Introduction of a novel tribometer especially designed for scratch, adhesion and hardness investigation up to 1000°C. **J Engineering Tribology**, v. 0, 2015, p. 1-10.

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(9), 2006, 1098-1104.

VERMA, J.; TAIWADE, R. V. Effect of welding processes and conditions on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steel weldments – A review. **Journal of Manufacturing Processes**, n. 25, 2017, p. 134-152.

VOORT, G. F. V.; LUCAS, G. M. Metallography and Microstructures of Stainless Steels and Maraging Steels. **ASM Handbook**, v.9, 2004, p. 670-700.

WANG, M.; WANG, Y.; WANG, J.; FAN, N.; YAN, F. Effect of heat treatment temperature and lubricating conditions on the fretting wear behavior of SAF 2507 super duplex stainless steel. **Journal of Tribology**, v.1, 2019, doi:10.1115/1.4044081.

WANG, R. Precipitation of sigma phase in duplex stainless steel and recent development on its detection by electrochemical potentiokinetic reactivation: A review. **Corrosion Communications**, 2021, doi:10.1016/j.corcom.2021.08.001.

WANG, Q.; GU, G.; JIA, C.; LI, K.; WU, C. Investigation of microstructure evolution, mechanical and corrosion properties of SAF 2507 super duplex stainless steel joints by keyhole plasma arc welding. **Journal os Materials Research and Technology**, v.22, 2023, p. 355-374.

WEI, M. X.; WANG, S. Q.; WANG, L.; CHUI, X. H. Wear and Friction Characteristics of a Selected Stainless Steel. **Tribology Transactions**, v. 54, 2011, p. 840-848.

YALÇINER, G.; GECÜ, R.; KISASÖZ, A.; KARAASLAN, A. Influence of Heat Treatment of 1.4462 and 1.4501 Duplex Stainless Steels on Microstructure and Wear Resistance. **International Metallurgy and Materials Congress**, 2021, p. 312.

ZEMPULSKI, P. R. S. **Correlação de propriedades eletroquímicas da fase sigma com propriedades mecânicas e metalográficas em aços inoxidáveis duplex SAF 2205.** 2011. 122f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2011.

ZUCAS, R. A. D. O. Aços Inoxidáveis Duplex: Características, aplicação na indústria de Óleo & Gás e soldabilidade. **Infosolda**, 2013. Disponível em: https://infosolda.com.br/wpcontent/uploads/Downloads/Artigos/metal/Aos%20Inox%20Duplex%20Caracteristicas%20Aplicaes%20e%20Soldabilidade.pdf.

ZHAO, Y.; WANG, YUAN.; TANG, S.; ZHANG, W.; LIU, Z. Edge cracking prevention in 2507 super duplex stainless steel by twin-roll strip casting and its microstructure and properties. **Journal of Materials Processing Tech.**, v. 266, 2019, p. 246-254.

ZUM GAHR, K.-H. **Microstructure and wear of materials**. 10° Edição. Amsterdam: Editora Elsevier Science Publishers, 1987.