

# Precipitação de fase sigma em tubos formadores de espiras manufaturados em aço inoxidável duplex UNS S32750 e sua relação com a formação de canais preferenciais por desgaste

Guilherme Duarte Moreira <sup>1</sup>

Juliana de Fátima Maia <sup>2</sup>

Geraldo Lúcio de Faria <sup>3\*</sup> 

## Resumo

Tubos formadores de espiras são componentes essenciais no processo de laminação de fio máquina. Eles são responsáveis por modificar a geometria dos fios de seção longitudinal reta para helicoidal. Como os mesmos trabalham na faixa de temperatura entre 900 °C e 950 °C, eles são fabricados em aços com características muito específicas no que diz respeito à evolução microestrutural e desempenho em desgaste, sendo o aço inoxidável duplex UNS S32750 um destaque atual. Entretanto, na indústria, há constantes relatos de que tubos fabricados a partir deste aço apresentam desempenhos em serviço muito diferentes (grande variabilidade), com alguns tubos sendo substituídos com um tempo de vida útil até 90% menor do que o esperado. Como a literatura a respeito do tema é muito restrita, este trabalho se propôs a avaliar o efeito da precipitação de fase sigma na temperatura de 950 °C e a relação entre a evolução microestrutural a quente do aço UNS S32750 e a formação de canais preferenciais por desgaste nas paredes internas do tubo; estes essenciais para o bom desempenho do componente. Por meio de simulações computacionais e físicas, foi possível mostrar que esta relação existe e que, em função dela, a definição do diâmetro do fio máquina a ser processado nos 10 primeiros minutos de operação do tubo, assim como da velocidade de operação, é fundamental para se garantir que o mesmo tenha um bom desempenho em serviço.

**Palavras-chave:** Laminação de fio máquina; Tubo formador de espiras; Aço inoxidável duplex UNS S32750; Fase sigma; Desempenho em desgaste.

## Sigma phase precipitation on laying head pipes made of UNS S32750 duplex stainless steel and its influence on the formation of preferential wear channels

## Abstract

Laying head pipes are essential components in the wire rod rolling process. They are responsible for transforming wires from a straight longitudinal section to a helical shape. As they operate between 900 °C and 950 °C, these pipes are manufactured using steels with specific characteristics in terms of microstructural evolution and wear performance, with the duplex stainless steel UNS S32750 being a current highlight. However, there have been consistent reports in the industry that pipes made from this steel exhibit highly variable performance in service, with some of them experiencing a lifespan up to 90% shorter than expected. Due to the limited literature on this subject, this study aimed to evaluate the effect of sigma phase precipitation at 950 °C and investigate if there is any relationship between the high-temperature microstructural evolution of UNS S32750 steel and the controlled formation of preferential wear channels on the inner walls of the pipe, crucial for the component's performance. Applying computational and physical simulations, it was possible to demonstrate that such a relationship exists and that, as a result, defining the wire rod diameter to be processed within the first 10 minutes of pipe operation, as well as the operational speed, is fundamental to ensure its high in service performance.

**Keywords:** Wire rod rolling; Laying head pipe; UNS S32750 duplex stainless steel; Sigma phase; Wear behavior.

<sup>1</sup>Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, PROPEM, Universidade Federal de Ouro Preto, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

<sup>2</sup>Instituto Federal de Minas Gerais, IFMG, Ouro Branco, MG, Brasil.

<sup>3</sup>Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

\*Autor correspondente: geraldofaria@ufop.edu.br



## 1 Introdução

Os tubos formadores de espiras são um componente essencial no processo de laminação de fio máquina. Eles são responsáveis por modificar a geometria do fio recém laminado com seção longitudinal inicialmente reta para helicoidal, permitindo a formação de bobinas que otimizam o armazenamento e o transporte do produto. O fio máquina após laminado, com diâmetro final já definido, mas ainda em temperaturas entre 900 °C e 950 °C, se desloca com velocidades de até 125m/s dentro de um tubo de aço com geometria de espiral de Arquimedes, sendo este o tubo formador de espiras, ilustrado na Figura 1. Devido à alta velocidade de deslocamento do fio máquina e à sua temperatura relativamente elevada, este importante componente está sujeito ao desgaste de suas paredes internas, principalmente nas regiões das curvas 1, 2 e 3 (Figura 1) [1-6].

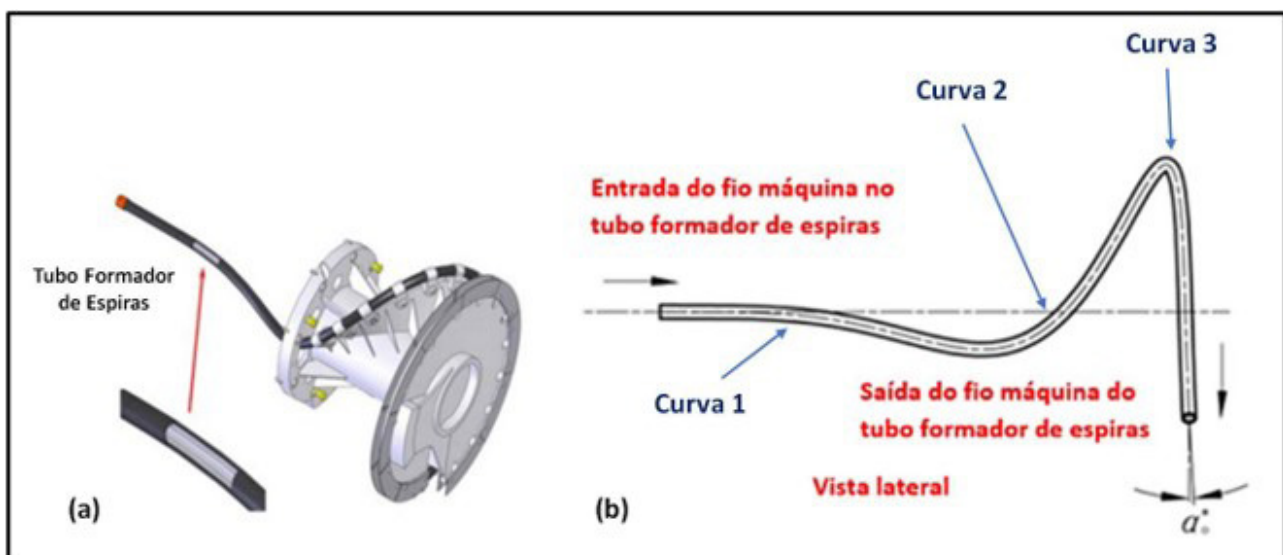
Segundo alguns autores [1-4,7], quando um tubo formador de espiras novo entra em operação, a formação preferencial de canais, por desgaste, em suas paredes internas é benéfica. Segundo eles, como o mesmo tubo é utilizado para processar fios máquina com diferentes diâmetros, estes canais atuam como caminhos preferenciais e estáveis para o deslizamento dos fios, principalmente daqueles com menores diâmetros, que são processados com maiores velocidades. Com os canais bem formados, o equipamento pode operar com as velocidades planejadas para cada bitola de fio máquina, impactando positivamente a produtividade da planta industrial, assim como a qualidade da formação das espiras. Entretanto, a literatura [1,4,6,7] aponta que com a contínua operação, os referidos canais podem crescer significativamente, se tornando severos concentradores de tensão e levando o tubo à fratura ou exigindo substituições frequentes.

As falhas catastróficas deste componente representam um grande prejuízo, pois, causam risco à segurança de pessoas, avarias nos equipamentos acessórios do processo, parada da linha de produção e sucateamento do fio máquina processado.

Outro cenário apontado por autores [3-5] como sendo crítico para o processo de formação de espiras, é a utilização de tubos de aços que apresentem elevada resistência ao desgaste em temperaturas elevadas. Neste contexto, não há significativa formação dos canais preferenciais nas paredes internas e, com a contínua alteração de diâmetros de fio máquina, há a necessidade de diminuição da velocidade de processamento, principalmente para os menores diâmetros, visando garantir a estabilidade do processo e a qualidade das espiras formadas. Caso a velocidade seja mantida constante, a instabilidade mecânica do fio no interior do tubo leva a uma grande perda de qualidade das espiras formadas, tornando necessário o seu descarte. Nos dois cenários, há uma importante perda de produtividade.

Neste contexto, em algumas linhas industriais de laminação de fio máquina, uma estratégia vem sendo utilizada: tubos formadores de espiras têm sido fabricados a partir de aços baixo carbono e alta liga, especialmente inoxidáveis ferríticos e duplex.

Estes aços têm sido selecionados por possuírem uma boa resistência à oxidação e por apresentarem um bom balanço de propriedades como elevada resistência mecânica e, ainda assim, boa tenacidade e resistência à fadiga. Neste contexto, quando um tubo novo entra em operação, sugere-se que fios máquina com maior diâmetro sejam os primeiros a serem processados. Desta forma, eles criarão canais por desgaste com elevado raio de curvatura que, portanto, representarão concentradores de tensão menos severos.



**Figura 1.** (a) Figura esquemática ilustrando o tubo no equipamento formador de espiras (Adaptado de Lashua e Kiefe [1]); (b) Figura esquemática ilustrando sentido de entrada do fio máquina no tubo formador de espiras e destacando as curvas onde se verifica com maior frequência a ocorrência de falhas (Adaptado de Yao et al. [2]).

Estes canais, posteriormente, servirão como caminhos preferenciais para os fios de menor diâmetro, garantindo a estabilidade do processo sem a necessidade de redução da velocidade nominal para a bitola em processamento [3-5]. Neste cenário de operação, espera-se que um tubo formador de espiras tenha vida útil suficiente para processar até 20.000 toneladas de fio máquina, o que representa algo em torno de 8 a 12 dias de produção em plantas de laminação, a depender do planejamento.

Entretanto, mesmo aplicando a estratégia acima apresentada, ainda hoje, se observa uma grande variabilidade na vida útil dos tubos formadores de espiras. Alguns tubos, manufaturados a partir do mesmo aço, têm apresentado tempos de vida útil muito diferentes. Por exemplo, na indústria brasileira, atualmente, enquanto um tubo processa 20.000 toneladas, outros são capazes de produzir 8.000 toneladas (ainda considerado bom atualmente), ou até mesmo apenas 300 toneladas (péssimo desempenho). Além dos prejuízos já mencionados, considerando que o custo de um tubo formador de espiras, a depender do aço utilizado, pode variar entre R\$20.000,00 e R\$30.000,00 a unidade, a sua substituição com pequeno tempo de vida útil, representa um custo elevado para o processo, principalmente devido à necessidade de paradas não programadas.

Considerando aspectos relacionados ao tipo de aço e ao processamento, alguns autores [3,4,6] estudaram as possíveis causas de falhas em tubos formadores de espira manufaturados em diferentes aços e, de forma geral, eles concluíram que estas falhas estão associadas principalmente a uma das listadas a seguir: i) aço com comportamento frágil a quente; ii) desgaste contínuo dos canais preferenciais com formação de trincas radiais que se propagam por fadiga; iii) má formação de canais preferenciais, levando à instabilidade do processo e necessidade de substituição do tubo. Neste contexto, autores argumentaram que o ideal seria fabricar o tubo a partir de um aço com boa resistência à oxidação e à corrosão, elevada resistência mecânica e à fadiga e que, ainda assim, possuísse uma característica fundamental: possibilitar a formação de um canal preferencial durante a laminação das primeiras unidades de fio máquina processadas (com maior diâmetro), mas que durante a sua exposição às temperaturas de processo da ordem de 900 °C a 950 °C, experimentasse um endurecimento superficial nos canais, diminuindo a taxa de desgaste do tubo e estabilizando a geometria do canal com elevado raio de curvatura. Desta forma, mesmo com a posterior passagem de fios com menor diâmetro, a taxa de desgaste diminuiria, prolongando a vida útil do tubo. Neste contexto, alguns autores sugerem a utilização do aço inoxidável duplex UNS S32750 como uma boa alternativa.

Segundo a literatura [3,5,8-10], quando solubilizado, o aço inoxidável duplex UNS S32450 seria bifásico constituído por frações semelhantes de ferrita e austenita. Nesta condição, ele permitiria a formação do canal preferencial por desgaste no início da sua operação, no entanto, com o aumento do tempo de exposição em temperaturas da ordem de 900 °C a 950 °C, ele experimentaria transformações de fases. A ferrita passaria por uma transformação eutetóide, se transformando gradativamente em sigma ( $\sigma$ ) e austenita secundária ( $\gamma'$ ). Em casos extremos, nos quais toda a ferrita é consumida, poderia haver precipitação de  $\sigma$  a partir da austenita [3,5,8-11]. Esta transformação, próxima ao canal preferencial, aumentaria a dureza local, reduzindo a sua taxa de crescimento e estabilizando a sua geometria [3,5,8-12]. Apesar desta tecnologia já ser aplicada, ainda se observa uma grande variabilidade na vida útil de tubos formadores de espiras manufaturados a partir do aço inoxidável UNS S32750, com uma frequência ainda relativamente alta de tubos apresentando uma vida útil até 90% menor do que o esperado. Esta variabilidade provavelmente está associada à falta de conhecimento técnico sobre a cinética de formação de fase sigma neste tipo de produto, assim como sobre o seu efeito no desempenho em desgaste dos tubos.

Considerando a escassez de informações técnicas e científicas a este respeito, este trabalho se propôs a avaliar o efeito do tempo de exposição do aço inoxidável duplex UNS S32450 à temperatura de 950 °C sobre a sua evolução microestrutural, precipitação de fase sigma ( $\sigma$ ) e desempenho em desgaste; correlacionando os resultados obtidos em escala laboratorial com dois casos industriais. Dois tubos com diferentes desempenhos em serviço foram caracterizados e a causa para a substituição dos mesmos foi relacionada ao conhecimento gerado neste estudo. Este trabalho tem relevância científica e tecnológica para a academia e, principalmente, para a indústria de laminação de fio máquina.

## 2 Materiais e métodos

### 2.1 Materiais

Neste trabalho, amostras foram retiradas de uma chapa do aço UNS S32750 com 5mm de espessura, laminada e solubilizada. A Tabela 1 apresenta a composição química da referida chapa, medida por meio da técnica de espectrometria de emissão óptica. A Figura 2 apresenta a microestrutura do material em seu estado de entrega. Ao se comparar a Tabela 1 com a norma ASTM A789/A789M [13], pode-se verificar que a chapa estudada atende a todos os requisitos que a qualificam como UNS S32750.

**Tabela 1.** Composição química da chapa de aço UNS S32750 estudado (% em peso)

C	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	N	P	S
0,013	25,20	6,70	0,70	3,80	0,31	0,30	0,026	0,001

A Figura 2 destaca uma microestrutura coerente com a de um aço UNS S32750 laminado e solubilizado [9,10], sendo possível observar uma microestrutura bandeada constituída por ferrita e austenita, com respectivas frações volumétricas de  $50\pm 4\%$  e  $50\pm 4\%$  (com precisão relativa  $< 10\%$  em acordo com a norma de metalografia quantitativa ASTM E1245-03(2016) [14].

## 2.2 Métodos

### 2.2.1 Simulação termodinâmica e cinética computacional

Considerando os aspectos apresentados na Introdução deste trabalho, percebe-se que os efeitos da temperatura de trabalho e do tempo de exposição sobre a evolução microestrutural do tubo serão de fundamental importância para o desempenho do mesmo, principalmente no que tange ao comportamento em desgaste. Portanto, a primeira etapa desta metodologia consistiu em executar simulações computacionais termodinâmica e cinética para estimá-los. Inicialmente, uma simulação termodinâmica em condições de equilíbrio foi executada com o objetivo de se avaliar o efeito da temperatura sobre os campos de estabilidade das fases. Para este fim, utilizou-se o software *MatCalc* e a base de dados mc-feV2.0.60. A composição química da chapa, apresentada na Tabela 1, foi utilizada como dado de entrada da simulação.

Por meio desta etapa, foi possível calcular as frações em peso e volumétrica das fases estáveis em função da temperatura.

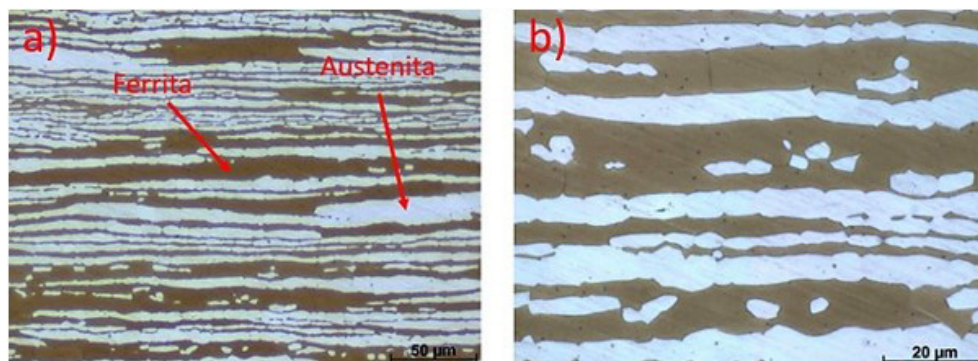
Conforme descrito pela literatura [9,10,12], na temperatura de  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  as fases estáveis majoritárias presentes no aço UNS S32750 são ferrita, austenita e sigma ( $\sigma$ ). A fase  $\sigma$  é uma fase endurecedora e, nesta temperatura, se forma majoritariamente a partir da decomposição eutetóide da ferrita. Neste contexto de controle da taxa de desgaste do canal preferencial em decorrência da formação desta fase, se torna importante calcular a evolução temporal da sua formação considerando a temperatura de trabalho de  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  (temperatura estimada da superfície de contato do tubo com o fio máquina). Para este fim, uma simulação cinética

computacional foi feita por meio da utilização do software *MatCalc*. Nesta simulação, considerou-se que o material foi inicialmente solubilizado a  $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$  (temperatura definida com base no diagrama de fases calculado em condições de equilíbrio termodinâmico) e, na sequência, resfriado rapidamente até a temperatura de isoterma de  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ , permanecendo nela por tempo suficiente para que a fração de equilíbrio fosse atingida.

### 2.2.2 Efeito do tempo de tratamento isotérmico sobre a evolução microestrutural

Com o objetivo de se avaliar, experimentalmente, o efeito do tempo de isoterma a  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  sobre a evolução microestrutural do aço UNS S32750, amostras representativas foram coletadas da chapa em seu estado de entrega e submetidas a diferentes intervalos de tempo de tratamento térmico. Como as amostras já estavam solubilizadas, elas foram diretamente introduzidas em um forno TEMPER T-40-N2-TH pré-aquecido a  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ , em uma atmosfera inerte constituída por gás  $\text{N}_2$ . Os tempos de residência das amostras, depois do encharque, foram: 10 min, 30 min, 150 min e 24h. Após a realização dos tratamentos térmicos, elas foram resfriadas ao ar, simulando uma condição industrial de parada de produção entre o processamento de diferentes lotes de fio máquina.

Cada uma das amostras termicamente tratadas foi submetida a procedimentos de preparação metalográfica na seção transversal ao sentido de laminação. Para esta preparação, os procedimentos de lixamento e polimento foram aplicados seguindo as recomendações da norma ASTM E3 [15]. As amostras foram atacadas com o reativo Behara (20ml de HCl, 80ml de  $\text{H}_2\text{O}$ , 1g de  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  e 2g de  $(\text{NH}_4)\text{HF}_2$ ), classicamente indicado pela literatura para gerar contraste entre as fases ferrita, austenita e sigma neste tipo de aço [9-12]. Após atacadas, elas foram observadas com o auxílio do microscópio óptico (MO) LEICA DMLM e do microscópio eletrônico de varredura (MEV) QUANTA 400 provido de detectores EDS e WDS da Oxford. Análises químicas semiquantitativas foram realizadas nas fases constituintes das amostras, sendo possível identificá-las com boa precisão.



**Figura 2.** Micrografias ópticas do aço UNS S32750 em seu estado de entrega – Ataque Behara – (a) 500x; (b) 1000x.

Procedimentos de metalografia quantitativa recomendados pela norma ASTM E1245 [14] foram aplicados em todas as amostras com o objetivo de se determinar o efeito do tempo de isoterma sobre as frações das fases (ferrita, austenita, sigma). Finalmente, as microdurezas globais de cada amostra foram medidas. Para este fim, o microdurometro Emcotest foi utilizado na escala Vickers, com carga aplicada de 1000g. O valor da dureza foi obtido por meio da média aritmética de 5 medições. Todas as medidas de dureza foram realizadas seguindo as recomendações da norma ASTM E92 [16].

### 2.2.3 Efeito do tempo de tratamento isotérmico sobre o desempenho em desgaste microabrasivo

Para se avaliar o efeito do tempo de isoterma a 950 °C sobre o desempenho em desgaste do aço UNS S32750, corpos de prova representativos, com dimensional 20 mm×30 mm×5 mm, foram amostrados da chapa em seu estado de entrega. Os corpos de prova foram termicamente tratados nas mesmas condições apresentadas no item 2.2.2.

O método de ensaio selecionado foi o de esfera sobre plano, normatizado pela ASTM G133 [17]. As esferas (raio de 4,75 mm) utilizadas no ensaio foram todas usinadas a partir de fio máquina de aço SAE 1080 com 329HB de dureza, buscando simular a passagem de fios máquina com dureza relativamente elevada. Antes da realização dos ensaios, os corpos de prova termicamente tratados tiveram sua superfície lixada em grão 120# e limpas em banho ultrassônico com acetona por 10 min seguido de banho ultrassônico em etanol por mais 10 min.

Para a execução dos ensaios, utilizou-se um tribômetro universal da Bruker. As condições padronizadas de ensaio foram: i) carga normal aplicada de 25N; ii) comprimento da trilha: 10mm; iii) distância total percorrida pela esfera: 1000m; iv) frequência de rotação: 5Hz. Todos os ensaios foram realizados em triplicata. Um perfilômetro óptico Countour GT da Bruker foi utilizado para se medir o perfil topográfico da trilha de desgaste impresso sobre os corpos

de prova (diâmetro calota esférica), sendo possível então calcular a taxa de desgaste, em mm<sup>3</sup>/mN, conforme orienta a norma ASTM G133 [17]. Além da taxa de desgaste, por meio da utilização de uma balança de precisão AYW220D da Shimadzu, com resolução de 1,0x10<sup>-5</sup>g, foi possível determinar a perda de massa por desgaste para cada cenário de tratamento isotérmico.

### 2.2.4 Caracterização dos canais preferenciais de tubos formadores de espiras utilizados em escala industrial

Buscando relacionar os resultados obtidos em escala de bancada com o desempenho de tubos formadores de espiras, manufacturados em aço inoxidável duplex UNS S32750, utilizados em escala industrial, este trabalho se propôs a fazer uma caracterização macro e microestrutural de dois componentes que apresentaram tempo de vida útil muito diferentes. Para este fim, um tubo com bom desempenho, que processou 5.017 bobinas de fio máquina, e um tubo com mau desempenho, que processou apenas 277 bobinas, sendo o peso de cada bobina de aproximadamente 2 toneladas, foram amostrados na região crítica da curva 2 (Figura 1). Os tubos foram cortados em sua seção transversal e submetidos a procedimentos de preparação metalográfica seguindo as recomendações da norma ASTM E3 [15]. Em seguida, foram atacados com o reativo Behara. Macrografias foram obtidas com o objetivo de se avaliar o perfil topográfico dos canais preferenciais de desgaste, assim como a microestruturas ao longo da seção transversal foram avaliadas com o objetivo de se explicar as possíveis causas dos desempenhos em serviço terem sido tão diferentes.

## 3 Resultados e discussão

### 3.1 Simulação termodinâmica e cinética computacional

A Figura 3 apresenta os diagramas de fase de equilíbrio do aço UNS S32750 estudado neste trabalho.

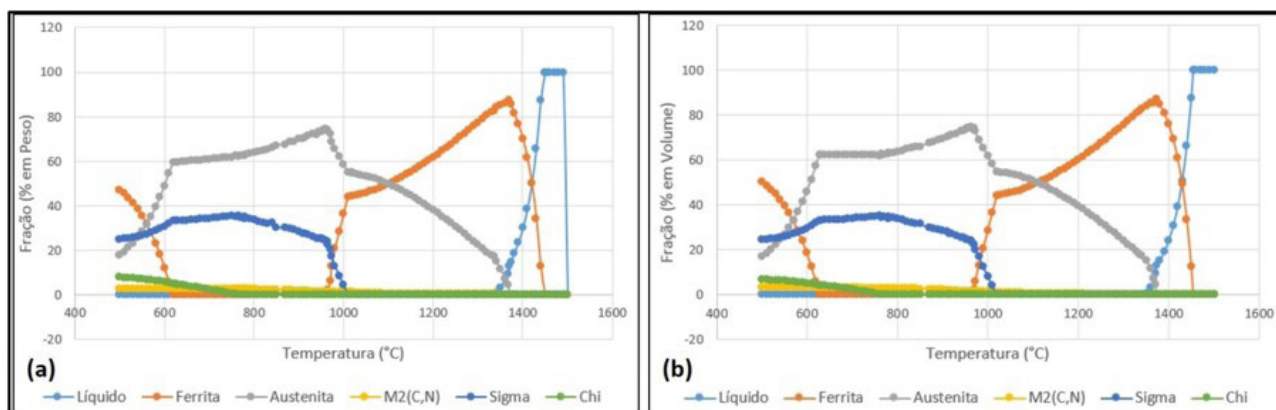
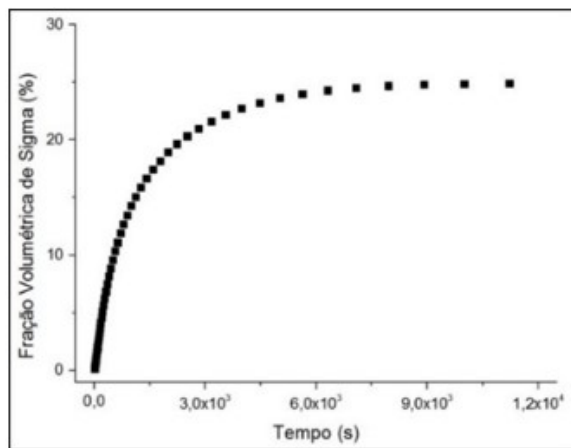


Figura 3. Diagrama de fases do aço estudado calculado por meio de simulação termodinâmica computacional (a) fração em peso; (b) fração volumétrica das fases.

Pode-se observar na temperatura de 1150 °C, que as frações em peso e volumétrica de ferrita e austenita são semelhantes e a fração de intermetálicos é desprezível, sendo esta, portanto, uma temperatura recomendada para a sua solubilização. À 1150 °C, em condições de equilíbrio termodinâmico, verifica-se que as frações volumétricas de ferrita e austenita são, respectivamente, 53,8% e 45,7%. As frações volumétricas dos intermetálicos são: i) sigma: 0%; ii) Chi: 0% e iii)  $M_2(C,N)$ : 0,5%. Na temperatura de 950 °C, usual na superfície do tubo durante a formação de espiras, nota-se, conforme descrito na literatura [8-12], uma significativa fração de fase sigma, decorrente da decomposição eutóide da ferrita. Nesta temperatura, as frações volumétricas



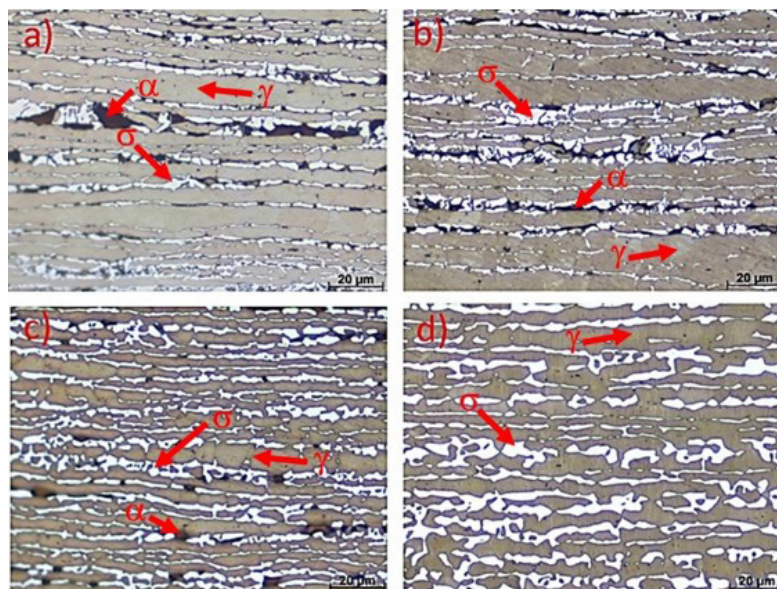
**Figura 4.** Fração volumétrica de fase sigma precipitada. Computacionalmente calculada a partir da condição de solubilização completa do material a 1150 °C e resfriada rapidamente até a isoterma de 950 °C.

de ferrita, austenita e sigma são, respectivamente, 0%, 73,6% e 25%. O somatório das frações de Chi e  $M_2(C,N)$  é muito pequena, tendendo a apenas 1,4%. Estes resultados estão coerentes com a composição química do aço estudado e com a literatura [3,5,8-12].

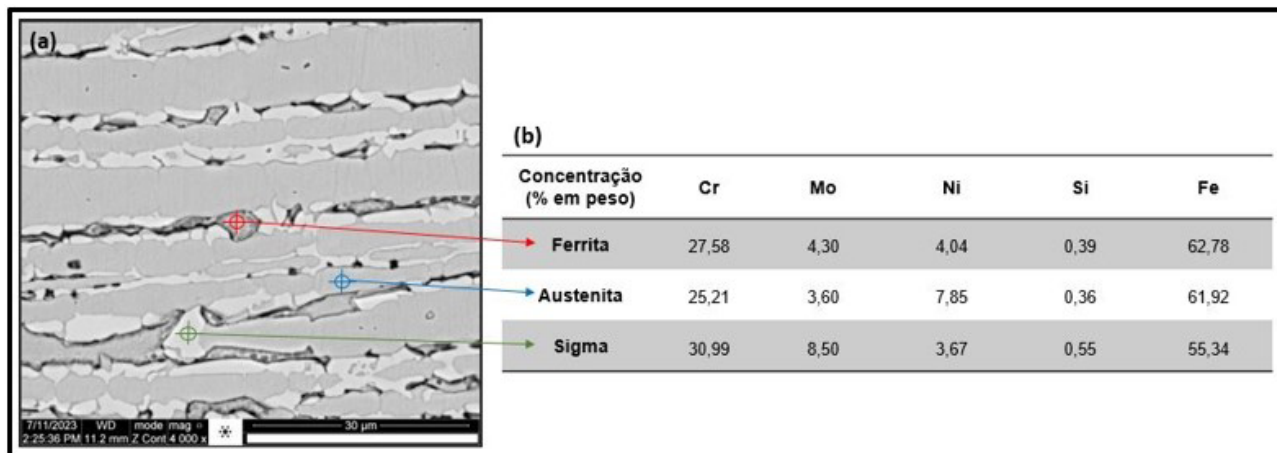
A Figura 4 apresenta a evolução cinética de formação de fase sigma considerando um cenário de solubilização prévia a 1150 °C seguida de um rápido resfriamento até a temperatura de 950 °C, onde um tratamento isotérmico foi simulado. Observa-se que a cinética de formação desta fase, nestas condições, é relativamente rápida. A sua fração volumétrica de equilíbrio para 950 °C (25%) é atingida em aproximadamente 133 min (7980s). No cenário de formação de espiras, este intervalo de tempo será aquele onde a maior fração de sigma será formada, assim como, o maior endurecimento será alcançado [8-12,18,19]. O intervalo de tempo necessário para que 20% de fase sigma se forme, já produzindo significativo endurecimento, é de apenas 37 min (2220s). Neste contexto, quanto maior o tempo de exposição do material à temperatura de trabalho, maior será a fração desta fase até que a condição de equilíbrio seja alcançada (limite de 25%), esperando-se que a dureza da parede interna do tubo aumente. Isto, segundo a literatura [3,5], justificaria limitações em relação ao crescimento do canal preferencial por desgaste. No entanto, diminuiria a tenacidade local, aumentando a possibilidade de nucleação de trincas transversais.

### 3.2 Efeito do tempo de tratamento isotérmico sobre a evolução microestrutural

A Figura 5 apresenta a evolução microestrutural das amostras submetidas a diferentes intervalos de tempo de tratamento isotérmico na temperatura de 950 °C.



**Figura 5.** Micrografias ópticas ilustrando o efeito do tempo de tratamento isotérmico a 950 °C sobre a microestrutura do aço UNS S32750 (a) 10 min; (b) 30 min; (c) 150 min; (d) 24h – Ataque Behara – 1000x ( $\alpha$ -ferrita,  $\gamma$ -austenita,  $\sigma$ -sigma).

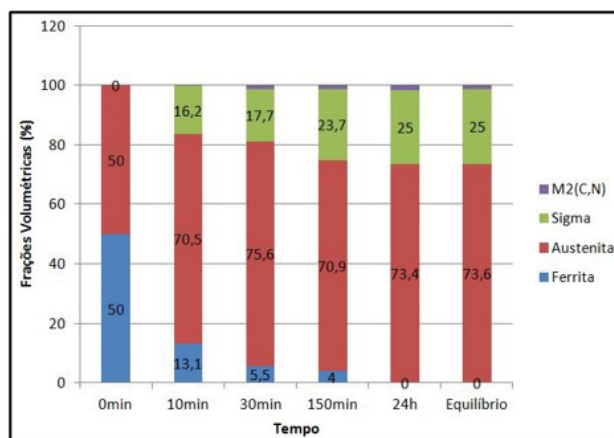


**Figura 6.** (a) Micrografia eletrônica de varredura da amostra submetida a 30 min de tratamento isotérmico a 950 °C; (b) dados de análise química semiquantitativa (MEV-EDS) das fases presentes nesta amostra.

Observa-se que com o aumento do tempo, a fração de ferrita (preto) diminui, dando origem à fase sigma (branco) e à austenita secundária (marrom, sem contraste com a austenita primária para microscopia óptica). Com o objetivo de melhor identificar as fases, a Figura 6 apresenta micrografias eletrônicas de varredura e dados semiquantitativos de EDS da amostra submetida a 30 min de tratamento a 950 °C. Nela, é possível identificar as fases com maior precisão. Nota-se que, para este intervalo de tempo, a ferrita ainda presente, se caracteriza pela coloração escura e pelas concentrações intermediárias de Ni e Mo em solução sólida. A austenita se destaca como a fase mais rica em Ni e a fase sigma pelas elevadas concentrações de Cr e Mo. Os resultados obtidos estão em acordo com trabalhos prévios da literatura [8-12,18-20].

Conforme descrito na metodologia, métodos quantitativos foram aplicados às amostras tratadas e as frações volumétricas das fases foram medidas. Os resultados obtidos são apresentados na Figura 7. Em acordo com a simulação cinética, percebe-se que com o aumento do tempo de tratamento, a fração de fase sigma aumentou em detrimento da decomposição da ferrita, se aproximando da fração volumétrica prevista para condições de equilíbrio termodinâmico. A Figura 8a apresenta um comparativo entre as frações experimentalmente medidas e aquelas calculadas por meio de simulação computacional. Considerando os desvios experimentais associados à metalografia quantitativa, pode-se dizer que há uma aderência entre os resultados de simulação e os experimentais.

Bayão et al. [8] argumentaram que a cinética de precipitação de fase sigma em aços inoxidáveis duplex é difusional e, portanto, pode ser descrita por meio de uma equação adaptada do tipo JMAK (Equação 1). Nesta equação,  $f$  é a fração de sigma em um instante de tempo  $t$  qualquer,  $f_e$  é a fração de sigma no equilíbrio,  $k$  é uma constante que está relacionada à velocidade de transformação e  $n$  é uma constante de ajuste. Ao se aplicar o método de linearização



**Figura 7.** Efeito do tempo de isoterma a 950 °C sobre as frações volumétricas de fases medidas por metalografia quantitativa (o instante de tempo 0 min representa o material no estado de entrega).

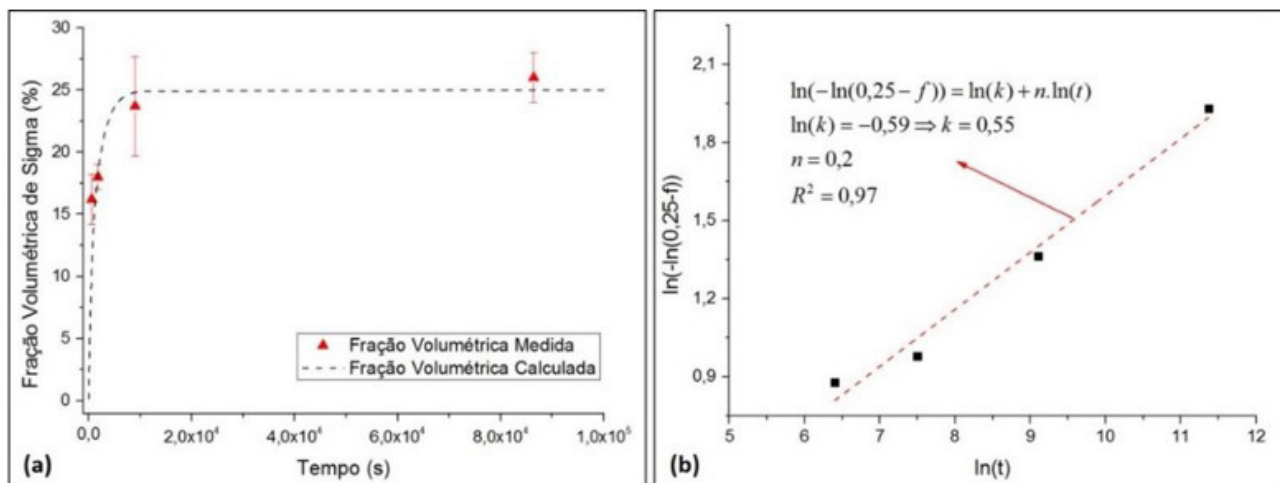
da Equação 1, a Equação 2 pode ser escrita. Desta forma, por meio da utilização dos dados experimentais e considerando  $f_e=0,25$ , o gráfico apresentado na Figura 8b pôde ser construído e a Equação 2 pôde ser ajustada a ele.

Percebe-se um bom ajuste desta equação aos dados experimentais, com  $R^2=0,97$ . Neste contexto, pode-se afirmar que foi possível obter, para este aço isotermicamente tratado a 950 °C, uma equação de previsibilidade para a fração de fase sigma formada como uma função do tempo (em segundos) de tratamento (Equação 3).

$$f = f_e - e^{-kt^n} \quad (1)$$

$$\ln(-\ln(f_e - f)) = \ln(k) + n \ln(t) \quad (2)$$

$$f = 0,25 - e^{-0,55t^{0,2}} \quad (3)$$



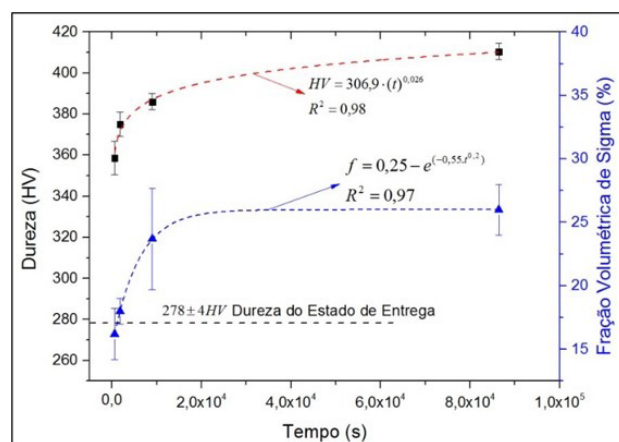
**Figura 8.** (a) Comparação entre as frações volumétricas de fase sigma medidas experimentalmente e aquelas computacionalmente calculadas; (b) linearização dos dados experimentais e regressão linear para ajuste do modelo JMAK adaptado.

### 3.3 Efeito do tempo de tratamento isotérmico sobre o desempenho em desgaste microabrasivo

As amostras termicamente tratadas a 950 °C foram submetidas a ensaios de dureza, conforme descrito na metodologia. A Figura 9 compara a influência do tempo de tratamento isotérmico sobre a dureza e a fração volumétrica de fase sigma. Observa-se que, mais uma vez em acordo com a literatura [8-12,18-20], há um expressivo aumento da dureza com a precipitação da referida fase. A elevação da dureza acontece segundo uma lei de potência com o tempo (em segundos) de tratamento, como ilustra a Equação 4 obtida neste trabalho por meio de regressão não-linear, com coeficiente de determinação  $R^2=0,98$ .

$$HV = 306,9 \cdot (t)^{0,026} \quad (4)$$

Segundo a literatura [21-23], na maioria dos sistemas de desgaste microabrasivo há uma relação inversamente proporcional entre a dureza e a taxa de desgaste. Portanto, esperar-se-ia que com o aumento do tempo de isoterma e consequente aumento de dureza, haveria uma diminuição da taxa de desgaste, principalmente nos primeiros minutos, onde se percebeu a maior variação de dureza: de 278HV no estado de entrega para 359HV nos primeiros 10 minutos (incremento aproximado de 30%). Ao se observar a Figura 10, pode-se notar que esta expectativa foi atendida. Nota-se que o material no estado de entrega, com microestrutura balanceada ferrita-austenita possui uma taxa de desgaste 1,4 vezes maior do que aquela medida para o tempo de isoterma de 10 minutos (fração volumétrica de sigma medida de 16,2%). Para intervalos de tempo superiores, considerando os desvios experimentais, pode-se afirmar que não há significativa variação da taxa de desgaste. Este resultado pode ser explicado pelo menor incremento de dureza, não passando de 10% ao se comparar a amostra



**Figura 9.** Efeito do tempo de tratamento isotérmico a 950 °C sobre a dureza do aço estudado.

tratada por 10 minutos e aquela tratada por 24 horas. A massa perdida por desgaste também foi medida e, como esperado, um comportamento semelhante foi verificado.

Ao se avaliar estes resultados no contexto dos tubos formadores de espiras, algumas importantes discussões podem ser feitas: i) um tubo novo fabricado em aço inoxidável duplex UNS S32750 solubilizado apresentará uma microestrutura bifásica ferrita-austenita com a menor dureza entre as condições avaliadas neste trabalho. Neste cenário, ela apresentará as maiores taxa e perda de massa por desgaste, representando uma condição mais favorável para a formação de canais preferenciais na parede interna do tubo; ii) na temperatura de 950 °C, a cinética de precipitação de fase sigma é relativamente rápida. Observou-se que com um intervalo de tempo de 10 minutos em operação nesta temperatura, cerca de 16% de fase sigma já terá se formado, elevando a dureza local em aproximadamente 30%.



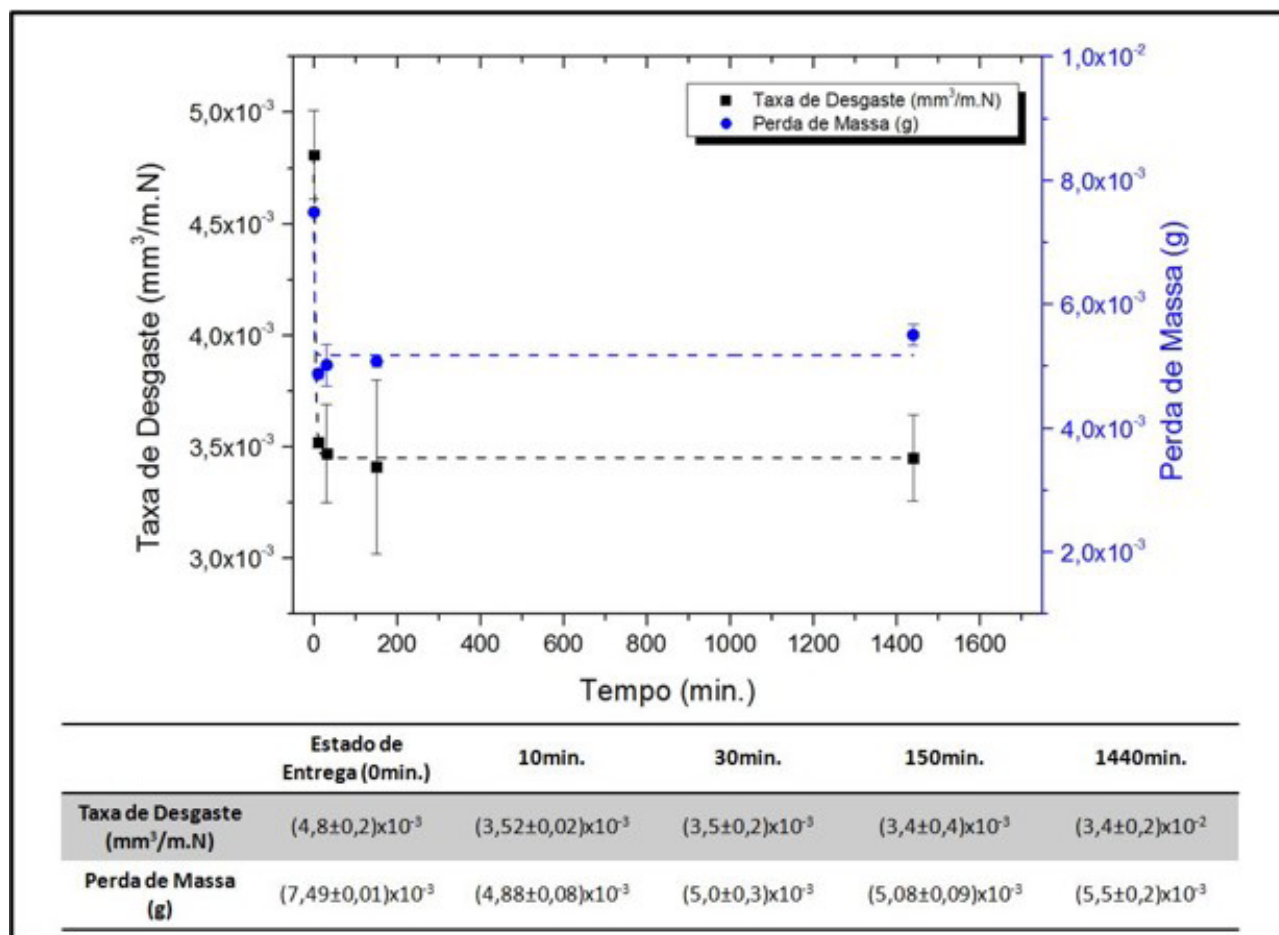


Figura 10. Efeito do tempo de tratamento isotérmico a 950 °C sobre o desempenho em desgaste microabrasivo do aço estudado.

Isso levará a uma diminuição da taxa de desgaste, restringindo o crescimento do canal preferencial; iii) para intervalos de tempo maiores do que 10 minutos, apesar da contínua precipitação de fase sigma até 25% em volume, o incremento de dureza não será superior a 10% e não haverá mais significativa alteração do comportamento em desgaste da parede interna do tubo.

Neste cenário, pode-se concluir, de forma contundente, que o diâmetro do primeiro fio máquina a ser processado em tubos manufacturados pelo aço UNS S32750 terá forte influência sobre as características geométricas do canal preferencial de desgaste. Quanto menor o diâmetro do material processado, maior será a tensão local na parede interna do tubo [1-6] e, como este se encontra relativamente macio, haverá a formação de um canal profundo e com pequeno raio de curvatura, o que representará um severo concentrador de tensões e poderá levar o tubo à fratura. Com o aumento do diâmetro do fio máquina, haverá uma diminuição da tensão localizada e o canal formado terá maior raio de curvatura, representando um concentrador de tensões mais suave. Como durante a sua passagem, em temperatura elevada, haverá tratamento térmico da parede interna do tubo, precipitação de fase sigma e incremento

da resistência ao desgaste, a geometria do canal estará definida e o seu tamanho aumentará muito lentamente, independentemente do diâmetro do material processado. Entretanto, se o diâmetro do fio for exageradamente grande, haverá tratamento térmico da superfície interna do tubo, no entanto, como as tensões locais serão muito baixas [1-6], poderá não ocorrer a formação de canal preferencial, ou ele poderá ser muito raso. Neste contexto, ao se alterar o diâmetro dos fios, poderá haver recorrente instabilidade operacional e perda de qualidade das espiras formadas.

### 3.4 Caracterização dos canais preferenciais de tubos formadores de espiras utilizados em escala industrial

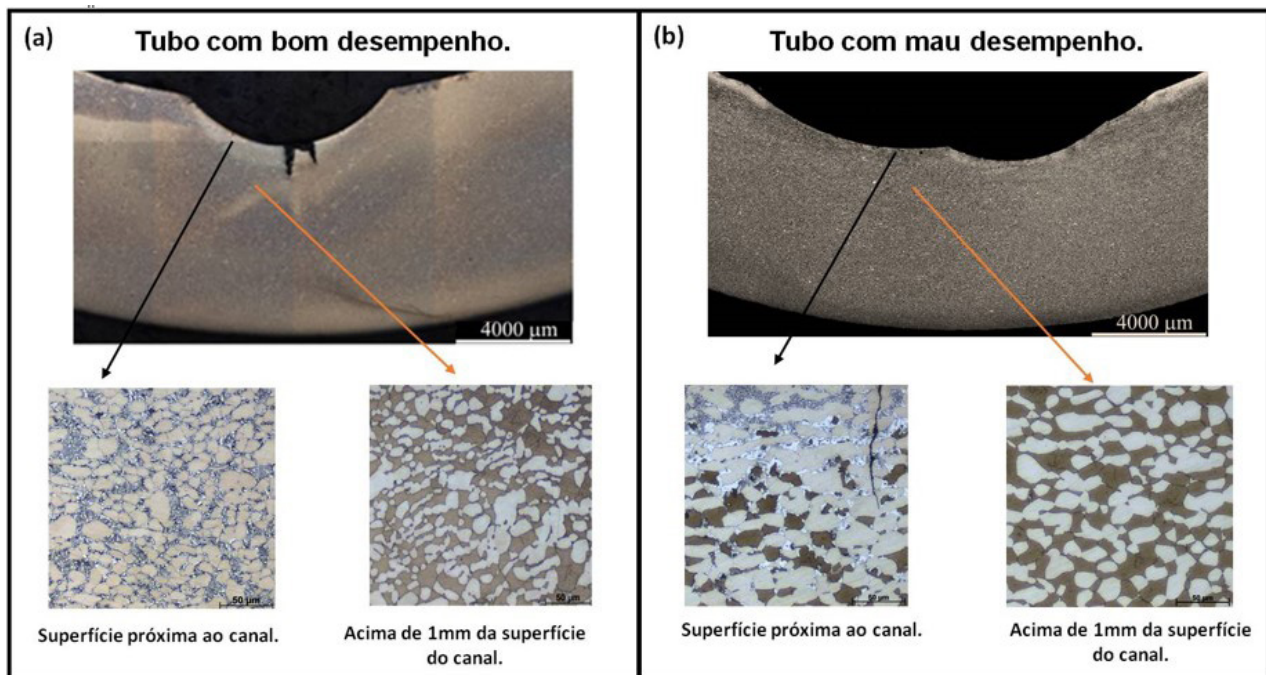
Buscando relacionar os resultados obtidos em escala de bancada com o desempenho de tubos formadores de espiras de aço inoxidável duplex UNS S32750, utilizados em escala industrial, este trabalho caracterizou dois componentes que apresentaram tempos de vida útil muito diferentes. Para este fim, um tubo com bom desempenho, que processou 5.017 bobinas de fio máquina, e um tubo com mau desempenho, que processou apenas 277 bobinas, foram amostrados na região crítica da curva 2 (Figura 1).

A Figura 11 apresenta os resultados obtidos. Percebe-se que o tubo com bom desempenho (Figura 11a) apresentou um canal bem definido em sua parede interna. Ao se caracterizar a microestrutura ao longo de sua espessura, percebeu-se que, conforme esperado, na superfície do canal houve significativa precipitação de fase sigma (extensão de aproximadamente 0,5mm ao longo da espessura). Com base nos resultados aqui já apresentados, supõe-se que no início das operações deste tubo, um fio máquina com diâmetro adequado tenha sido utilizado com uma velocidade de processamento compatível. Neste contexto, nos 10 primeiros minutos o canal teria se formado e com o aumento da resistência ao desgaste local, sua geometria e tamanho teriam sido estabilizados. A substituição deste tubo se deu em decorrência do aparecimento de trincas transversais que levaram o componente à fratura após processar 5.017 bobinas. Observa-se ainda na Figura 11a que, a microestrutura ao longo da espessura, em regiões não afetadas termicamente se manteve como a bifásica original (ferrita-austenita).

Ao se observar a seção transversal do tubo com mau desempenho (Figura 11b), nota-se que houve a formação de dois canais mais rasos. A formação de mais de um canal pode ser considerada como um indicativo de instabilidade na passagem dos fios. Com base no presente estudo, pode-se discutir duas hipóteses: i) no início da operação deste tubo, o fio utilizado possuía um diâmetro relativamente grande para o propósito de formação do canal preferencial. Isso, segundo a literatura [1,2,6], diminuiria a tensão local, reduzindo a taxa de desgaste. Como o processamento do mesmo se deu em temperatura elevada, houve precipitação de fase

sigma (extensão de aproximadamente 0,1mm ao longo da espessura), endurecendo a parede interna e comprometendo a formação de um canal preferencial; ii) nos primeiros minutos, utilizou-se um fio com diâmetro menor do que o ideal, porém, com elevada velocidade de processamento. Neste caso, haveria um regime de instabilidade dinâmica desde o início da operação, dificultando a formação do canal preferencial. Considerando a elevada velocidade de passagem do fio em regime mais turbulento, a região do tubo afetada pelo calor seria menor, ou seja, haveria precipitação de fase sigma por uma extensão menor ao longo da espessura (conforme corrobora a Figura 11b). Nos dois possíveis cenários, justifica-se a instabilidade dinâmica na passagem dos fios, comprometendo a qualidade das espiras e tornando necessária a substituição deste tubo.

Mediante as discussões acima apresentadas, buscou-se o histórico de processamento industrial dos dois tubos avaliados. Foi possível perceber que o tubo com bom desempenho, no início de sua campanha, processou, com velocidade de 54m/s, um fio máquina com 10mm de diâmetro. Em contrapartida, o tubo com mau desempenho foi submetido a um fio com diâmetro de 7mm e velocidade nominal de operação de 100m/s. Portanto, para o tubo com o pior desempenho, pode-se concluir que a hipótese (ii) se mostrou verdadeira. Estes dados corroboram a proposta deste trabalho, onde afirma-se que a definição adequada do diâmetro do fio máquina e da velocidade de processamento no início da campanha do tubo serão decisivos para a sua vida útil em virtude da cinética de precipitação de fase sigma neste produto a 950 °C.



**Figura 11.** Caracterização macro e microestrutural de tubos formadores de espiras com (a) bom e (b) mau desempenho em escala industrial – Ataque Behara – Micrografias com 500x.

## 4 Conclusões

Mediante os resultados obtidos neste trabalho, pode-se concluir que:

A temperatura de solubilização recomendada para tubos do aço UNS S32750 é 1150 °C. Nesta temperatura, em condições de equilíbrio termodinâmico, espera-se frações volumétricas de ferrita e austenita, respectivamente de 53,8% e 45,7%. Carbonetos do tipo  $M_2(C,N)$  complementam a microestrutura com 0,5% em fração volumétrica.

A partir de uma microestrutura inicialmente solubilizada, houve uma significativa aderência entre a simulação computacional e os resultados experimentais no que tange à cinética de precipitação de fase sigma a 950 °C. O tempo necessário para que a fração volumétrica máxima desta fase a 950 °C (25%) seja alcançada é de aproximadamente 133 minutos. Para que 20% dela se forme é de apenas 37 minutos. No entanto, os dados experimentais mostraram que com apenas 10 minutos já há a formação de aproximadamente 16% de sigma e um significativo endurecimento (30%) em relação ao material solubilizado. Como consequência, há uma diminuição de 27% na taxa de desgaste microabrasivo do material.

As definições de processamento de fio máquina em tubos formadores de espiras de aço UNS S32750, nos 10 primeiros minutos de operação a 950 °C, serão decisivas no que tange à vida útil do componente.

Tubos com diâmetros excessivamente grandes poderão promover tratamento térmico nas paredes internas do tubo, levando à precipitação de fase sigma e, conseqüentemente, endurecimento local sem que haja a formação de canais preferenciais. A consequência deste cenário será a instabilidade dinâmica do processo com prejuízos à qualidade das espiras formadas. Tubos com diâmetros excessivamente pequenos, podem promover acentuado desgaste, criando canais profundos e com pequeno raio de curvatura que atuarão como severos concentradores de tensão, podendo levar o tubo à fratura por fadiga prematuramente. A utilização de elevadas velocidades de operação no início da campanha do tubo pode causar um regime de instabilidade dinâmica desde o início da operação, dificultando a formação de um canal preferencial.

Estudos futuros de otimização da vida útil dos tubos formadores de espira de aço UNS S32750 certamente devem passar pela determinação de um diâmetro de fio máquina e uma velocidade de processamento ótimos a serem utilizados no início da operação de um tubo novo.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro para o desenvolvimento desse trabalho e à GERDAU pelo suporte com amostras e infraestrutura.

## Referências

- 1 Lashua CD, Kiefer BV. Recent developments in laying head technology for high-speed rod rolling mills. *Iron and Steel Technology*. 2015;12(8):152-156.
- 2 Yao S, Ceccarelli M, Carbone G, Ma B. Force analysis and curve design for laying pipe in loop laying head of wire rod mills. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*. 2019;32(1):32.
- 3 Kiefer B, Gow N, Krejdosky WP. Advancements in laying head and coil reforming technology for high-speed rod rolling mills. In: *Proceedings of the Wire Association International*; 2016; Monterrey, Mexico. Monterrey: WAI; 2016.
- 4 Gouttam M, Sandip B. Wear of laying head pipes in a wire rod mill. *Journal of Failure Analysis and Prevention*. 2013;13:474-482.
- 5 Spaghetti A. Laying head pipe material for production of wire rods in long rolling mills. In: *Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração. Proceedings of the 53<sup>rd</sup> Rolling Seminar - International ABMweek*; 2016; Rio de Janeiro, Brazil. São Paulo: ABM; 2016.
- 6 Liu C, Liu Y, Ma L, Yuan P. Finite element analysis of contact between laying head pipe and high-speed wire rod. *Advanced Materials Research*. 2013;690-693:3316-3320.
- 7 Aguiar CHS, Fonseca GA, Guimarães MR. Desenvolvimento do tubo insertado para o formador de espiras do laminador 2 da ArcelorMittal Monlevade. In: *Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração. Anais do 51<sup>o</sup> Seminário de Laminação - Processos e Produtos Laminados e Revestidos*; 2013; Foz do Iguaçu, Brazil. São Paulo: ABM; 2013.
- 8 Bayão DV, Faria GLF, Arthuso ECM, Oliveira JR, Silva SN, Pinheiro IP. Estudo cinético da precipitação de fase sigma em um aço inoxidável duplex UNS S31803 envelhecido isotermicamente a 750 °C, 800 °C e 850 °C. In: *Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração. Anais do 74<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM*; 2019; São Paulo, Brazil. São Paulo: ABM; 2019.
- 9 Wu X, Song Z, Liu L, He J, Zheng L. Effect of secondary austenite on fatigue behavior of S32750 super duplex stainless steel. *Materials Letters*. 2022;322(1):132487.

- 10 Zou D, Han Y, Zhang W, Yu J. Sigma phase precipitation and properties of super-duplex stainless steel UNS S32750 aged at the nose temperature. *Journal of Wuhan University of Technology-Materials Science Edition*. 2011;28:182-185.
- 11 Morais CHXM, Faria GL, Lagoeiro LE, Silva JD. Characterization of the austenite reformation mechanisms as a function of the initial ferritic state in a UNS S32304 duplex stainless steel. *Materials Research*. 2017;21:1122.
- 12 Han Y, Zou N, Yao HH, Zhang W. Microstructural evolutions and its influence on properties of super-duplex stainless steel. *Advanced Materials Research*. 2010;97-101:656-659.
- 13 American Society for Testing and Materials – ASTM. ASTM 789/A789M: standard specification for seamless and welded ferritic/austenitic stainless steel tubing for general service. West Conshohocken: ASTM International; 2022.
- 14 American Society for Testing and Materials – ASTM. ASTM E1245-03(2016): standard practice for determining the inclusion or second-phase constituent content of metals by automatic image analysis. West Conshohocken: ASTM International; 2016.
- 15 American Society for Testing and Materials – ASTM. ASTM E3-11(2017): standard guide for preparation of metallographic specimens. West Conshohocken: ASTM International; 2017.
- 16 American Society for Testing and Materials – ASTM. ASTM E92-17(2017): standard test methods for vickers hardness and knoop hardness of metallic materials. West Conshohocken: ASTM International; 2017.
- 17 American Society for Testing and Materials – ASTM. ASTM G133-05(2016): standard test method for linearly reciprocating ball-on-flat sliding wear. West Conshohocken: ASTM International; 2016.
- 18 Dandekar TR, Kumar A, Khatirkar RK, Singh J, Kumar D. Effect of isothermal aging at 750 °C on microstructure and mechanical properties of UNS S32101 lean duplex stainless steel. *Materials Today. Communications*. 2021;29:102753.
- 19 Wang YQ, Han J, Wu HC, Yang B, Wang XT. Effect of sigma phase precipitation on the mechanical and wear properties of Z3CN20.09M cast duplex stainless steel. *Nuclear Engineering and Design*. 2013;259:1-7.
- 20 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*. 2021;30:546-555.
- 21 Hawk JA, Wilson RD, Tylczak JH, Doğan ÖN. Laboratory abrasive wear tests: investigation of test methods and alloy correlation. *Wear*. 1999;225–229(Part 2):1031-1042.
- 22 Ratia V, Valtonen K, Kemppainen A, Kuokkala VT. High-stress abrasion and impact-abrasion testing of wear resistant steels. *Tribol Online*. 2013;8(2):152-161.
- 23 Chintha AR. Metallurgical aspects of steels designed to resist abrasion, and impact-abrasion wear. *Materials Science and Technology*. 2019;35(10):1133-1148.

Recebido em: 21 Jul. 2023

Aceito em: 27 Fev. 2024