

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

ANDRESSA ROQUE GONÇALVES

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX
PRODUZIDO POR *LASER POWDER BED FUSION***

LONDRINA

2025

ANDRESSA ROQUE GONÇALVES

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX
PRODUZIDO POR *LASER POWDER BED FUSION***

Effect of heat treatments on duplex stainless steel produced by laser powder bed fusion

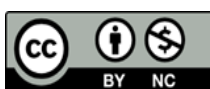
Trabalho de conclusão de curso apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientador: Prof. Dr. Marcio Andreato Batista Mendes.

Coorientadora: Dra. Brenda Juliet Martins Freitas.

LONDRINA

2025



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es). Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

ANDRESSA ROQUE GONÇALVES

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS EM UM AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX
PRODUZIDO POR *LASER POWDER BED FUSION***

Trabalho de conclusão de curso apresentado como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 11 de fevereiro de 2025

Prof^ª. Dr^ª. Sílvia Midori Higa
Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina

Luana Cristina Miguel
Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais
Universidade Federal de São Carlos, Campus São Carlos

Prof. Dr. Marcio Andreato Batista Mendes
Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais
Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina

LONDRINA

2025

AGRADECIMENTOS

Concluir esta etapa da minha trajetória é um momento especial e marcante. Por isso, é essencial expressar minha sincera gratidão a todos que, de alguma forma, contribuíram para a concretização deste trabalho.

Primeiramente, agradeço aos meus pais, Olinda e Domingos, que são meus exemplos de vida. O trabalho incansável para me proporcionar o melhor, somado ao apoio incondicional, aos incentivos em cada desafio e ao amparo em todas as situações, foram fundamentais para que eu chegasse até aqui.

Aos meus irmãos, Vanessa e Roy, que foram minhas primeiras inspirações e que independente da distância sempre se fizeram presentes. Cada conselho, incentivo e carinho fizeram toda a diferença.

Ao Breno, meu namorado, que conheci ao longo dessa trajetória e que tornou essa caminhada ainda mais especial. Sua presença trouxe leveza, apoio e carinho nos momentos mais difíceis, assim como alegria e parceria nos momentos de conquista.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcio Andreato Batista Mendes, pela confiança, paciência, comprometimento e suporte prestado em cada etapa deste trabalho.

À minha coorientadora, Dr. Brenda Martins Juliet Freitas, agradeço pela confiança, paciência e apoio no desenvolvimento desse estudo.

Aos técnicos Filippe Bernardino e Jaqueline Bordini, sou imensamente grata pela ajuda prestada e por disponibilizarem seu tempo para as análises realizadas.

Às professoras Silvia Higa e Gabriela Veloso, agradeço pelo tempo e auxílio em momentos importantes durante procedimentos deste trabalho.

Por fim, agradeço à UTFPR Londrina, especialmente ao curso e aos professores de Engenharia de Materiais por todos os ensinamentos que foram essenciais para a minha formação.

RESUMO

Os aços inoxidáveis duplex, conhecidos por sua estrutura bifásica composta por ferrita e austenita, são amplamente utilizados em aplicações que requerem alta resistência mecânica e à corrosão, como na indústria petroquímica e em estruturas *offshore*. A adição de grandes quantidades de boro, acima de aproximadamente 0,008%p, em aços inoxidáveis é conhecida por induzir a formação de boretos duros, que aumentam a dureza e a resistência ao desgaste do material. Neste estudo, amostras com e sem boro, acima do limite de solubilidade no ferro, produzidas pela técnica de *Laser Powder Bed Fusion* (L-PBF) foram submetidas a tratamentos térmicos a 900 °C e 1050 °C por períodos de 10 e 60 minutos, seguidos de resfriamento em água. As análises microestruturais e mecânicas foram realizadas para avaliar o impacto desses tratamentos na microestrutura e nas propriedades do material. Antes dos tratamentos térmicos, as amostras exibem uma microestrutura monofásica composta de δ -ferrita devido ao processo L-PBF. As micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelam que as amostras contendo boro apresentam grãos mais refinados, enquanto as amostras puras (sem adição de boro) exibem grãos mais grosseiros e colunares, direcionados pelo elevado gradiente térmico típico do processo de L-PBF. Após os tratamentos térmicos, foi observada a restauração da microestrutura duplex em todas as amostras, com a formação de austenita mais alongada nas amostras submetidas a tratamentos de 60 minutos. Além disso, um expressivo volume de precipitados, como fases σ , χ , Cr_{23}C_6 e Cr_2N , foi identificada nas amostras modificadas com boro. Esses precipitados tiveram um impacto direto na dureza das amostras, levando a um aumento significativo na dureza após os tratamentos térmicos. Em contrapartida, as amostras puras apresentaram uma redução na dureza, mantendo uma proporção de fases mais próxima do ideal, resultado do alívio de tensão e formação da austenita. Os resultados deste estudo destacam a eficácia dos tratamentos térmicos na restauração da microestrutura bifásica e o papel crucial do boro na modificação das propriedades mecânicas e microestruturais dos aços inoxidáveis duplex produzidos por L-PBF. A pesquisa reforça o potencial da manufatura aditiva para a produção de materiais avançados, especialmente em aplicações que exigem alta resistência ao desgaste e à corrosão.

Palavras-chave: aço inoxidável duplex; manufatura aditiva; tratamento térmico; L-PBF; boretos.

ABSTRACT

Duplex stainless steels, known for their biphasic structure composed of ferrite and austenite, are widely used in applications requiring high mechanical strength and corrosion resistance, such as the petrochemical industry and offshore structures. The addition of large amounts of boron, above approximately 0.008 wt.%, in stainless steels is known to induce the formation of hard borides, which enhance the material's hardness and wear resistance. In this study, samples with and without boron, exceeding the solubility limit in iron, were produced using the Laser Powder Bed Fusion (L-PBF) technique and subjected to heat treatments at 900 °C and 1050 °C for periods of 10 and 60 minutes, followed by water quenching. Microstructural and mechanical analyses were conducted to evaluate the impact of these treatments on the material's microstructure and properties. Before heat treatments, the samples exhibited a monophasic microstructure composed of δ -ferrite due to the L-PBF process. Scanning electron microscopy (SEM) micrographs revealed that boron-containing samples displayed finer grains, whereas pure samples (without boron addition) exhibited coarser columnar grains, aligned with the high thermal gradient characteristic of the L-PBF process. After heat treatments, the restoration of the duplex microstructure was observed in all samples, with more elongated austenite forming in those subjected to 60-minute treatments. Additionally, a significant volume of precipitates, such as σ , χ , Cr_{23}C_6 , and Cr_2N phases, was identified in boron-modified samples. These precipitates had a direct impact on hardness, leading to a significant increase after heat treatments. In contrast, pure samples showed a reduction in hardness, maintaining a phase proportion closer to the ideal due to stress relief and austenite formation. The results of this study highlight the effectiveness of heat treatments in restoring the biphasic microstructure and the crucial role of boron in modifying the mechanical and microstructural properties of L-PBF-produced duplex stainless steels. This research reinforces the potential of additive manufacturing for producing advanced materials, particularly for applications requiring high wear and corrosion resistance.

Keywords: duplex stainless steel; additive manufacturing; heat treatment; L-PBF; borides.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Diagrama de Schaeffler-Delong	15
Figura 2 - Micrografias obtidas por MEV e MET do aço inoxidável duplex SAF 2205 com e sem adição de boro produzido por laminação a quente, e L-PBF. EBSD-IPF do (a) SAF 2205 – laminado, (b) SAF 2205 – L-PBF, e (c) SAF 2205 + 0,6 %p. B – L-PBF (<i>inset</i> mostrando a rede de boretos após ataque). (d) Mapa de fases e de (e) orientação obtidos por ASTAR-MET da liga SAF 2205 +0,6%p. B – LPBF.....	16
Figura 3 - Microestrutura do aço inoxidável duplex 2205.....	17
Figura 4 - Diagrama de fase pseudobinário Fe-Cr-Ni	18
Figura 5 - Esquema do processo de EBM.....	20
Figura 6 - Esquema do processo de BJ	21
Figura 7 - Esquema do processo LENS	22
Figura 8 - Esquema do processo de SL.....	22
Figura 9 - Esquema do processo de laser-powder bed fusion	23
Figura 10 - Comportamento de solidificação ao longo da direção de varredura do <i>laser</i>	25
Figura 11– Padrões de DRX para as amostras P, B3 e B6 no plano paralelo à direção de construção antes dos tratamentos térmicos.....	26
Figura 12 - Aço inoxidável duplex 2205 produzido por L-PBF. (a) microestrutura no plano paralelo a direção de construção e (b) mapa de fase no plano paralelo a direção de construção. As fases ferrita e austenita encontram-se coloridas em verde e vermelho, respectivamente	26
Figura 13 - Mapa de fase da amostra como construída. As fases ferrita e austenita estão coloridas em vermelho e azul, respectivamente.....	27
Figura 14 - Mapa de fases das amostras tratadas termicamente a 1000°C por 5 minutos (a) e a 1000°C por 60 minutos (b). As fases ferrita e austenita estão coloridas em vermelho e azul, respectivamente.....	28
Figura 15 - Fluxograma da metodologia a ser executada	29
Figura 16 – Amostras adquiridas de SAF 2205, produzidas utilizando a técnica de L-PBF.....	30
Figura 17 – Amostras de aço inoxidável duplex SAF 2205.....	31
Figura 18 – Fluxograma da distribuição das amostras para cada tratamento térmico...32	
Figura 19 – Forno mufla utilizado para a realização dos tratamentos térmicos.....	33
Figura 20– Padrões de DRX para as amostras P após os tratamentos térmicos	34
Figura 21– Padrões de DRX para as amostras B3 após os tratamentos térmicos.....	35
Figura 22– Padrões de DRX para as amostras B6 após os tratamentos térmicos.....	36
Figura 23– Micrografias obtidas por MEV das amostras P em relação ao plano paralelo à direção de construção	36
Figura 24– Micrografias obtidas por MEV das amostras B3 em relação ao plano paralelo à direção de construção	37
Figura 25 - Micrografias obtidas por MEV das amostras B6 em relação ao plano paralelo à direção de construção	38
Figura 26– Espectro EDS das amostras P, B3 e B6 na condição “como construídas”	38
Figura 27– Micrografias obtidas por MEV das amostras P no plano paralelo à direção de construção após os tratamentos térmicos, mostrando as amostras P1 (a-b), P2 (c-d), P3 (e-f) e P4 (g-h)	39
Figura 28– Análise pontual obtida por EDS para a amostra P2 para as fases σ (a) e χ (b)	42

Figura 29 – Micrografias obtidas por MEV das amostras B3 no plano paralelo à direção de construção após os tratamentos térmicos, mostrando as amostras B3.1 (a-b), B3.2 (c-d), B3.3 (e-f) e B3.4 (g-h)	43
Figura 30– Análise pontual obtida por EDS para a amostra B3.1 para a fase χ	45
Figura 31– Análise pontual obtida por EDS para a amostra B3.4 para os precipitados Cr_{23}C_6 (a) e Cr_2N (b).....	46
Figura 32– Micrografias obtidas por MEV das amostras B6 no plano paralelo à direção de construção após os tratamentos térmicos, mostrando as amostras B6.1 (a-b), B6.2 (c-d), B6.3 (e-f) e B6.4 (g-h)	47
Figura 33– Determinação da fração volumétrica das fases (a) δ , (b) σ e (c) χ para a amostra P2 utilizando o software ImageJ ®	49
Figura 34– Determinação da fração volumétrica da fase δ (a) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (b) para a amostra B6.4 utilizando o software ImageJ ®.....	49
Figura 35 - Análise pontual obtida por EDS para a amostra B3.3 (a), B6.2 (b) e B6.3 (c) para os precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N	63
Figura 36 - Determinação da fração volumétrica da fase δ para as amostras P1 (a), P3 (b) e P4 (c) utilizando o software ImageJ ®	66
Figura 37 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a), σ (b), χ (c) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (d) para a amostra B3.1 utilizando o software ImageJ ®	67
Figura 38 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a), σ (b) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (c) para a amostra B3.2 utilizando o software ImageJ ®	67
Figura 39 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (b) para a amostra B3.3 utilizando o software ImageJ ®	68
Figura 40 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (b) para a amostra B3.4 utilizando o software ImageJ ®	68
Figura 41 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a), σ (b) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (c) para a amostra B6.1 utilizando o software ImageJ ®	69
Figura 42 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e σ (b) para a amostra B6.2 utilizando o software ImageJ ®	69
Figura 43- Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (b) para a amostra B6.3 utilizando o software ImageJ ®	69

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química do aço inoxidável duplex SAF 2205	18
Tabela 2 – Composição química das amostras P, B3 e B6.....	30
Tabela 3 – Parâmetros de L-PBF usados para a produzir as amostras P, B3 e B6	30
Tabela 4– Composição elementar das amostras por EDS	38
Tabela 5– Quantificação das fases para as amostras de aço inoxidável duplex SAF 2005 após os tratamentos térmicos.....	50
Tabela 6 – Valores de microdureza Vickers, antes dos tratamentos térmicos, obtidos para as amostras	51
Tabela 7– Valores de microdureza Vickers, após os tratamentos térmicos, obtidos para as amostras	52
Tabela 8 – Teor dos elementos Cr, Ni, Mo, Fe e Si obtido através de EDS pontual nos precipitados e fases para as amostras B3.3, B6.2 e B6.3	64

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
1.1	Objetivos	11
1.1.1	Objetivo geral	11
1.1.2	Objetivos específicos	11
1.2	Justificativa	11
2	REFERENCIAL TEÓRICO	13
2.1	Aços inoxidáveis	13
2.1.1	Aços inoxidáveis modificados com boro.....	15
2.1.2	Aços inoxidáveis duplex.....	17
2.2	Manufatura aditiva de metais	19
2.2.1	Técnicas de manufatura aditiva de metais	20
2.2.2	Laser-powder bed fusion	23
2.2.3	Aços inoxidáveis duplex produzidos por L-PBF.....	25
2.3	Tratamentos térmicos para aços inoxidáveis duplex produzidos por L-PBF 27	
3	METODOLOGIA.....	29
3.1	Material de estudo	29
3.2	Métodos.....	31
3.2.1	Análise microestrutural.....	31
3.2.2	Análise de propriedade mecânica por ensaio de microdureza.....	32
3.3	Tratamentos térmicos.....	32
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	34
4.1	Caracterização microestrutural	34
4.2	Propriedade mecânica por ensaio de microdureza.....	51
5	CONCLUSÃO.....	54
6	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	56
	REFERÊNCIAS.....	57
	APÊNDICE A - Análise EDS para as amostras B3.3, B6.2 e B6.3.....	62
	APÊNDICE B - Determinação da fração volumétrica das fases para o restante das amostras.....	65

1 INTRODUÇÃO

Ainda na década de 1970, começaram a ser desenvolvidos os aços inoxidáveis duplex, que apresentam microestrutura bifásica, em que duas fases estão presentes em quantidades expressivas. Em particular, as ligas de aço inoxidável duplex apresentam frações volumétricas aproximadamente iguais de ferrita (δ) e austenita (γ), o que lhes confere propriedades únicas. A excelente combinação entre as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão possibilita a aplicação estrutural desses aços em ambientes corrosivos contendo cloretos, como em indústrias petroquímicas e estruturas *offshore* (FREITAS, 2024; PAPULA *et al.*, 2019; ZHANG *et al.*, 2022). Entretanto, a resistência ao desgaste dessas ligas pode ser insuficiente em condições extremas. Nesse sentido, elementos de ligas, como o boro (B), e técnicas de fabricação alternativas, como a manufatura aditiva (MA), podem ser possibilidades para alcançar as propriedades necessárias (FREITAS, 2024).

O desenvolvimento de aços inoxidáveis modificados com boro tem sido recentemente investigado, especialmente em técnicas não convencionais como conformação por spray, aspersão térmica e manufatura aditiva (MA). A baixa solubilidade do B no Fe leva à formação de boretos duros, aumentando a dureza e resistência ao desgaste. A MA, embora desenvolvida há algumas décadas, ganhou destaque recentemente por permitir a produção de peças complexas com geometria próxima à final, reduzindo a necessidade de usinagem. Essas vantagens tornam a MA uma alternativa promissora para a produção de aços inoxidáveis com B, superando desafios das técnicas convencionais (FREITAS, 2024; SOYAMA *et al.*, 2018; BECKER *et al.*, 2023; JIA *et al.*, 2024).

Atualmente, a técnica de MA mais utilizada para metais é a *laser powder bed fusion* (L-PBF), que produz peças complexas com alta precisão e qualidade superficial. A produção de aços inoxidáveis modificados com B via L-PBF é vantajosa, pois os boretos dificultam a usinagem. Além disso, o B refina os grãos, resultando em estruturas equiaxiais de 1-2 μm , contra 100 μm em ligas não modificadas. No entanto, a microestrutura predominante em aços duplex produzidos por L-PBF é ferrítica, enquanto seu uso comum é bifásico, exigindo avaliação do estado completamente ferrítico (FREITAS, 2024; ZEPON *et al.*, 2015; ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; HAGHDADI *et al.*, 2022; PAPULA *et al.*, 2019).

Estudos indicam a possibilidade de restauração da microestrutura bifásica desses aços produzidos por L-PBF através da realização de tratamentos térmicos. Além de adequar a microestrutura, a necessidade de execução de tratamentos térmicos também converge para a minimização de efeitos característicos do processo L-PBF, com a redução das tensões residuais

advindas do resfriamento rápido. Portanto, em razão da complexa microestrutura formada e aos fatores de processamento que influenciam na sua formação, torna-se necessário o entendimento dos mesmos e a avaliação dos efeitos de tratamentos térmicos sobre a peça processada (FREITAS *et al.*, 2022; NIGON *et al.*, 2021; XIE *et al.*, 2023).

Em vista disso, o presente trabalho tem a finalidade de avaliar a influência e eficácia de tratamentos térmicos pós-processamento por L-PBF sobre o restabelecimento da microestrutura bifásica de um aço inoxidável duplex e aços inoxidáveis duplex modificados com B produzidos por L-PBF. Os tratamentos térmicos avaliados neste estudo incluem austenitização a 900°C e 1050°C por tempos de manutenção de 10 e 60 minutos, seguidos de resfriamento brusco em água.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo geral

Este trabalho tem como objetivo geral avaliar o efeito de tratamentos térmicos sobre a microestrutura de aços inoxidáveis duplex SAF 2205 e SAF 2205 modificados com boro (0,3 e 0,6%p B), produzidos por manufatura aditiva através da técnica de *laser powder bed fusion* (L-PBF).

1.1.2 Objetivos específicos

- 1- Analisar a microestrutura dos aços inoxidáveis duplex antes e após os tratamentos térmicos por meio de microscópio eletrônico de varredura e difratometria de raios X;
- 2- Realizar tratamentos térmicos nas temperaturas de 900 °C e 1050 °C, com tempos de exposição de 10 minutos e 60 minutos para cada temperatura;
- 3- Avaliar a presença da estrutura bifásica e comparar os resultados adquiridos com os da literatura;
- 4- Avaliar a dureza resultante do material antes e após tratamentos térmicos.

1.2 Justificativa

Ainda que processos convencionais, como fundição, forjamento e usinagem sejam dominantes no setor industrial, há uma crescente tendência para a utilização de processos de MA, o que pode ser fundamentado pelo investimento direcionado para essa área. Em 2019, o investimento em MA, em nível mundial, foi de 11 milhões de dólares e estimativas apontam que em 2024 será de 35 milhões de dólares (GONÇALVES *et al.*, 2023).

O impacto dessa tecnologia não está limitado somente ao setor industrial, mas também abrange a esfera socioambiental. À medida que a MA se torna mais acessível, há potencial de substituir o modelo atual de produção centralizada para descentralizada, tornando-a mais próxima dos consumidores. Além disso, estudos indicam que a MA pode reduzir o impacto ambiental em 60% para os setores de máquinas industriais e aeronáutico, por exemplo, por proporcionar a redução de consumo de material (CAVIGGIOLI e UGHETTO, 2019; GONÇALVES *et al.*, 2023).

Mesmo com o crescimento da MA e com o aumento de novos materiais que podem ser submetidos à técnica, sua introdução no mercado ainda é moderada devido ao complexo controle dos parâmetros de processamento, das características microestruturais das ligas processadas e dos elevados custos iniciais do maquinário. Um exemplo dessa situação são os aços inoxidáveis duplex produzidos por *laser powder bed fusion*, que não atingem o equilíbrio adequado entre as fases ferrita e austenita. Assim, tratamentos térmicos pós-processamento são necessários para reestabelecer a microestrutura bifásica (MUKHERJEE *et al.*, 2023).

Nesse contexto, faz-se necessário trabalhos que abordem o efeito do processamento por manufatura aditiva sobre a microestrutura do material processado por MA e os possíveis parâmetros de tratamento térmico que conduzem à restauração da microestrutura esperada para os aços inoxidáveis duplex.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Aços inoxidáveis

Mesmo com o atual progresso científico e com o constante desenvolvimento de novos materiais e outros já existentes, os aços continuam sendo as ligas mais consumidas dentro da classe de materiais ferrosos. Esse fato se deve ao baixo custo de produção, à possibilidade de combinações de propriedades mecânicas, à reciclabilidade e, de modo geral, ao seu bom desempenho mecânico (COLPAERT, 2008).

Entre os diferentes tipos de aços, os aços inoxidáveis se destacam por suas propriedades físicas, mecânicas e, principalmente, por sua alta resistência à corrosão e oxidação. Logo, são empregados com frequência em ambientes severos ou circunstâncias de altas temperaturas, como em turbinas a gás, caldeiras de vapor e fornos para tratamento térmico (CALLISTER, 2020). As composições mais comuns, que apresentam cromo (Cr) de 12%p a 18%p, e níquel (Ni) por volta de 8%p, foram desenvolvidas no início do século XX no Reino Unido e Alemanha, e consolidam o Cr como elemento de liga principal, em que uma concentração de no mínimo 12%p Cr é fundamental. A importância desse elemento está diretamente associada à resistência à corrosão que os aços inoxidáveis apresentam, uma vez que as ligas à base de ferro (Fe) e Cr apresentam o fenômeno de passivação (GENTIL, 2022; GUNN, 2003; SILVA e MEI, 2021).

A passivação é entendida como a formação de uma camada de óxidos de Fe, Cr e outros elementos de liga, na superfície metálica, protegendo o metal contra ações de meios corrosivos (GENTIL, 2022; SILVA e MEI, 2021). Os elementos de liga, além de configurarem propriedades ao material, são capazes de provocar alterações nas fases e influenciar no modo e velocidade em que essas se formam. Desse modo, além da vantagem de proporcionar resistência à corrosão ao aço, o Cr, assim como o molibdênio (Mo), também é capaz de estabilizar a fase ferrita. Por outro lado, elementos como Ni, manganês (Mn) e nitrogênio (N) são elementos austenitizantes, ou seja, estabilizadores da fase austenita (GUNN, 2003).

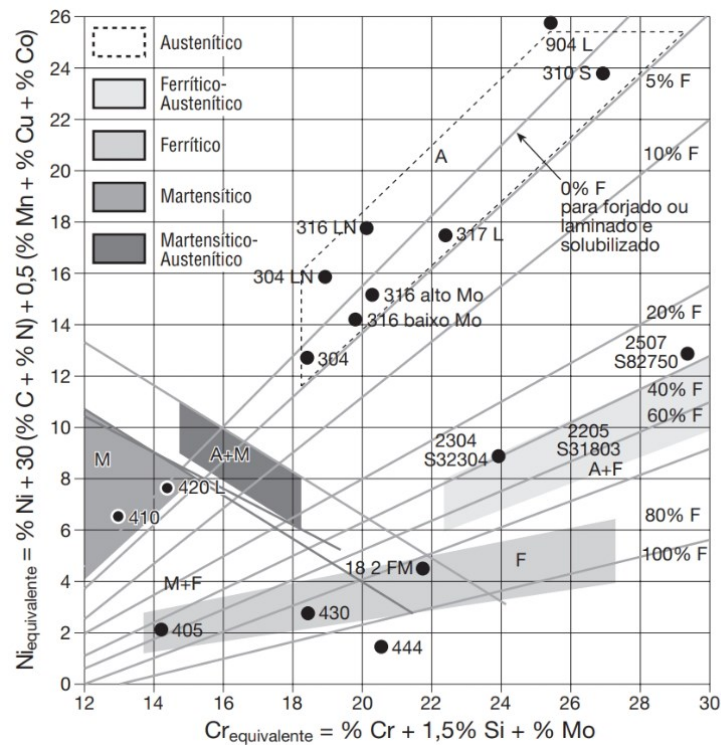
Fundamentado na fase predominante que sua microestrutura apresenta, os aços inoxidáveis podem ser classificados, de forma geral, em cinco categorias: martensíticos, ferríticos, austeníticos, endurecidos por precipitação e ferrítico-austeníticos (duplex). Os martensíticos, que possuem a martensita como constituinte principal, são ligas de Fe e Cr (12-18%p) e apresentam teor de carbono (C) acima de 0,1%p. O teor de Cr, considerado alto, em combinação com o elevado teor de C, contribui para a elevada temperabilidade dessa categoria, além de proporcionar resistência à corrosão. Os ferríticos, constituídos pela fase ferrita de

estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), também a base de Fe e Cr, não são tratáveis termicamente. Os aços inoxidáveis austeníticos, de estrutura cúbica de face centrada (CFC), são ligas à base de Fe, Cr (16-30%p) e Ni (8-35%p). Os altos teores desses dois últimos elementos implicam em maior resistência à corrosão quando comparado com as outras classes, no entanto, também elevam o preço desse material, principalmente devido ao elevado preço do Ni. Os aços inoxidáveis endurecidos por precipitação, compostos por Fe, Cr (12-17%p), Ni (4-8%p) e Mo (0-2%p), passam por tratamento de solubilização e envelhecimento. No primeiro, os compostos intermetálicos a base de cobre (Cu), nióbio (Nb) ou alumínio (Al) são dissolvidos na matriz austenítica e o aço é resfriado rapidamente para não ocorrer a precipitação de compostos intermetálicos. No processo de envelhecimento é o momento que ocorre o endurecimento desses aços através de precipitação na matriz martensítica. Por fim, os aços inoxidáveis duplex são aqueles que apresentam microestrutura bifásica, consistindo em frações aproximadamente iguais de ferrita e austenita. Logo, combinam as propriedades apresentadas pelos aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos, como a elevada resistência mecânica, resistência à corrosão e boa tenacidade (COLPAERT, 2008; SILVA e MEI, 2021).

Assim, a composição química e os tratamentos térmicos aplicados, exercem influência sobre a microestrutura e desempenho dos aços inoxidáveis. Devido à complexidade desses sistemas, principalmente em relação aos efeitos de Cr, C e Ni, torna-se necessário o uso de representações simplificadas das relações entre as fases em função da composição química. Uma abordagem adequada é através do diagrama de Schaeffler-Delong (Figura 1). Esse diagrama apresenta faixas de composição aproximadas de cada classe de aços inoxidáveis. Nele, os elementos estabilizadores da ferrita são computados em um valor de Cr equivalente (Equação 1), enquanto que os elementos austenitizantes são computados em um valor de Ni equivalente (Equação 2) (SILVA e MEI, 2021).

$$Cr \text{ equivalente} = \% Cr + 1,5 \% Si + \% Mo \quad (1)$$

$$Ni \text{ equivalente} = \% Ni + 30 (\% C + \% N) + 0,5 (\% Mn + \% Cu + \% Co) \quad (2)$$

Figura 1 - Diagrama de Schaeffler-Delong

Fonte: Colpaert (2008)

2.1.1 Aços inoxidáveis modificados com boro

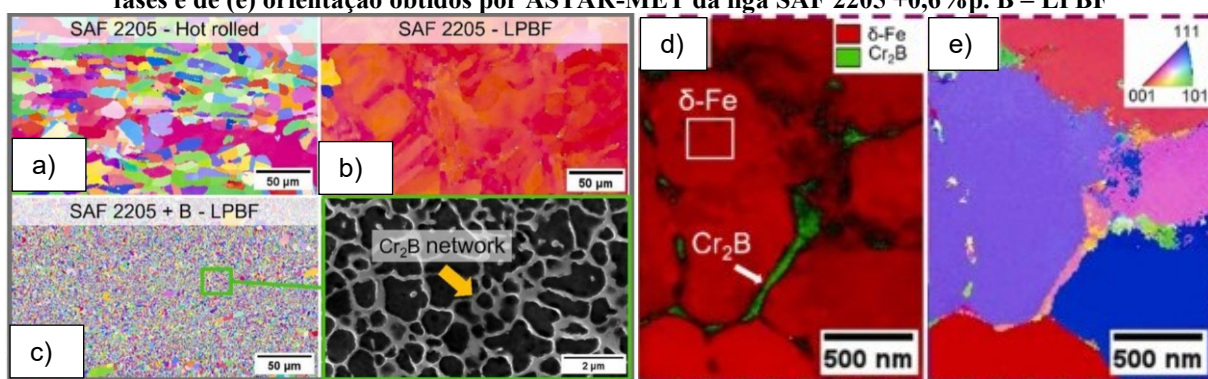
Conforme mencionado anteriormente, os aços inoxidáveis destacam-se por sua combinação única de resistência mecânica e excepcional resistência à corrosão, atributos que os tornam ideais para aplicações estruturais em condições adversas. No entanto, dependendo das condições, essas ligas podem estar sujeitas ao desgaste, o que limita a capacidade dos aços inoxidáveis convencionais de atender completamente aos requisitos tribológicos. Em vista disso, métodos destinados a melhorar a resistência ao desgaste de aços inoxidáveis têm sido amplamente investigados. Uma abordagem que tem se mostrado eficiente é a introdução de partículas duras, como boretos, na microestrutura dessas ligas (FREITAS, 2024; SILVA *et al.*, 2023; SOYAMA *et al.*, 2018).

O boro (B) é frequentemente considerado como um “intensificador” de liga, podendo ser empregado para aumentar a temperabilidade de aços de baixo teor de carbono, em que uma concentração de B na faixa de 0,0005 a 0,003%p é o suficiente para obter tal efeito (SINGLA *et al.*, 2024). Além disso, o B apresenta solubilidade extremamente limitada no Fe, com uma solubilidade máxima que varia entre aproximadamente 0,005% a 0,008%p B. Assim, ao adicionar quantidades relativamente elevadas de B, ou seja, acima do limite de solubilidade, formam-se boretos do tipo M_2B e/ou M_3B_2 , que não sofrem alterações significativas com tratamentos térmicos posteriores. Essas características trazem benefícios específicos e tornam

a modificação de aços inoxidáveis com a introdução de B na sua microestrutura uma abordagem válida para aumentar a dureza e a resistência ao desgaste dessas ligas (SINGLA *et al.*, 2024; FREITAS, 2024).

O desempenho dos aços inoxidáveis modificados com partículas duras depende do tamanho, volume e distribuição das mesmas. Logo, a técnica de processamento que esses aços são submetidos é de grande importância. Essa alternativa de liga tem ganhado notoriedade, principalmente em ligas produzidas por técnicas não-convencionais, e essa notabilidade é fundamentada por diversos autores que documentaram melhoria substancial na resistência ao desgaste de aços inoxidáveis modificados com B (FREITAS, 2024). Zepon *et al.* (2015) modificaram aços inoxidáveis supermartensíticos produzidos por *spray forming* variando o teor de B em 0,3, 0,5 e 0,7%p, e demonstram que tais incorporações foram suficientes para que o volume de desgaste acumulado fosse dez vezes menor do que em um aço supermartensítico comercial. Recentemente, Freitas *et al.* (2024) observaram que em um aço inoxidável duplex modificado com 0,6%p de B, produzido por L-PBF, a adição de B resultou no refinamento de grãos da liga e formação de nanoboretos nos contornos de grãos (Figura 2), o que implica em maior dureza e resistência ao desgaste. Zheng *et al.* (2023) também indicou que, ao aumentar o teor de B de 0 para 1%p em um aço inoxidável 316L produzido através de L-PBF, os grãos passaram a apresentar uma estrutura equiaxial em vez de colunar.

Figura 2 - Micrografias obtidas por MEV e MET do aço inoxidável duplex SAF 2205 com e sem adição de boro produzido por laminação a quente, e L-PBF. EBSD-IPF do (a) SAF 2205 – laminado, (b) SAF 2205 – L-PBF, e (c) SAF 2205 + 0,6 %p. B – L-PBF (*inset* mostrando a rede de boretos após ataque). (d) Mapa de fases e de (e) orientação obtidos por ASTAR-MET da liga SAF 2205 +0,6%p. B – LPBF



Fonte: Adaptado de Freitas *et al.* (2024)

Portanto, é notório que a introdução de B como um elemento de liga em aços inoxidáveis, utilizando diferentes técnicas de fabricação, se apresenta como uma alternativa promissora para o aumento da dureza e da resistência ao desgaste, sem comprometer sua resistência à corrosão. Logo, técnicas de manufatura aditiva, como a de L-PBF, são grandemente vantajosas para produzir aços inoxidáveis modificados com boro, especialmente

para aplicações industriais em condições severas, devido à sua versatilidade, ganhos de propriedade mecânica, características microestruturais e baixo desperdício de material (FREITAS, 2024).

2.1.2 Aços inoxidáveis duplex

Uma liga duplex pode ser definida como aquela que apresenta uma estrutura bifásica, em que as duas fases estão presentes em quantidades expressivas. Os aços inoxidáveis duplex contemplam ligas de Fe-Cr-Ni que constituem frações aproximadamente iguais de ferrita e austenita (Figura 3). A primeira menção à essas ligas ocorreu por volta da década de 1930, com Bain e Griffith, que publicaram dados sobre estruturas ferríticas-austeníticas. Entretanto, foi na década de 1970 que avanços, tanto no desenvolvimento quanto no uso dos aços duplex, ocorreram. Um dos fatores que contribuíram para isso foi a evolução das técnicas de produção de aço nos processos de refino secundário, com a introdução de práticas de descarburização por vácuo e oxigênio-argônio, *Vacuum Oxygen Decarburization* (VOD) e *Argon Oxygen Decarburization* (AOD), respectivamente (COLPAERT, 2008; GUNN, 2003).

Figura 3 - Microestrutura do aço inoxidável duplex 2205



Fonte: Adaptado de Zhang (2022)

Devido ao equilíbrio entre as duas fases, os aços inoxidáveis duplex unem diversas propriedades favoráveis que os aços inoxidáveis monofásicos austeníticos e ferríticos exibem individualmente. A proporção de aproximadamente 1:1 das fases oferece uma excelente combinação entre as propriedades mecânicas e a resistência à corrosão. Por conta disso, os aços inoxidáveis duplex têm atraído cada vez mais atenção para aplicações em estruturas em ambientes severos, como em indústrias petroquímicas, estruturas *offshore*, indústrias químicas, indústrias de papel e celulose e construção naval (PAPULA *et al.*, 2019; ZHANG *et al.*, 2022). A composição desses aços em relação ao Cr e Ni é indicada pelo diagrama de Schaeffler-

Delong, apresentado na Figura 1. As transformações de fase podem ser analisadas através da razão entre Cr equivalente e Ni equivalente (Equações 1 e 2). Razões maiores indicam maior tendência à formação de ferrita, enquanto razões menores favorecem a formação de austenita (ZHANG *et al.*, 2022). Na Tabela 1 é apresentada a composição química característica do aço inoxidável duplex SAF 2205 (UNS S31803).

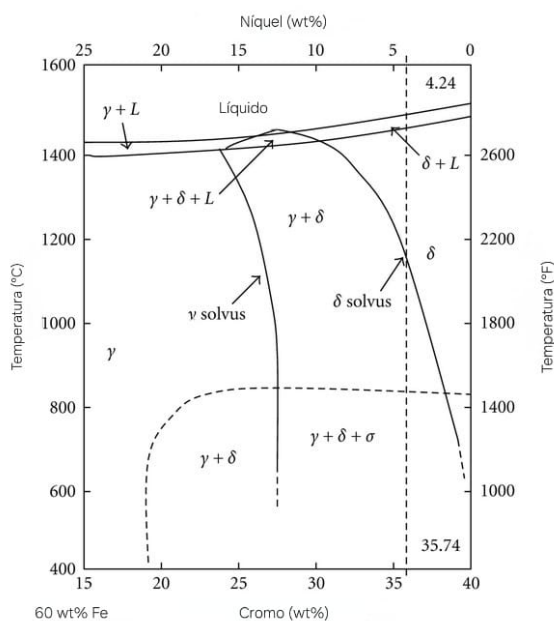
Tabela 1 – Composição química do aço inoxidável duplex SAF 2205

Elementos	Cr	C	S	P	Si	Mn	Ni	Mo	N	Fe
Composição	21,00-	0,03	0,02	0,03	1,00	2,00	4,50-	2,50-	0,08-	Bal.
(%p)	23,00						6,50	3,50	0,20	

Fonte: Gunn (2003)

Através do diagrama pseudobinário Fe-Cr-Ni (Figura 4), para teor de Fe constante em 60%, observa-se que os aços inoxidáveis duplex se solidificam inicialmente como δ -ferrita a partir do estado líquido. Entretanto, a nucleação da γ -austenita tem início nos contornos de grãos abaixo da temperatura *solvus* ferrítica (ZHANG *et al.*, 2022).

Figura 4 - Diagrama de fase pseudobinário Fe-Cr-Ni



Fonte: Adaptado de Hsieh e Wu (2012)

Além da proporção entre as duas fases, as propriedades dos aços inoxidáveis duplex também estão relacionadas com precipitados secundários, como nitretos CrN e Cr_2N , carbonetos como M_7C_3 e M_{23}C_6 (M sendo Fe ou Cr) e compostos intermetálicos, como as fases sigma (σ) e chi (χ). Os precipitados podem afetar as propriedades mecânicas, fragilizando o material, e comprometendo a sua resistência à corrosão. A adição de N aos aços inoxidáveis

duplex é feita com o objetivo de estabilizar a austenita e melhorar a resistência à corrosão por pites, resistência ao impacto e propriedades de tração. Durante o resfriamento, a solubilidade do N na ferrita diminui, fazendo com que essa se torne supersaturada em nitrogênio, ocorrendo a precipitação intragranular de nitretos. A precipitação de carbonetos M_7C_3 ocorre em temperaturas entre 950 °C e 1050 °C nos contornos de grão entre ferrita e austenita, entretanto, por sua formação ser relativamente demorada, técnicas normais de resfriamento são capazes de impedir seu desenvolvimento. Os carbonetos $M_{23}C_6$ demandam menores temperaturas e menor tempo para a sua formação, entre 650 °C e 950 °C, podendo ocorrer em menos de um minuto nessas temperaturas. A precipitação dessas fases também ocorre nas interfaces entre ferrita e austenita, onde a primeira rica em Cr encontra a austenita rica em C. A fase sigma (σ), que ocorre entre 650 °C e 1000 °C, é um precipitado que contribui para a fragilização do duplex e sua formação está associada aos elementos Cr, Mo, Mn e silício (Si). A fase chi (χ) se forma no mesmo intervalo de temperatura da fase σ e sua ocorrência está relacionada com o enriquecimento da ferrita com elementos formadores de compostos intermetálicos. A adição de Ni nos aços inoxidáveis duplex tem a capacidade de suprimir a formação das fases σ e χ (GUNN, 2003; JEBARAJ *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2022).

2.2 Manufatura aditiva de metais

No início da década de 1980, o desenvolvimento da tecnologia de prototipagem rápida com polímeros possibilitou a produção de protótipos tridimensionais (3D) a partir de dados gerados por sistemas de projeto assistido por computador (CAD). Na mesma década, com o avanço dessa tecnologia e a crescente necessidade por métodos de fabricação de alta eficiência, a primeira técnica de manufatura aditiva (MA) surgiu. Entretanto, apenas em 1997 ocorreu o primeiro uso da MA para metais, com o desenvolvimento de técnicas iniciais, como a sinterização a *laser*, que mais tarde evoluíram para métodos mais complexos de impressão 3D com metais. Desde então, a MA tem sido aplicada em diversas áreas devido a possibilidade de criação de peças com geometrias versáteis e complexas, requisitos mínimos de interação humana, redução de custos com ferramentas e economia de material, por exemplo (ABDELAZIEM *et al.*, 2022; GU *et al.*, 2012; ZHANG *et al.*, 2017; WOHLERS ASSOCIATES, 2015, p.3).

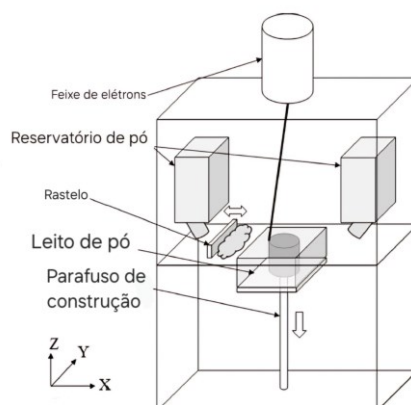
Diferentemente de alguns métodos que dão forma a um objeto através de remoção de material, como a usinagem, as técnicas de MA utilizam a incrementação de material. Assim, esses processos implicam que a consolidação do produto final seja através da deposição de camada por camada de matéria-prima, que geralmente está na forma de pó ou de arame (GU *et*

al., 2012; MUKHERJEE *et al.*, 2023). Segundo a norma ASTM F2792 – 12a (2013, p. 02), a manufatura aditiva é classificada em cinco métodos: *binder jetting* (BJ), *direct energy deposition* (DED), *sheet lamination* (SL) e *powder bed fusion* (PBF).

2.2.1 Técnicas de manufatura aditiva de metais

O método de *powder bed fusion* (PBF) é o mais popular em MA para metais e dispõe de uma fonte de alta energia para fundir seletivamente um leito de pó metálico. O tipo de fonte de energia usada é responsável por segmentar esse método em duas técnicas: *selective laser melting* (SLM) e *electron beam melting* (EBM). Atualmente, a técnica de SLM é mais referida como *laser powder bed fusion* (L-PBF), que é a nomenclatura adotada neste TCC. Esta técnica utiliza um *laser* de alta intensidade numa atmosfera controlada para a manufatura das peças, e por ser o foco desse trabalho, será discutida com mais profundidade no subtópico 2.2.2. A técnica de EBM (Figura 5), diferentemente da L-PBF, apresenta um feixe de elétrons como fonte de energia para a construção das camadas e opera no vácuo. O processo tem início com a distribuição de uma camada de pó sobre a plataforma de construção e o aquecimento da mesma. Essa primeira camada pode ser usada como base da peça ou serve de estrutura de suporte para a peça real ser construída. O seu aquecimento ocorre a partir de uma série de passagens do feixe de elétrons em altas velocidade e potência. Para iniciar a construção das camadas que irão consolidar a peça, a plataforma é abaixada, a potência e velocidade do feixe de elétrons são diminuídos e a fusão seletiva do pó ocorre. O processo é repetido até que a peça seja finalizada (GALATI e IULIANO, 2018; MOSTAFEI AMIR; ZHANG *et al.*, 2017).

Figura 5 - Esquema do processo de EBM

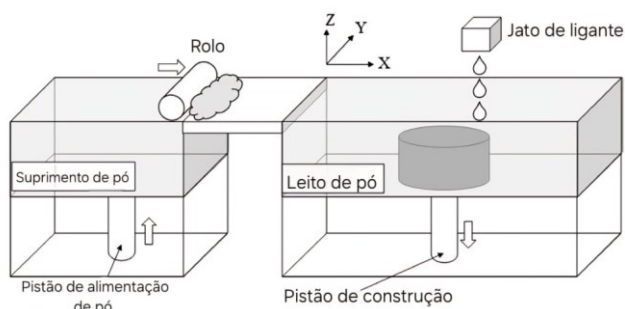


Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017)

No método de BJ (Figura 6), uma fina camada de pó é depositada sobre a plataforma de construção com o auxílio de um rolo nivelador. Em seguida, o bocal, contendo um jato de

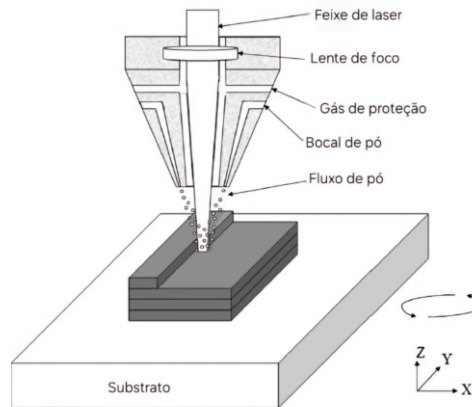
ligante líquido, se move ao longo das direções X e Y com a finalidade de distribuir e aderir o pó. Com a união da camada de pó, a plataforma desce na direção Z por uma pequena distância, ocorre a acomodação de outra camada de pó e o ligante é injetado. Este processo se repete até que todas as camadas sejam construídas e se obtenha o “corpo verde”. Para adquirir um produto sólido e com resistência mecânica, o corpo verde deve passar por um processo de cura entre 6 horas e 12 horas, e em seguida um tratamento térmico a 1000°C entre 24 horas e 36 horas para retirada do ligante e sinterização da peça (MOSTAFEI *et al.*, 2021; ZHANG *et al.*, 2017). Em comparação com outros métodos de MA, o de BJ geralmente é o mais rápido pois opera em menores temperaturas e apresenta a possibilidade de uso de mais de um bocal simultaneamente (ZHANG *et al.*, 2017).

Figura 6 - Esquema do processo de BJ



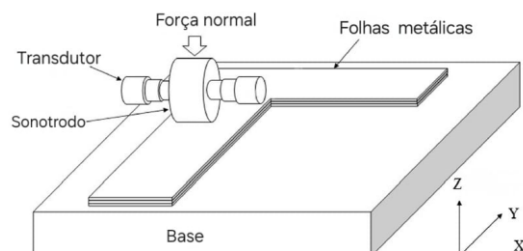
Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017)

Em DED (Figura 7), a fonte de energia pode ser um feixe de *laser* ou de elétrons, sendo que a função continua sendo a fusão do material. Assim como ocorre no PBF, a técnica é classificada em duas, entretanto em relação a forma do material de alimentação. Na primeira categoria, conhecida como *laser engineered shaping* (LENS), o material utilizado é um fluxo de pó metálico. Enquanto a segunda, que foi desenvolvida a partir de técnicas de soldagem, o material de alimentação é na forma de arame metálico. Com o LENS, a manufatura do produto ocorre a partir da concentração da fonte de energia em um ponto na plataforma de construção com o auxílio do sistema de lentes. O pó metálico é injetado no ponto de concentração do feixe e o processo tem início com a fusão do pó. Após a primeira camada ser construída, ao contrário dos métodos anteriores, as lentes e o bocal de injeção são movidos para cima, assim, o processo de injeção e fusão do pó, e construção das camadas se repete (ZHANG *et al.*, 2017).

Figura 7 - Esquema do processo LENS

Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017)

Sheet lamination (Figura 8) usa fonte de energia localizada, que pode ser ultrassônica ou *laser*, para a união e construção das camadas do material de entrada, sendo essas folhas metálicas cortadas com dimensões previamente estabelecidas. A técnica de fabricação mais comumente utilizada para essa classe é a manufatura aditiva ultrassônica. Nessa técnica, chapas são empilhadas sobre a plataforma de construção e um sonotrodo fornece vibração ultrassônica e pressão. Assim, a união dessas folhas ocorre através de vibração de alta frequência e pressão mecânica aplicadas nas pilhas de chapas, ocorrendo união das interfaces por difusão. Apesar de não utilizar nenhuma fonte geradora de calor durante o processo, a temperatura do material consolidado aumenta devido ao calor gerado pelo atrito entre as placas pela alta vibração que essas são expostas. Para evitar a presença de estresse térmico residual, é estabelecido um intervalo de tempo entre as construções das camadas. Após todas as camadas serem construídas, o produto passa por uma etapa de polimento para obter um melhor acabamento superficial (ZHANG *et al.*, 2017).

Figura 8 - Esquema do processo de SL

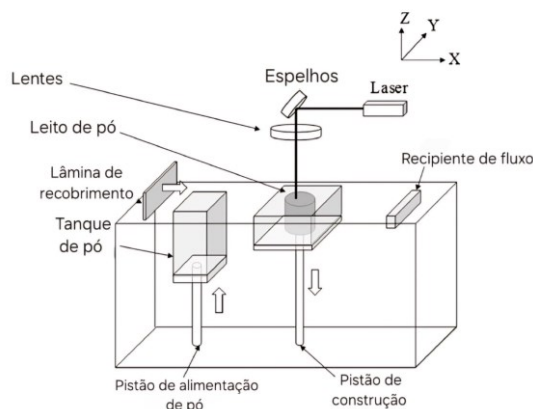
Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017)

2.2.2 Laser powder bed fusion

Nos últimos anos, a técnica de *laser powder bed fusion* (L-PBF) tem atraído atenção devido à possibilidade de produção de diversos componentes metálicos que consistem, por exemplo, em alumínio, titânio, aços inoxidáveis e superligas. Essa atenção também é explicada devido às inúmeras vantagens apresentadas, como a capacidade de fabricar componentes complexos com quase nenhuma restrição geométrica e baixo desperdício de material (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022).

De maneira geral, no processo L-PBF (Figura 9), um feixe de *laser* de alta intensidade passa por um sistema de lentes e é refletido por um espelho localizado sobre a plataforma de construção, sendo que esse tem a função de controlar o movimento do feixe nas direções planares X e Y. A construção das camadas tem início com a fusão seletiva de uma camada de pó, que está inserida em uma câmara com atmosfera inerte, com Argônio (Ar) ou N e com o nível de oxigênio abaixo de 0,1%p, por meio do feixe de *laser*. Em seguida, a plataforma é movida para baixo e uma lâmina é responsável por formar uma nova camada de pó no topo da camada anteriormente solidificada, e o procedimento de varredura seletiva do *laser* tem início novamente, construindo a peça camada por camada (MOSTAFEI AMIR; ZHANG *et al.*, 2017).

Figura 9 - Esquema do processo de laser-powder bed fusion



Fonte: Adaptado de Zhang *et al.* (2017)

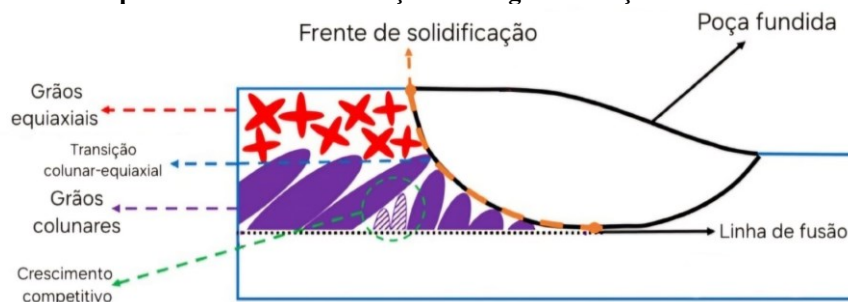
O componente produzido é capaz de apresentar características microestruturais ímpares, que podem refletir, por exemplo, no aumento da resistência mecânica e na resistência à corrosão e ao desgaste. Essas características estão relacionadas à alta taxa de resfriamento, à solidificação rápida e aos ajustes dos parâmetros de processamento do método L-PBF. No entanto, esses fatores normalmente ocasionam em solidificações fora de equilíbrio e tensões internas. Portanto, é necessário a realização de um estudo preliminar sistemático para otimizar os parâmetros de processamento para cada liga individualmente, de modo a se obter peças com

elevada densidade, ausência de trincas, delaminação ou outros defeitos de processamento (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; FREITAS *et al.*, 2022; QI *et al.*, 2024).

Um dos parâmetros de processamento por L-PBF de maior importância é o *laser*, em que fatores como a potência e a velocidade de varredura do mesmo afetam significativamente as propriedades da peça construída. Tanto a potência quanto a velocidade de varredura influenciam na densidade de energia. Esta se refere a energia absorvida por unidade volumétrica, e está relacionada ao aquecimento e fusão do leito de pó. Logo, uma maior densidade de energia do *laser* corresponde a menores velocidades de varredura e a altas potências, levando a um melhor aquecimento e fusão do pó metálico. Isto também implica no aumento da densidade das peças fabricadas (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; QI *et al.*, 2024). Além disso, estudos mostram que ao diminuir a potência do *laser*, ocorre diminuição da resistência das peças fabricadas; pois com o decréscimo da energia fornecida ao leito de pó, ocorre fusão inadequada do mesmo, levando a defeitos de solidificação que refletem nas propriedades mecânicas. Entretanto, potências muito altas podem causar gradiente de temperatura substancial e levar a tensões internas na peça devido aos ciclos térmicos do processo de adição de camadas (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; PRASHANTH *et al.*, 2017).

Durante o L-PBF, quando expostos a uma alta entrada de energia, os pós são fundidos e se solidificam rapidamente, sendo que as taxas de resfriamento podem atingir entre $10^3 - 10^8$ K/s. Dessa forma, a alta taxa de resfriamento tem a capacidade de impedir o crescimento dos grãos, favorecendo uma microestrutura refinada dos materiais produzidos por L-PBF quando comparados com a microestrutura daqueles produzidos por fabricação convencional. Entretanto, o processo de L-PBF é capaz de produzir tanto grãos equiaxiais quanto grãos colunares, sendo possível a existência de duas regiões características durante o processamento (Figura 10). A primeira região seria a que está em contato direto com o feixe de *laser* e que quando ocorre a solidificação, ela resulta em uma microestrutura de grãos equiaxiais. A segunda região compreende a zona termicamente afetada (ZTA), que está exposta a ciclos de aquecimento e resfriamento, portanto, apresenta grãos colunares. Esses grãos colunares se desenvolvem de forma epitaxial em direção ao gradiente de temperatura e a partir do substrato ou das primeiras camadas feitas. Como resultado dessa solidificação direcional, a peça formada apresenta majoritariamente grãos colunares (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; NARASIMHARAJU *et al.*, 2022; QI *et al.*, 2024). Essa circunstância será novamente revisitada e exemplificada no tópico a seguir, onde será discutida a aplicação da técnica de L-PBF na fabricação de aços inoxidáveis duplex.

Figura 10 - Comportamento de solidificação ao longo da direção de varredura do laser



Fonte: Adaptado de Abd-Alaziem *et al.* (2022)

2.2.3 Aços inoxidáveis duplex produzidos por L-PBF

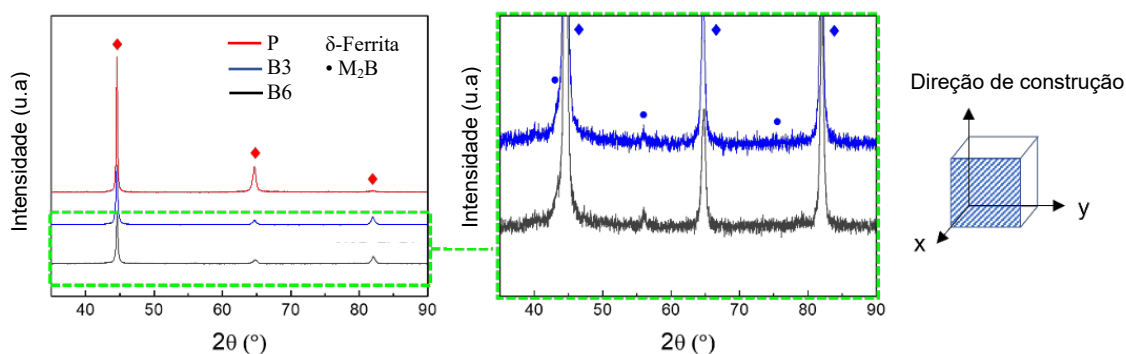
Apresentando frações praticamente iguais de ferrita e austenita, os aços inoxidáveis duplex são idealizados para apresentarem propriedades desejáveis dessas duas fases a fim de obter uma excelente combinação de elevada resistência mecânica e à corrosão. Embora os métodos convencionais ainda prevaleçam, processos de fabricação alternativos, como a manufatura aditiva, têm recebido atenção principalmente por favorecerem ganhos em propriedades mecânicas e por proporcionar flexibilidade de projeto. De fato, hoje os aços inoxidáveis duplex têm sido fabricados por MA utilizando principalmente a técnica de L-PBF, entretanto encontram-se desafios em relação à microestrutura obtida pelo processo (HAGHDADI *et al.*, 2022; PAPULA *et al.*, 2019).

Por meios de fabricação convencionais, como a fundição, os aços inoxidáveis duplex se solidificam inicialmente como ferrita, ocorrendo nucleação da austenita nos contornos de grãos durante resfriamento lento entre 1400 °C e 1200 °C. Dessa forma, obter a microestrutura duplex demanda tempo suficiente para a transformação do estado sólido de ferrita para austenita. Pelo método de L-PBF, a taxa de resfriamento na faixa de temperatura é muito alta para a nucleação da austenita, logo, a microestrutura apresentada pelas peças produzidas por L-PBF no estado “como fabricado” é predominantemente ferrítica (δ). Além disso, a predominância de ferrita confere maior dureza ao material, uma vez que a estrutura cristalina CCC apresenta maior resistência à deformação plástica em comparação com a austenita de estrutura CFC (FREITAS *et al.*, 2022; MUKHERJEE; PAPULA *et al.*, 2019; CALLISTER, 2020).

Em um estudo prévio a este, Freitas (2024) realizou a caracterização microestrutural das amostras construídas por L-PBF, e que serão utilizadas neste trabalho, através de DRX. O difratograma das amostras P (puras), B3 (com 0,3%p B) e B6 (com 0,6%p B) é observado na Figura 11. As análises conduzidas nas superfícies paralelas à direção de construção evidenciaram uma microestrutura completamente ferrítica, além da presença de boretos do tipo

Cr_2B nas amostras modificadas com boro. Assim, as amostras no estado “como construído”, apesar de apresentarem composição química característica de um aço inoxidável duplex, não possuíam tal microestrutura devido à rápida solidificação inerente ao processo L-PBF (FREITAS, 2024).

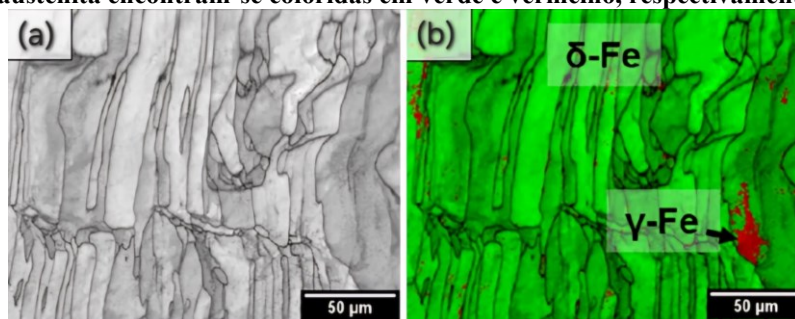
Figura 11– Padrões de DRX para as amostras P, B3 e B6 no plano paralelo à direção de construção antes dos tratamentos térmicos



Fonte: Adaptado de Freitas (2024)

As Figuras 12.a e 12.b mostram, respectivamente, a microestrutura e a análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) de um aço inoxidável duplex 2205 produzido por L-PBF, sendo ambas paralelas a direção de construção da amostra. Na Figura 12.a é observado a microestrutura ferrítica e os grãos colunares, característicos do método L-PBF devido à alta taxa de resfriamento e à solidificação direcional. No mapa de fases da Figura 12.b, δ -ferrita está na cor verde e γ -austenita está em vermelho. Logo, a Figura 12 fundamenta a estrutura predominantemente ferrítica e com apenas alguns traços de austenita que os aços inoxidáveis duplex apresentam quando produzidos por L-PBF (FREITAS *et al.*, 2022).

Figura 12 - Aço inoxidável duplex 2205 produzido por L-PBF. (a) microestrutura no plano paralelo a direção de construção e (b) mapa de fase no plano paralelo a direção de construção. As fases ferrita e austenita encontram-se coloridas em verde e vermelho, respectivamente



Fonte: Adaptado de Freitas *et al.* (2022)

Em vista disso, como as peças produzidas por L-PBF não atingem a proporção adequada entre as fases austenita e ferrita, torna-se necessário submetê-las a tratamentos térmicos para recuperar a microestrutura duplex (FREITAS *et al.*, 2022).

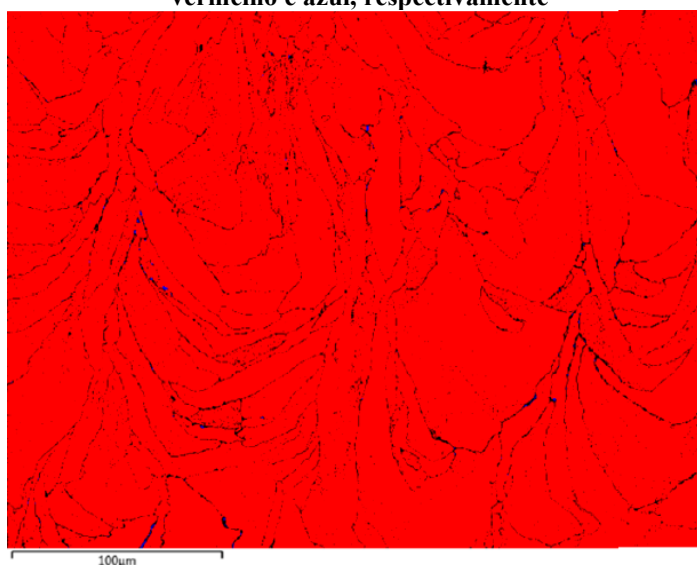
2.3 Tratamentos térmicos para aços inoxidáveis duplex produzidos por L-PBF

Os aços inoxidáveis duplex processados por L-PBF apresentam microestrutura totalmente ferrítica (próximo de 99%vol.), entretanto, eles ainda não são aplicados industrialmente nessa condição. Assim, para atender às características de um aço duplex, a microestrutura típica com quantidades praticamente iguais de ferrita e austenita deve ser restabelecida. Estudos mostram que peças de aços inoxidável duplex produzidas por L-PBF e que foram submetidas a tratamentos térmicos conseguiram recuperar a fração volumétrica necessária de austenita para caracterizá-los com a microestrutura bifásica (FREITAS *et al.*, 2022; NIGON *et al.*, 2021; XIE *et al.*, 2023).

Os parâmetros de tempo e temperatura para o tratamento térmico desses aços ainda são determinados por experimentos práticos. Entretanto, diversos estudos indicam que intervalos de tempo entre 5 e 60 minutos em temperaturas de patamar entre 900 °C e 1100 °C são eficientes para reestabelecer uma fração volumétrica favorável de austenita (próximo de 50%vol.). Esse procedimento geralmente é seguido por resfriamento brusco em água até temperatura ambiente (BECKER *et al.*, 2023; HAGHDADI *et al.*, 2022; PAPULA *et al.*, 2019).

A Figura 13 apresenta um mapa de fase obtido de um aço inoxidável duplex 2205 produzido por L-PBF no estado como fabricado. O material nesse estado apresenta 99% de fração volumétrica de δ (em vermelho), enquanto a presença de γ (em azul) é mínima e encontra-se nos contornos de grão da ferrita (PAPULA *et al.*, 2019).

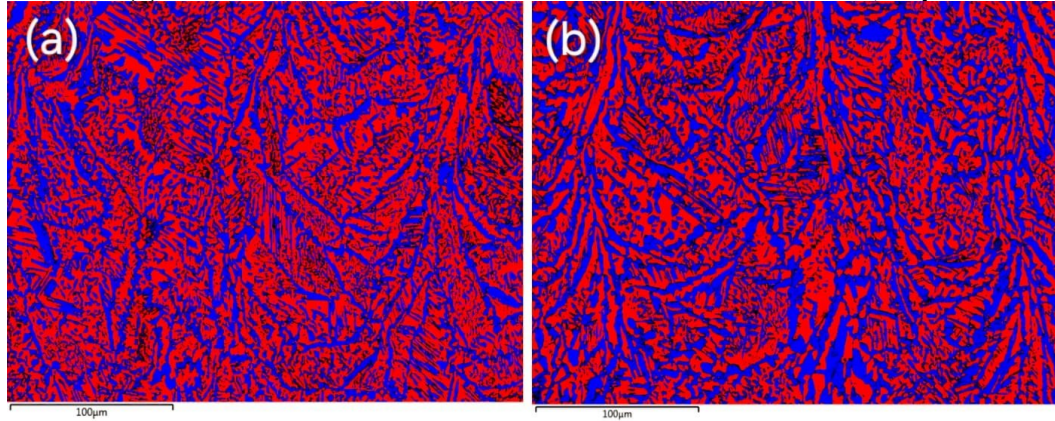
Figura 13 - Mapa de fase da amostra como construída. As fases ferrita e austenita estão coloridas em vermelho e azul, respectivamente



Fonte: Papula *et al.* (2019)

Porém, ao ser tratado termicamente a 1000 °C por 5 minutos (Figura 14.a) e 60 minutos (Figura 14.b), obteve-se aproximadamente frações volumétricas de 43% e 46%, de austenita, respectivamente (PAPULA *et al.*, 2019).

Figura 14 - Mapa de fases das amostras tratadas termicamente a 1000°C por 5 minutos (a) e a 1000°C por 60 minutos (b). As fases ferrita e austenita estão coloridas em vermelho e azul, respectivamente



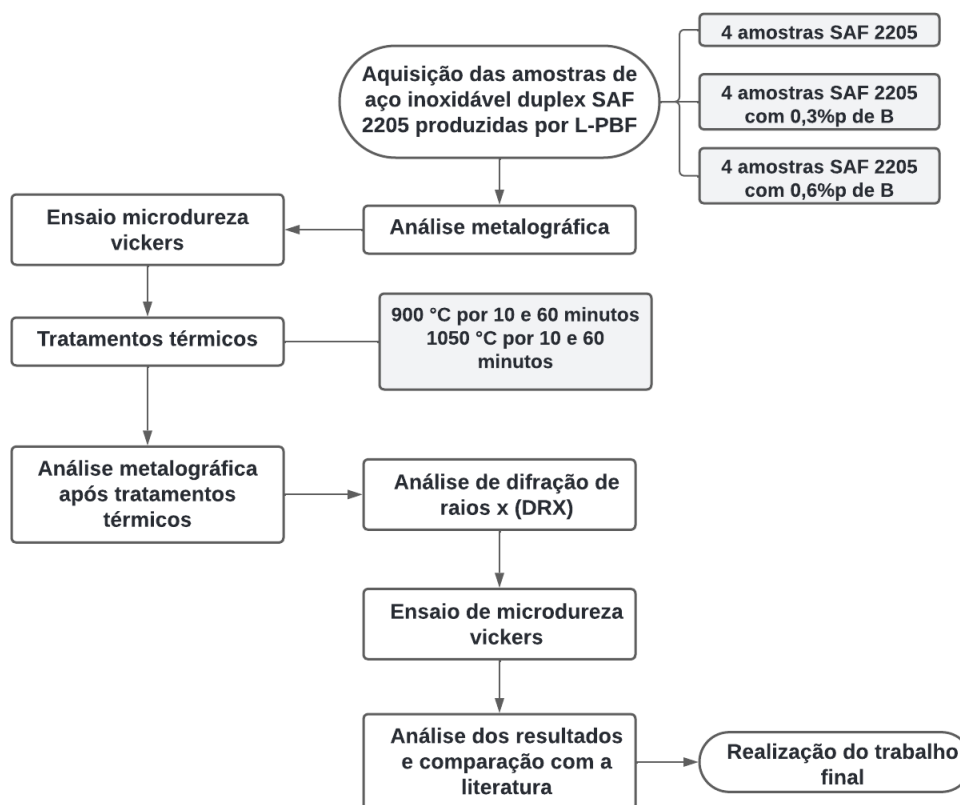
Fonte: Adaptado de Papula *et al.* (2019)

Além de restaurar a estrutura duplex, o tratamento térmico também se mostra benéfico para a redução de tensão residual e para o aumento da ductilidade da peça fabricada (NIGON *et al.*, 2021; PAPULA *et al.*, 2019).

3 METODOLOGIA

Para analisar o efeito de tratamentos térmicos sobre a microestrutura de um aço inoxidável duplex produzido por L-PBF, as práticas seguidas estão apresentadas no fluxograma da Figura 15.

Figura 15 - Fluxograma da metodologia a ser executada

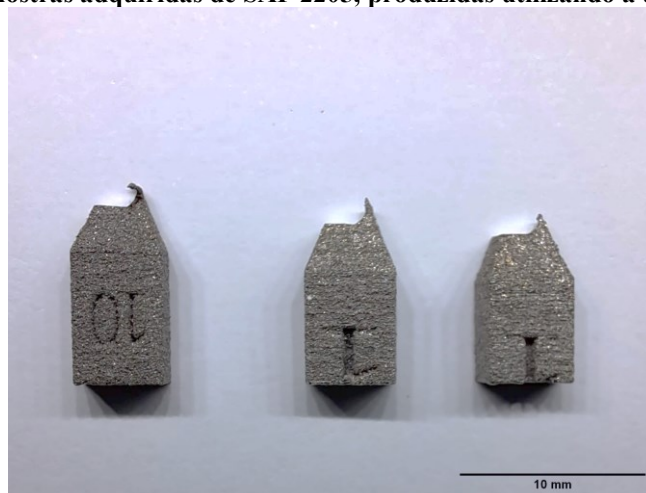


Fonte: Autoria própria (2025)

3.1 Material de estudo

As amostras (Figura 16) de aço inoxidável duplex produzidas por L-PBF foram fornecidas pela pesquisadora Dr^a. Brenda Juliet Martins Freitas (DEMa-UFSCar).

Figura 16 – Amostras adquiridas de SAF 2205, produzidas utilizando a técnica de L-PBF



Fonte: Autoria própria (2025)

As amostras foram produzidas a partir de pós atomizados a gás da liga SAF 2205 (designada por P), SAF 2205 pré-ligado com 0,3%p B (designada por B3) e SAF 2205 pré-ligado com 0,6%p B (designada por B6), utilizando a técnica L-PBF. Portanto, o conjunto de amostras compreende três tipos distintos. As amostras apresentam o formato de um paralelepípedo de dimensões 10 mm x 2,7 mm x 5 mm. As composições químicas são encontradas na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química das amostras P, B3 e B6

Composição (%p)									
Amostra	B	Cr	Mo	Ni	Si	Mn	C	N	Fe
P	-	22,00	2,90	5,40	1,30	1,00	0,02	0,10	Bal.
B3	0,30	22,70	3,30	5,20	0,40	0,70	0,02	0,10	Bal.
B6	0,60	23,40	3,20	5,10	0,50	0,90	0,02	0,10	Bal.

Fonte: Freitas (2024)

Os parâmetros de processamento por L-PBF das três ligas podem ser visualizados na Tabela 3.

Tabela 3 – Parâmetros de L-PBF usados para a produzir as amostras P, B3 e B6

Liga	Potência do laser (W)	Velocidade de varredura (mm/s)	Espaçamento entre linhas de preenchimento (μm)	Espessura da camada (μm)	Diâmetro do feixe de laser (mm)	Densidade (%)
P	250,0	600,0	60,0	25,0	40,0	99,9
B3	250,0	830,0	60,0	25,0	40,0	99,8
B6	250,0	850,0	60,0	25,0	40,0	99,9

Fonte: Freitas (2024)

3.2 Métodos

Doze amostras, que foram previamente cortadas em relação ao plano paralelo à direção de impressão, foram submetidas à análise metalográfica com a finalidade de examinar a microestrutura do material “como construído” e após os tratamentos térmicos. Para isso, as amostras foram embutidas em resina acrílica (Figura 17) e lixadas utilizando lixas d’água de granulações 220, 400, 600, 1200 e 2000. O polimento foi realizado utilizando pasta de diamante com granulometria média de 0,25 μm . Os procedimentos citados foram realizados no laboratório de preparação do DAEMA da UTFPR-LD.

Figura 17 – Amostras de aço inoxidável duplex SAF 2205



Fonte: Autoria própria (2025)

3.2.1 Análise microestrutural

A análise microestrutural das amostras ocorreu por microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e por difratometria de raios X (DRX). Na análise microestrutural por MEV, realizada em um microscópio de modelo TESCAN VEJA da marca Tescan no Laboratório Multiusuário (LabMult) da UTFPR-LD, o detector de elétrons retroespalhados (BSE) foi empregado para examinar a morfologia dos grãos, seus contornos e identificar as fases em função do número atômico dos elementos presentes nas amostras. Ademais, a técnica de espectroscopia por dispersão de energia (EDS), que tem seu detector acoplado ao MEV, foi utilizada para adquirir dados semiquantitativos sobre a composição elementar das amostras através de mapeamento elementar. O *software* ImageJ® foi utilizado com a finalidade de quantificar a fração volumétrica de cada fase presente nas microestruturas. A caracterização estrutural das amostras após os tratamentos térmicos realizada por DRX, que

ocorreu no Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM) na UTFPR-CT, ocorreu utilizando passo de $0,02^\circ$, 2θ de 10° a 90° e tempo de varredura de 30 minutos. A análise foi utilizada para identificar de maneira qualitativa e quantitativa as estruturas cristalinas presentes no material.

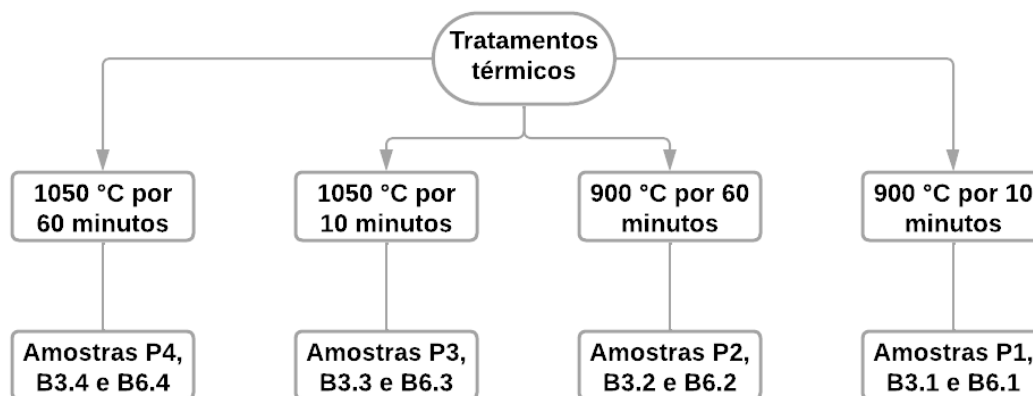
3.2.2 Análise de propriedade mecânica por ensaio de microdureza

O ensaio de microdureza Vickers, realizado no laboratório de ensaios do DAEMA da UTFPR-LD, foi empregado para comparar as durezas apresentadas pelas amostras antes e após serem submetidas aos tratamentos térmicos. Para isso, o ensaio seguiu as diretrizes da norma ASTM E384-22. Em cada amostra foram realizadas 10 identificações, aplicando-se uma carga de 500 gf por 15 segundos.

3.3 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos para o restabelecimento da estrutura bifásica foram realizados em um forno mufla (Figura 19) em duas temperaturas distintas e em dois tempos diferentes, resultando em quatro condições de tratamento térmico. Considerando o total de doze amostras, foi disponibilizada uma amostra de cada tipo para cada condição de tratamento térmico (Figura 18). Essas condições compreenderam: 900°C por 10 minutos, 900°C por 60 minutos, 1050°C por 10 minutos e 1050°C por 60 minutos, sendo essas correspondentes aos tempos e temperaturas de patamar. A taxa de aquecimento utilizada foi de $10^\circ\text{C}/\text{min}$. Ao atingirem a temperatura e tempo de patamar, as amostras passaram por resfriamento brusco em água. Os tratamentos térmicos foram realizados no Laboratório de Nanotecnologia e Química Computacional (NanoQC) da UTFPR-LD.

Figura 18 – Fluxograma da distribuição das amostras para cada tratamento térmico



Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 19 – Forno mufla utilizado para a realização dos tratamentos térmicos



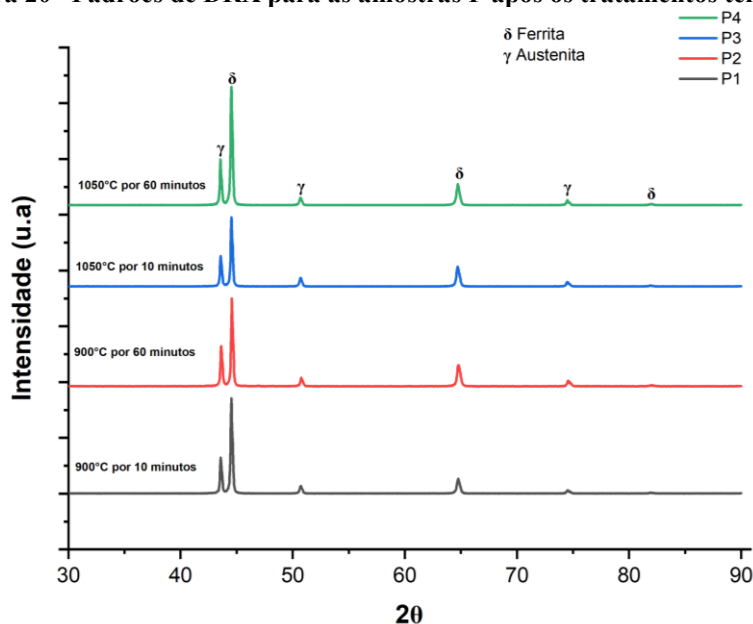
Fonte: Autoria própria (2025)

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização microestrutural

Após os tratamentos térmicos, os novos padrões de DRX (Figuras 20, 21 e 22) revelaram diferenças significativas em relação às amostras no estado inicial reportadas por Freitas. A fase γ tornou-se detectável em todas as amostras, independente das temperaturas e durações de tratamento aplicadas, indicando que ocorreu a formação da fase. Para todas as amostras, os picos mais pronunciados de austenita ocorreram em γ (111) e γ (200), correspondendo aos ângulos de difração 2θ próximos a 43° e 50° , respectivamente. No entanto, nos padrões das amostras modificadas com B (Figuras 21 e 22), observou-se um aumento ainda mais acentuado nesses picos em relação às amostras puras. Nas amostras B3.2, B6.1 e B6.2, a intensidade do pico em γ (111) chega a superar a intensidade do pico da ferrita em δ (110).

Figura 20– Padrões de DRX para as amostras P após os tratamentos térmicos

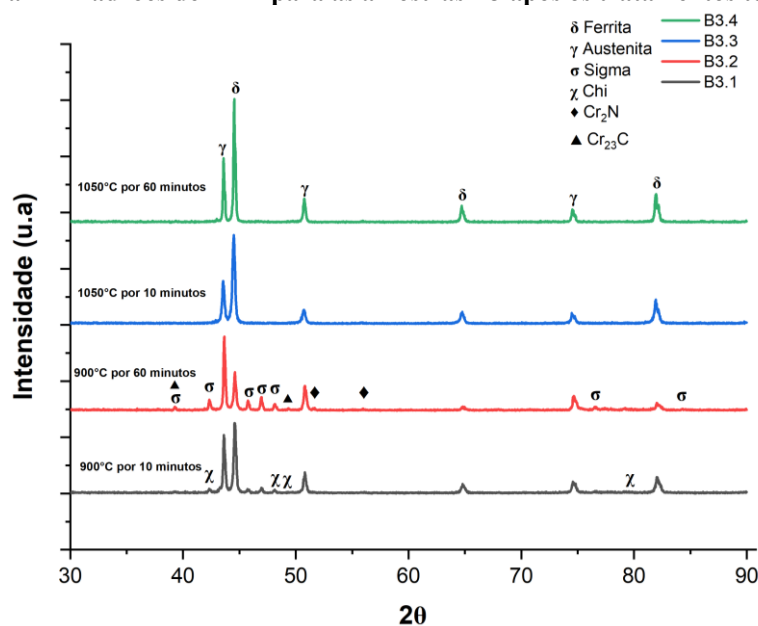


Fonte: Autoria própria (2025)

Nos difratogramas das Figuras 21 e 22, que contemplam as amostras contendo B, além das fases ferrita e austenita, foi possível identificar a presença de precipitados σ , χ , Cr_2N e Cr_{23}C_6 . Os picos associados a esses precipitados mostram maior intensidade para a fase σ nas amostras submetidas aos tratamentos térmicos de 900°C por 10 e 60 minutos. A precipitação dessa fase está em conformidade com o comportamento previsto pelo diagrama de fases da liga (Figura 4). A formação de Cr_2N e Cr_{23}C_6 também era esperada, considerando que os tratamentos térmicos foram realizados nas faixas de temperatura com maior suscetibilidade para a precipitação dessas fases. Em temperaturas inferiores a 1000°C , a liga 2205 é mais propensa a

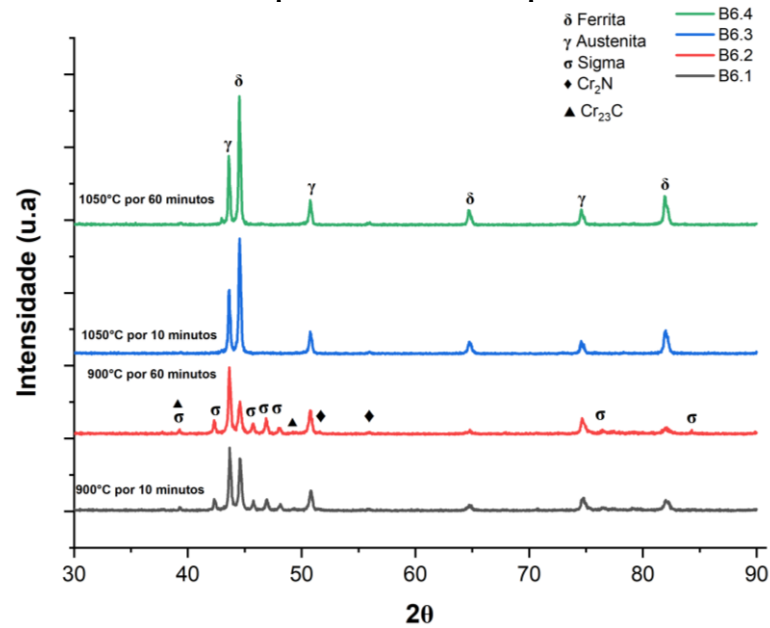
precipitação das fases σ e χ devido ao seu conteúdo de Mo. Este elemento tem a capacidade de acelerar a taxa de precipitação intermetálica, entretanto amplia o intervalo de estabilidade da liga, permitindo que ela se mantenha estável contra esses intermetálicos em temperaturas a partir de 1000 °C, o que favorece a realização dos tratamentos a temperatura de 1050 °C em detrimento daqueles a 900 °C. Por outro lado, é importante destacar que a precipitação Cr_{23}C_6 pode ocorrer entre as temperaturas de 950 °C a 1050 °C, o que torna os tratamentos a 1050 °C não isentos de riscos. Além disso, acima de 1040 °C, a fração volumétrica de ferrita tende a aumentar. Nessa temperatura, a solubilidade do N na δ é alta, entretanto, ao resfriar, a solubilidade diminui, levando à supersaturação de N. Neste momento, a supersaturação do elemento favorece a precipitação de Cr_2N (GUNN, 2003; DERAZKOLA *et al.*, 2023; GIRALDO, 2001).

Figura 21– Padrões de DRX para as amostras B3 após os tratamentos térmicos



Fonte: Autoria própria (2025)

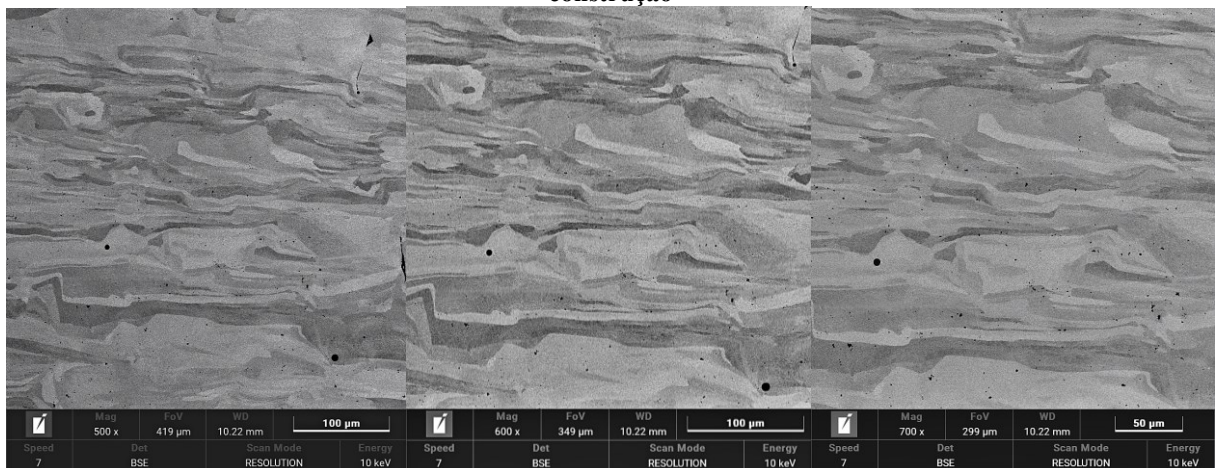
Figura 22– Padrões de DRX para as amostras B6 após os tratamentos térmicos



Fonte: Autoria própria (2025)

As análises das amostras por MEV, realizadas antes e após os tratamentos térmicos, foram conduzidas no plano paralelo à direção de construção das mesmas. Antes dos tratamentos térmicos, as análises evidenciaram uma microestrutura ferrítica definida por grãos colunares das amostras P, ou seja, sem a adição de boro, conforme ilustrado na Figura 23. Além disso, as imagens revelam um certo alinhamento dos grãos na direção do gradiente de temperatura, o que está em concordância com a literatura (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; FREITAS, 2024).

Figura 23– Micrografias obtidas por MEV das amostras P em relação ao plano paralelo à direção de construção

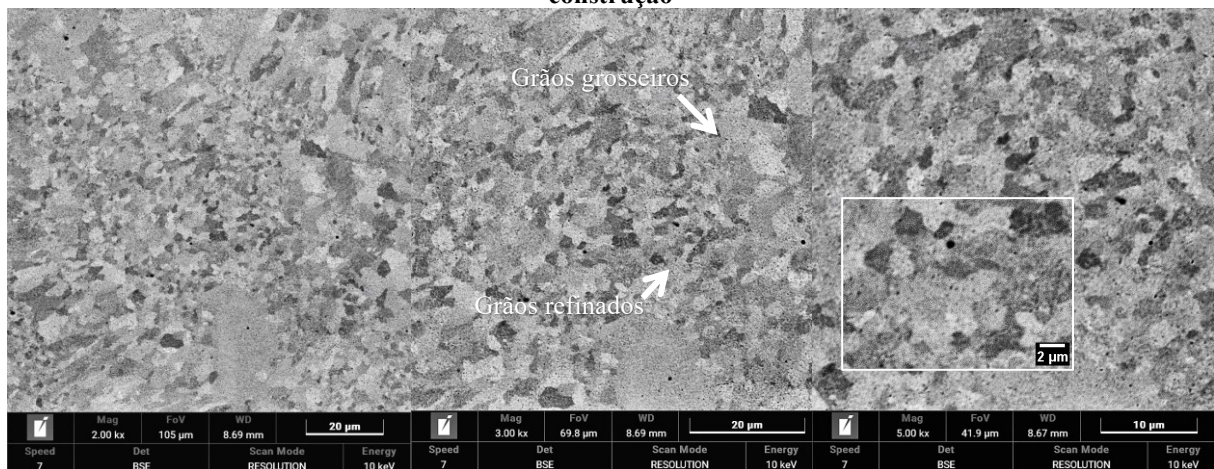


Fonte: Autoria própria (2025)

Por outro lado, as amostras modificadas com B apresentaram microestrutura com grãos refinados, conforme mostrado nas Figuras 24 e 25. Observa-se que o tamanho médio dos grãos diminuiu de valores superiores a 100 µm na liga não modificada para 1 a 2 µm nas ligas

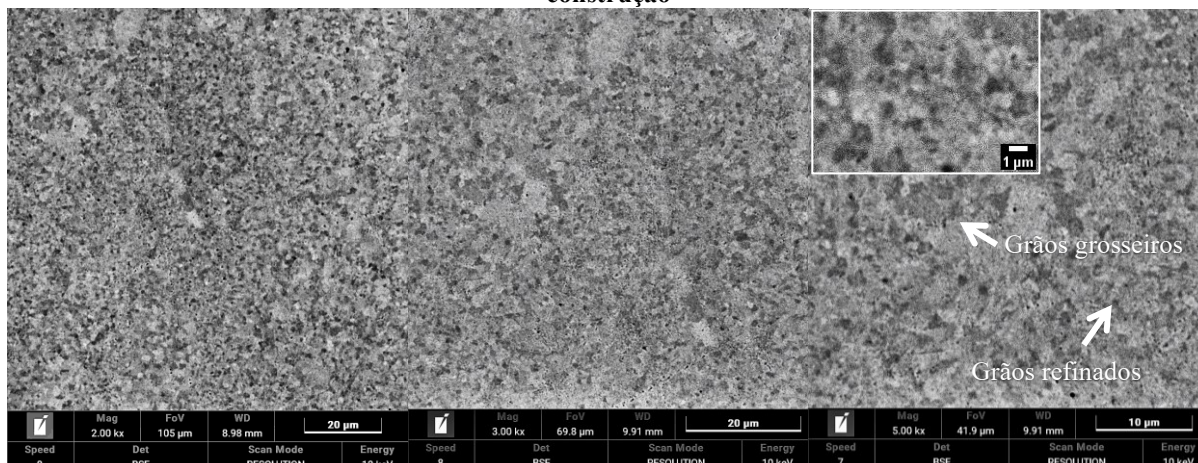
modificadas. Embora a microestrutura seja refinada e homogênea, há presença de grãos mais grosseiros, que são associados à ZTA abaixo das fronteiras da poça de fusão. No entanto, as amostras modificadas com boro ainda exibem grãos consideravelmente mais refinados em comparação às amostras não modificadas (FREITAS, 2024). O refinamento de grãos observado nessas ligas pode ser explicado pela interação entre a temperatura elevada do processo e o comportamento do B. Durante a fusão, as agulhas de M_2B no pó precursor são decompostas, liberando átomos de B e metais (Fe, Cr), que são incorporados ao metal fundido. A segregação do B na interface sólido/líquido e sua baixa solubilidade no Fe geram uma camada rica em B, retardando o crescimento dos grãos de δ . Isso aumenta o sub-resfriamento, favorecendo a nucleação de novos grãos e dificultando o crescimento colunar, o que resulta em uma microestrutura refinada. Além disso, os nanoboretos de M_2B formados atuam como pontos de fixação nos contornos de grão, limitando o crescimento dos grãos e contribuindo para o refinamento adicional da microestrutura (FREITAS, 2024; ZHENG *et al.*, 2023).

Figura 24– Micrografias obtidas por MEV das amostras B3 em relação ao plano paralelo à direção de construção



Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 25 - Micrografias obtidas por MEV das amostras B6 em relação ao plano paralelo à direção de construção



Fonte: Autoria própria (2025)

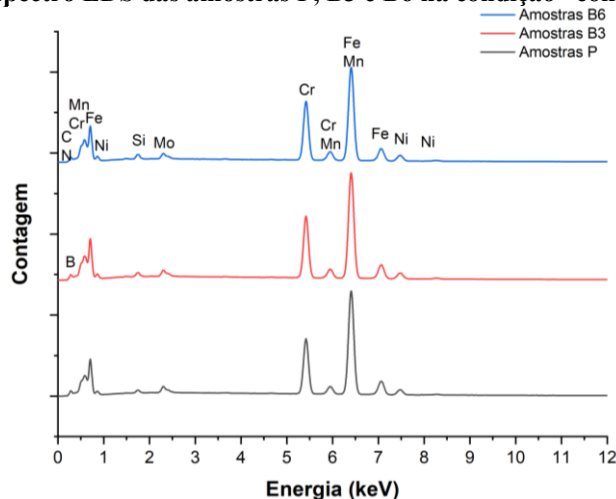
A análise de EDS por mapeamento elementar foi realizada para as doze amostras. Sendo as amostras classificadas em três grupos, em que cada grupo contém quatro amostras iguais em composição entre si, fez-se a média dos valores obtidos em percentual de peso das amostras em comum. Estes valores de percentual em peso estão expostos na Tabela 4 e os espectros EDS para cada tipo de amostra é encontrado na Figura 26.

Tabela 4– Composição elementar das amostras por EDS
Composição elementar (%p)

Amostra	B	Cr	Mo	Ni	Si	Mn	N	Fe
P	-	22,61	1,30	5,20	0,73	0,82	1,03	Bal.
B3	0,20	23,71	1,22	5,53	0,94	0,98	1,15	Bal.
B6	0,47	24,26	1,15	4,85	1,15	1,13	1,16	Bal.

Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 26– Espectro EDS das amostras P, B3 e B6 na condição “como construídas”

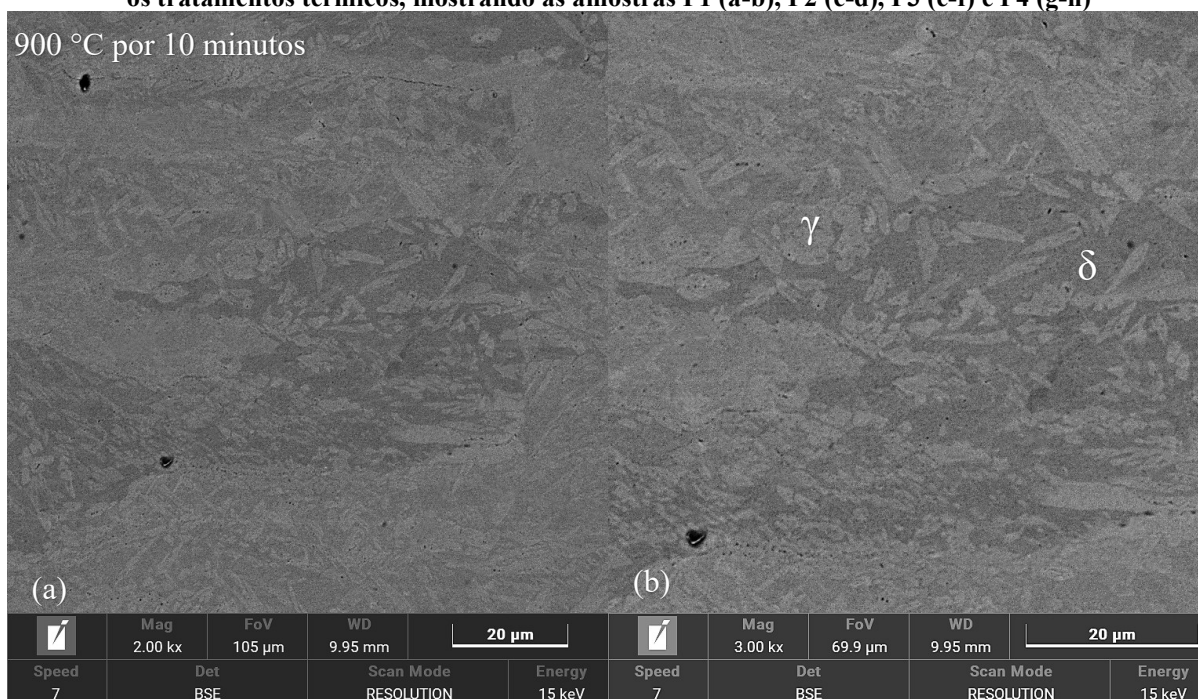


Fonte: Autoria própria (2025)

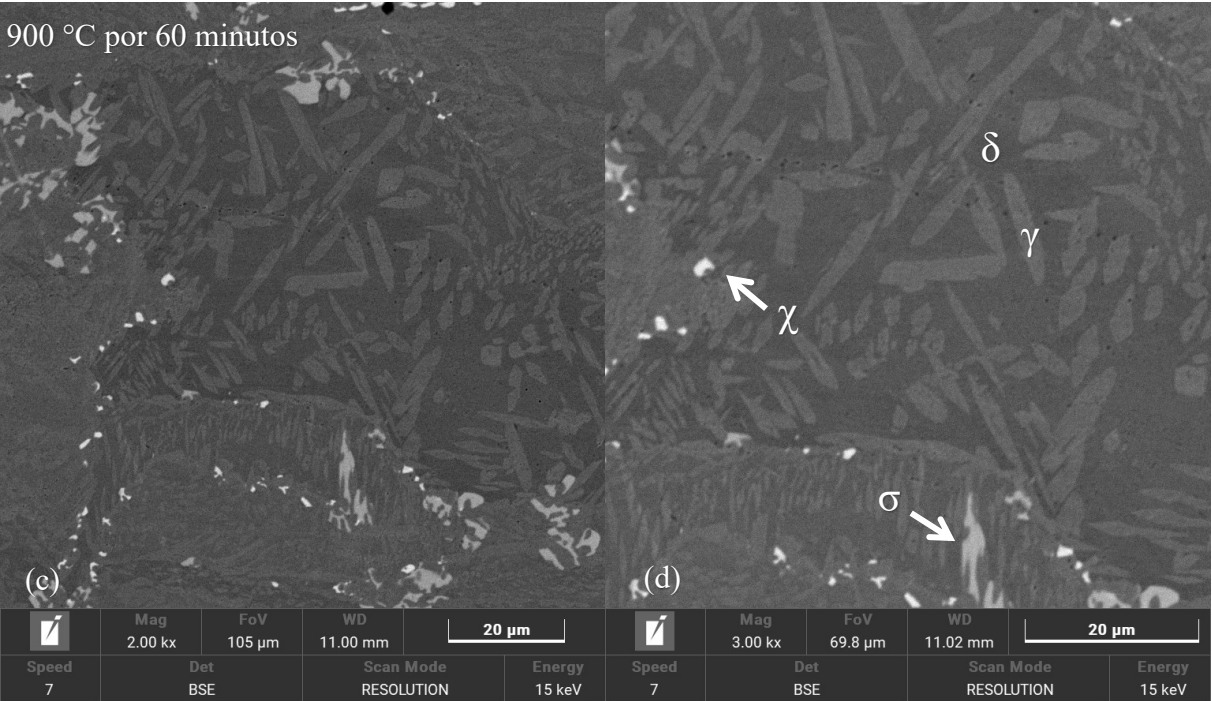
As discrepâncias entre a composição obtida experimentalmente por EDS (Tabela 4), a composição característica do aço inoxidável SAF 2205 (Tabela 1) e a composição referência das amostras (Tabela 2), especialmente em relação aos elementos B, Mo, Si, Mn e N, podem ser explicadas pelas limitações da EDS na detecção de certos elementos químicos e/ou pela baixa concentração desses elementos nas amostras, mas também pode estar associada à calibração do equipamento. Elementos presentes em menores quantidades, entre 1 e 10%, assim como aqueles com número atômico baixo, geralmente inferior a 10, tendem a ser identificados com menor precisão. Essas limitações na detecção podem comprometer a robustez da análise química, resultando em dados que podem se afastar do esperado (NASRAZADANI e HASSANI, 2016; SANTOS *et al.*, 2013).

Após os tratamentos térmicos, novas micrografias por MEV foram obtidas. A Figura 27 exibe a microestrutura das amostras P. Comparando as micrografias das condições “como construído” com as obtidas após os tratamentos térmicos, observou-se que, embora algumas regiões aparentem não estar completamente solubilizadas e ainda retenham características da condição inicial, houve formação de austenita em todas as amostras, configurando uma microestrutura duplex. As micrografias revelam a presença de austenita sob a forma de ilhas alongadas dispersas na matriz ferrítica. Entretanto, as amostras P1 e P3, submetidas a tratamentos térmicos de 10 minutos, apresentam as ilhas menos alongadas em comparação com as presentes nas amostras P2 e P4, que passaram pelos tratamentos de maior duração.

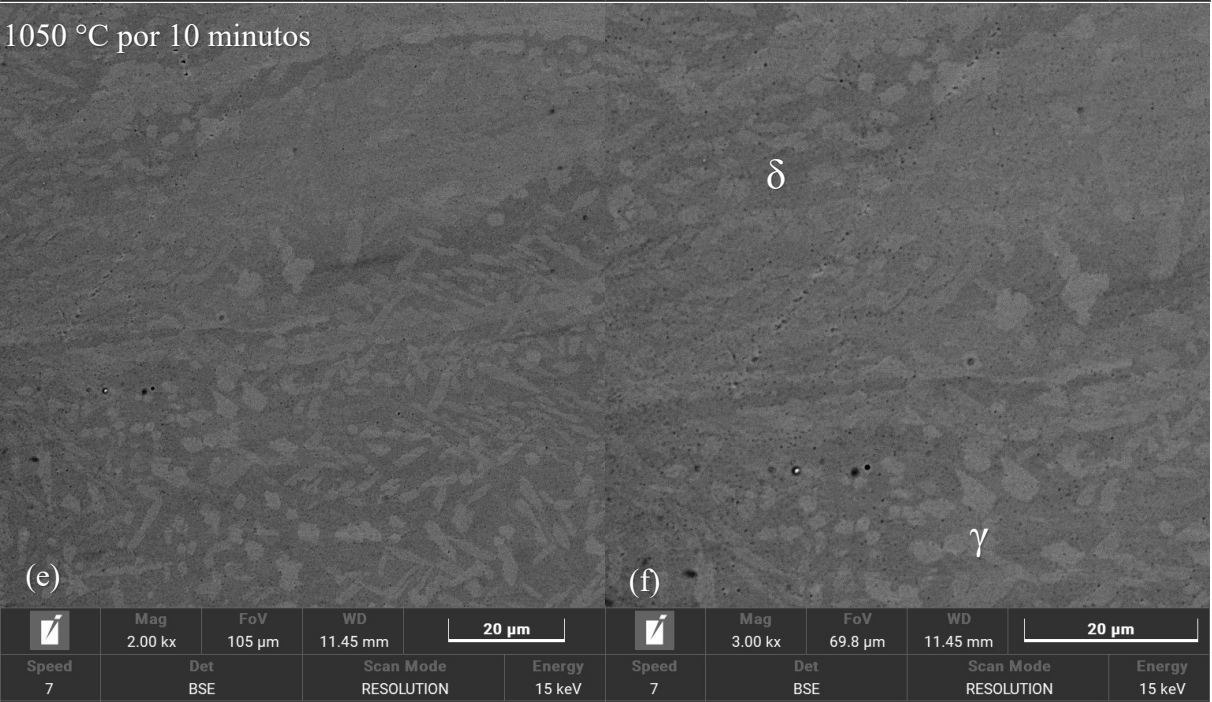
Figura 27– Micrografias obtidas por MEV das amostras P no plano paralelo à direção de construção após os tratamentos térmicos, mostrando as amostras P1 (a-b), P2 (c-d), P3 (e-f) e P4 (g-h)

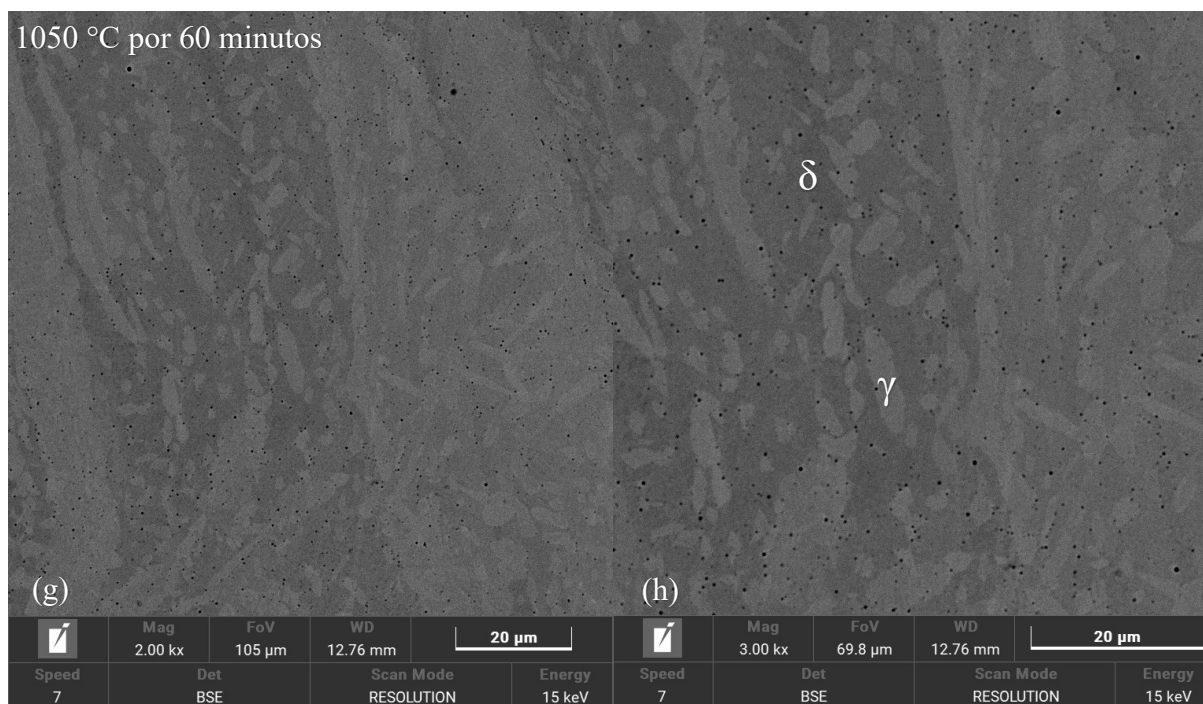


900 °C por 60 minutos



1050 °C por 10 minutos

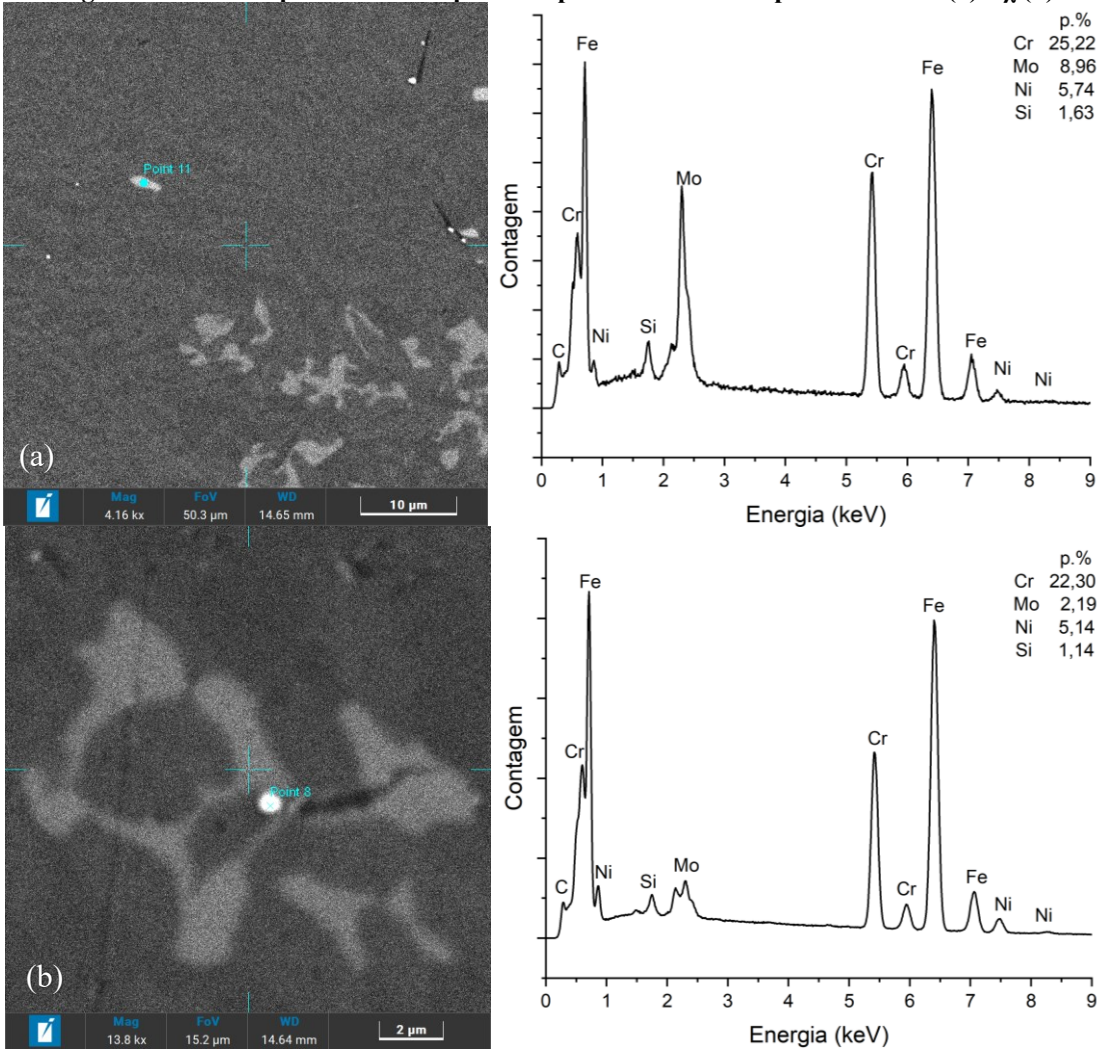




Fonte: Autoria própria (2025)

Além disso, dentre essas amostras, a amostra P2 foi a única a apresentar algumas regiões com precipitação de fases secundárias, como σ e χ . Segundo Gunn (2004), a formação destas fases tende a ocorrer preferencialmente nos contornos de grão da austenita e ferrita, com a fase σ crescendo em placas grosseiras e a fase χ se propagando em direção a ferrita. Esse comportamento é visível nas Figuras 27.d. No entanto, ambas as fases não foram identificadas no difratograma de raios X da amostra. De acordo com Bunaciu, Udriştioiu e Aboul-Enein (2015), fases presentes em concentrações baixas, inferiores ao limite de detecção do instrumento, cerca de 2% da amostra, podem não gerar picos detectáveis. Uma análise pontual de EDS realizada nas regiões que apresentam as fases σ e χ foi realizada para avaliar a presença dos elementos Cr, Mo, Si e Mn, uma vez que esses são elementos que encorajam a formação das mesmas. O espectro EDS obtido para as fases σ (Figura 28.a) e χ (Figura 28.b) expõe a presença dos elementos Cr, Mo, Ni e Si. Esses resultados estão de acordo com os teores esperados de Cr, Mo e Ni para a fase σ , que são aproximadamente de 30%p Cr, 7%p Mo e 4%p Ni. Observou-se uma discrepância nos valores determinados para a fase χ , em que se esperava teores de 25%p Cr, 14%p Mo e 3%p Ni, no entanto, os valores ficaram abaixo do esperado para Mo e acima para Ni, conforme indicado na literatura (GUNN, 2004).

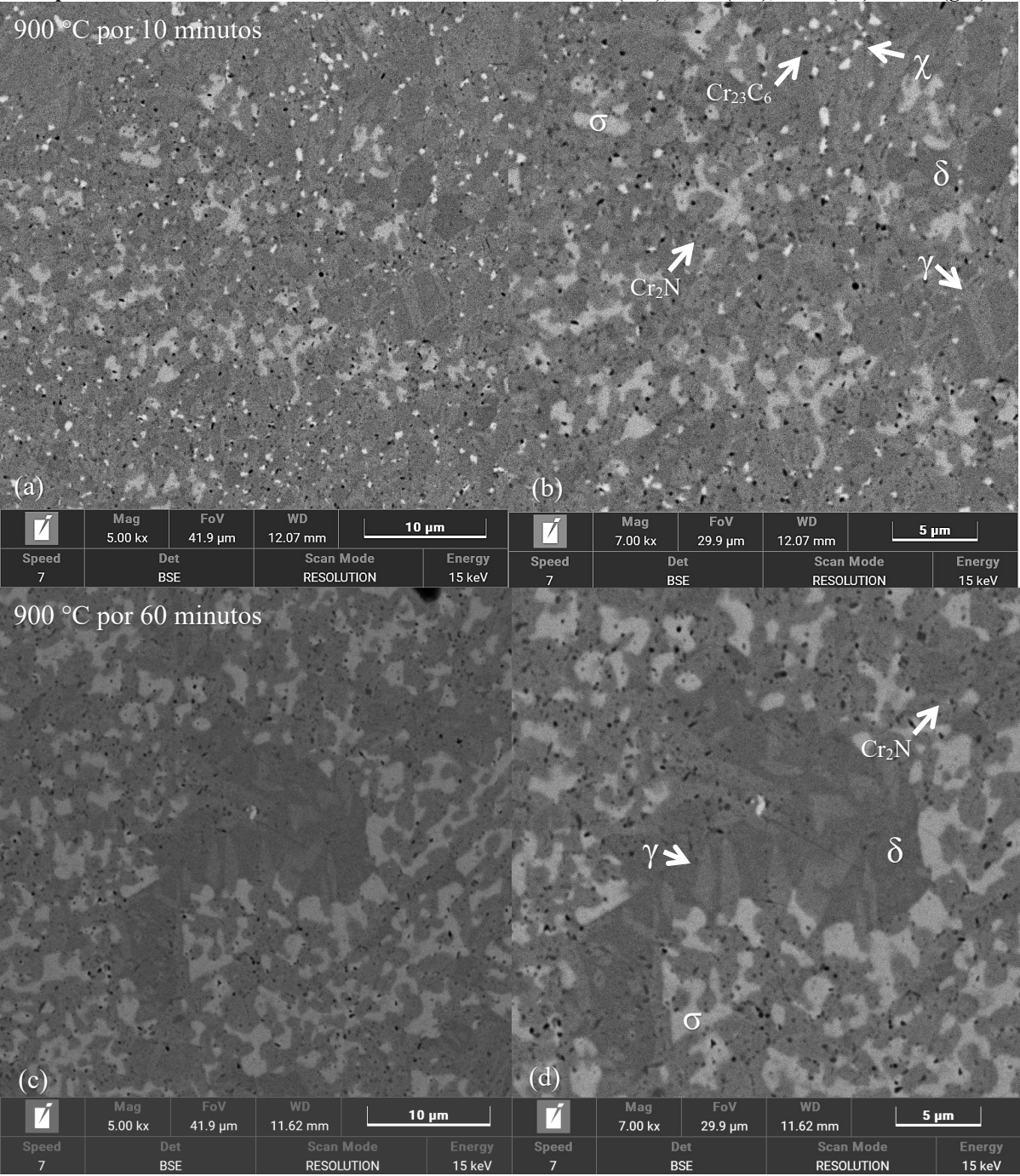
Figura 28– Análise pontual obtida por EDS para a amostra P2 para as fases σ (a) e χ (b)

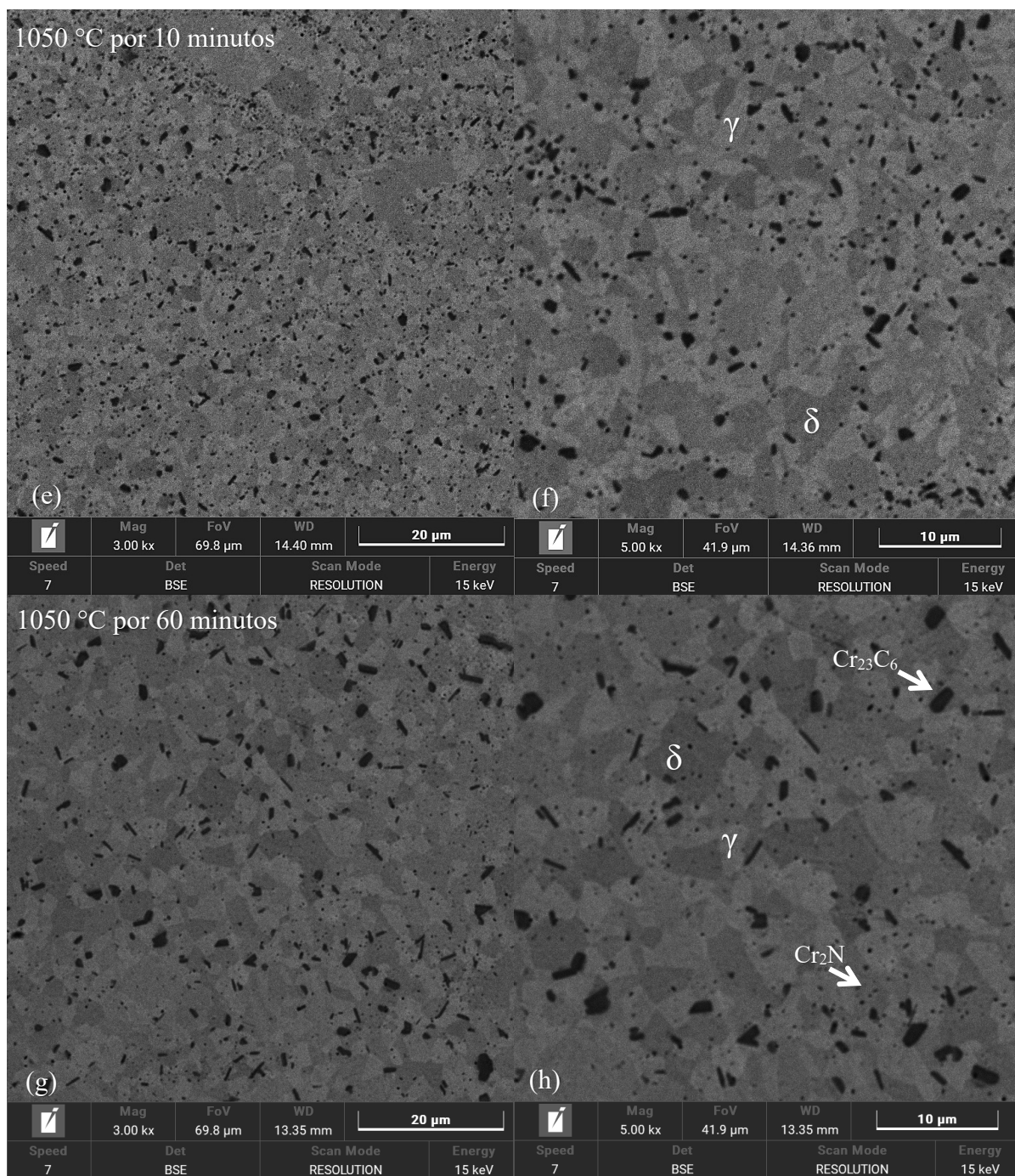


Fonte: Autoria própria (2025)

As micrografias das amostras que contém 0,3%p de B (Figura 29) também confirmam a formação da microestrutura duplex.

Figura 29 – Micrografias obtidas por MEV das amostras B3 no plano paralelo à direção de construção após os tratamentos térmicos, mostrando as amostras B3.1 (a-b), B3.2 (c-d), B3.3 (e-f) e B3.4 (g-h)

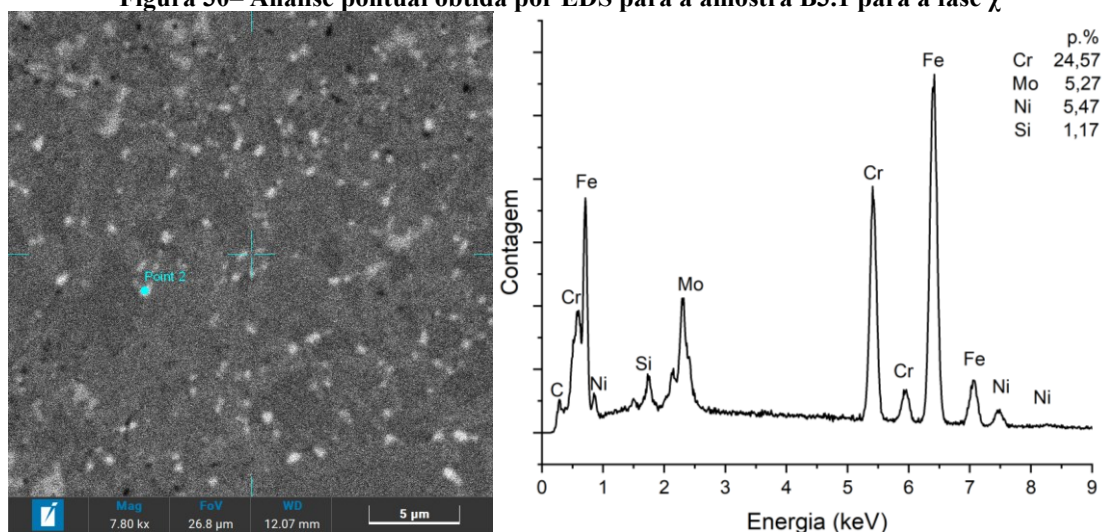




Fonte: Autoria própria (2025)

Para as amostras B3, a presença σ só é observada nas amostras tratadas a 900 °C, sendo significativamente mais pronunciada do que na amostra P2. Essa observação está em concordância com os resultados dos difratogramas das amostras (Figura 21). Além disso, a amostra B3.1 apresenta um volume de fase χ expressivo, mas com as mesmas características relatadas para a amostra P2. A análise EDS (Figura 30) também foi realizada na amostra B3.1 para determinar os elementos presentes nessa fase.

Figura 30– Análise pontual obtida por EDS para a amostra B3.1 para a fase χ



Fonte: Autoria própria (2025)

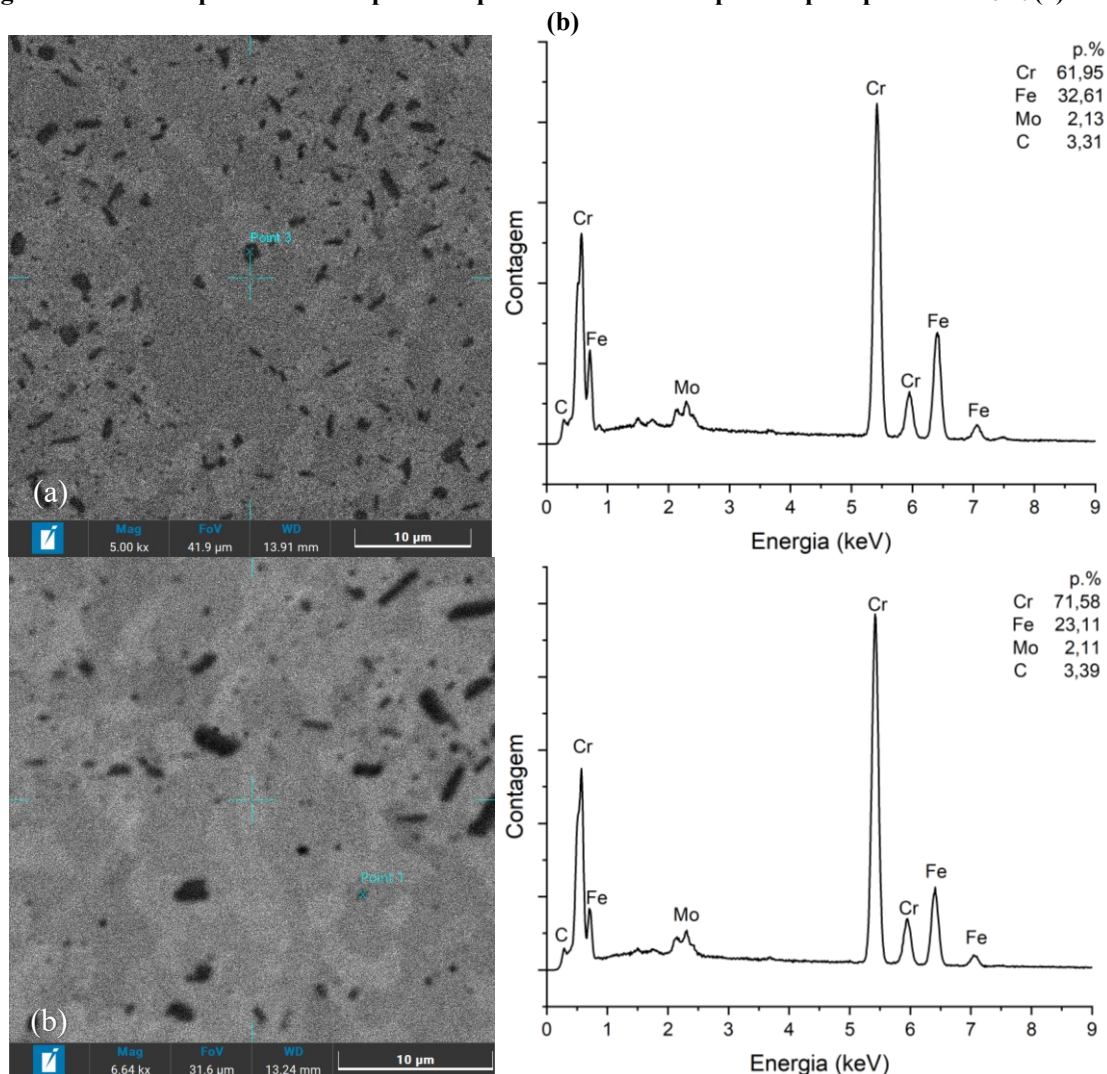
As amostras B3 tratadas a 1050 °C não exibiram a formação dos precipitados σ e χ , apresentando uma microestrutura bifásica ideal de maneira mais expressiva. No entanto, foi observado um volume maior de precipitados distintos daqueles previamente identificados, os quais também foram detectados, mas em menor quantidade, nas amostras B3 tratadas a 900 °C. No difratograma das amostras B3 (Figura 21) foram detectados leves picos adicionais de precipitados além da σ , como os Cr_{23}C_6 e Cr_2N . Logo, a formação de Cr_{23}C_6 e Cr_2N foi reforçada. Ademais, Gunn (2004) e Knyazeva e Pohl (2013) indicam que Cr_{23}C_6 pode apresentar morfologias cúbicas e aciculares, enquanto Cr_2N tende a formar-se com morfologia acicular, de placas, pontos triplos e inclusões, características semelhantes aos precipitados observados nas amostras em questão.

Santos, Silva e Abreu (2019) argumentam que a adição de B nos aços promove a formação de diferentes compostos, como carbonetos e nitretos, e em suas análises, a adição de 0,07%p B em uma a liga de aço superferrítico, a formação de carbonetos do tipo M_{23}C_6 e das fases σ e χ foi favorecida pela composição da liga. Além disso, é importante destacar que as ligas modificadas com B apresentaram grãos refinados. A redução do tamanho de grão tende a acelerar a cinética de decomposição da δ em fases deletérias, aumentando a tendência à precipitação dessas fases. Esse efeito pode estar diretamente relacionado ao tamanho de grão das amostras B, que apresentam grãos refinados mesmo após tratamento térmico e, consequentemente, uma maior fração de contornos de grão. Esses contornos atuam como sítios preferenciais para a nucleação e precipitação de fases, como σ , χ , carbonetos e nitretos. Além disso, a difusão facilitada nesses contornos contribui para a aceleração desse processo, tornando a microestrutura mais suscetível à formação das fases indesejadas, o que também pode justificar

a quantidade excessiva de carbonetos e nitretos de cromo observada (PARDAL *et al.*, 2009; WANG *et al.*, 2024; LI *et al.*, 2025).

Os espectros EDS pontuais realizados para os precipitados da amostra B3.4 são apresentados na Figura 31. A análise realizada para a amostra B3.3 é encontrada no Apêndice A.

Figura 31– Análise pontual obtida por EDS para a amostra B3.4 para os precipitados Cr_{23}C_6 (a) e Cr_2N

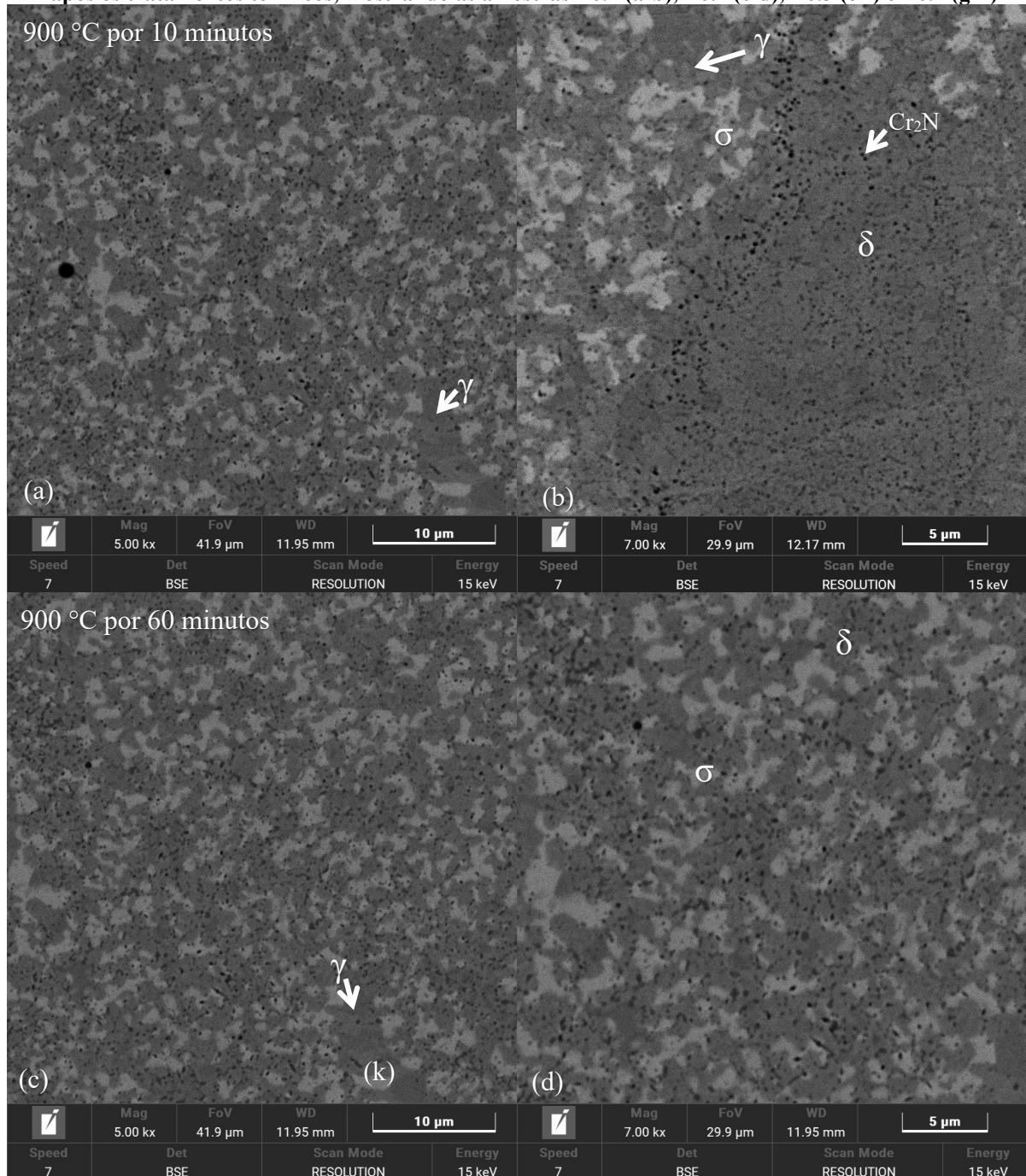


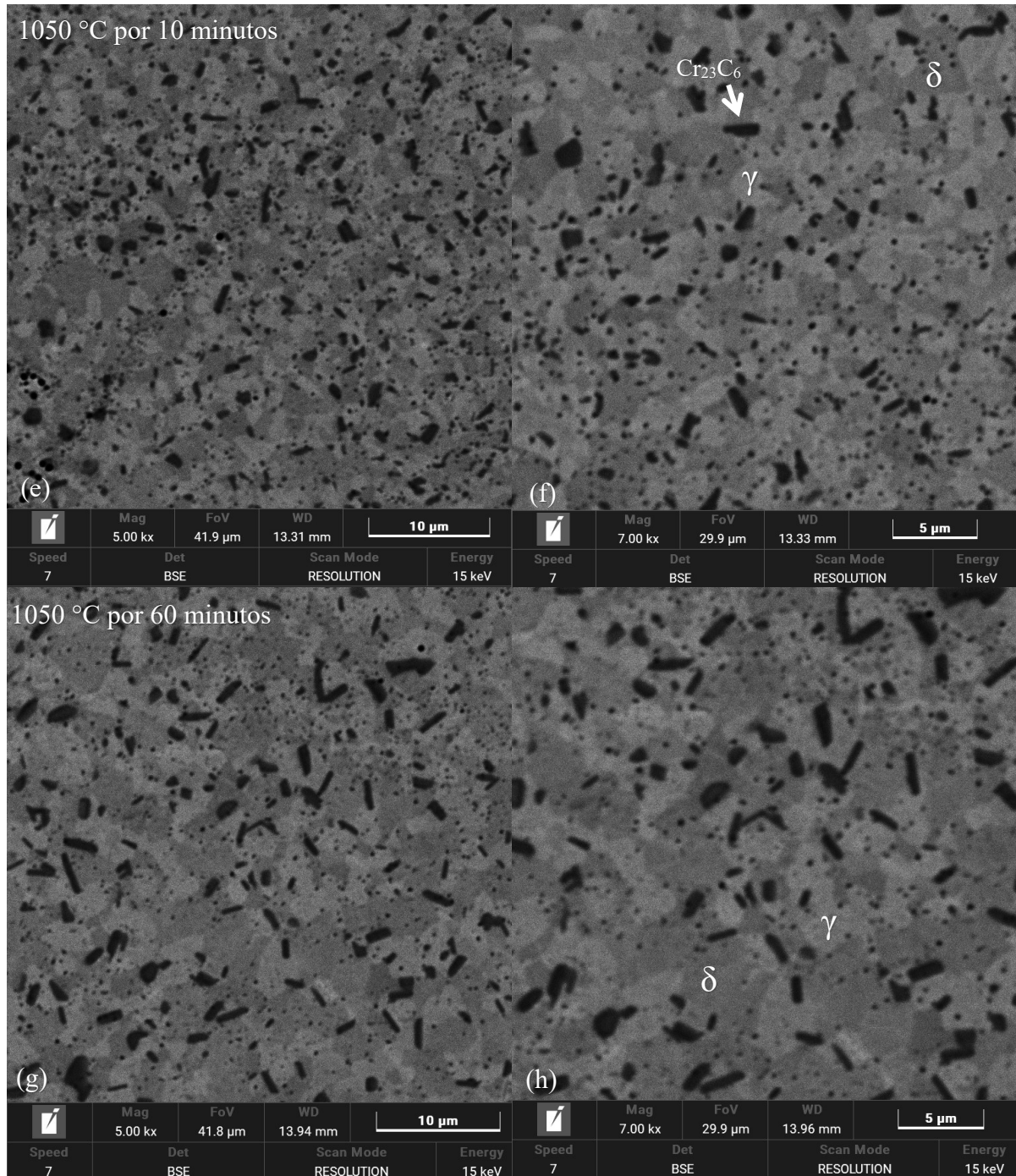
Fonte: Autoria própria (2025)

O espectro EDS da amostra B3.4 para o precipitado, que se supõe ser Cr_{23}C_6 revela um alto teor de Cr, de 61,95%p, alinhando-se com o valor de 58%p de Cr mencionado por Gunn (2004) para esse intermetálico, embora se afaste do valor esperado de 12%p Mo. A análise EDS do precipitado que se assume ser Cr_2N também revelou alto teor de Cr, com este último atingindo 71,58%p. Este teor excede os valores esperados para Cr_{23}C_6 , e se aproxima do teor esperado de 72%p de Cr para o nitreto de cromo Cr_2N , mas também se afasta do teor de 15%p Mo para o mesmo.

As amostras B6 (Figura 32) seguem praticamente as mesmas características relatadas para as amostras B3. Aquelas tratadas a 1050°C apresentaram maior volume de precipitados do tipo Cr_{23}C_6 e Cr_2N , e não apresentam precipitados σ , diferentemente das que passaram pelos tratamentos a 900 °C. Entretanto, a exceção é que nenhuma das amostras desse grupo apresentou precipitados do tipo χ . A análise EDS das fases e precipitados também foi realizada para as amostras B6.2 e B6.3, e é encontrada no Apêndice A.

Figura 32– Micrografias obtidas por MEV das amostras B6 no plano paralelo à direção de construção após os tratamentos térmicos, mostrando as amostras B6.1 (a-b), B6.2 (c-d), B6.3 (e-f) e B6.4 (g-h)



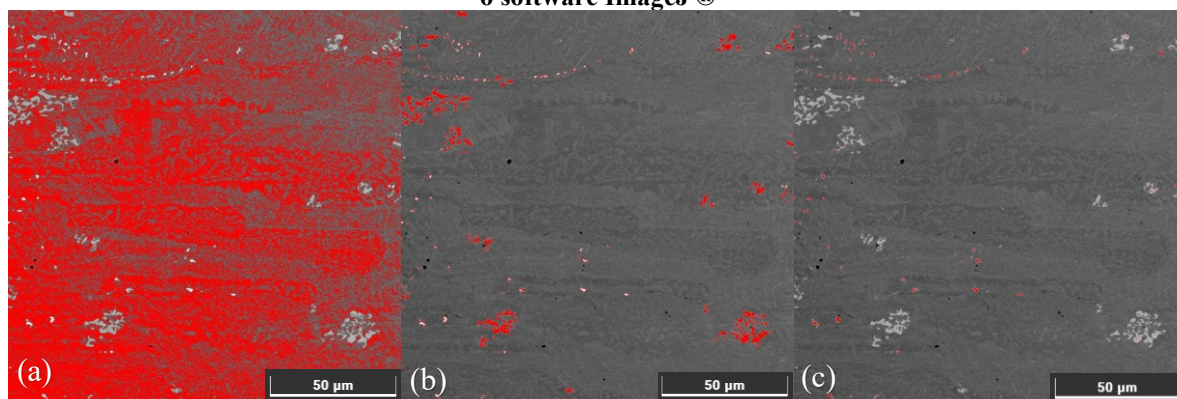


Fonte: Autoria própria (2025)

Com base nas imagens obtidas por MEV e utilizando o *software* ImageJ®, foi possível determinar a fração volumétrica aproximada da fase δ e dos precipitados. O *software* utiliza do contraste de imagem para distinguir e quantificar as diferentes fases. No entanto, devido à dificuldade de delimitação precisa da fase γ por conta de sua tonalidade clara e próxima da ferrita nas micrografias, seu percentual foi calculado subtraindo-se as frações das outras fases identificadas em cada microestrutura. Os precipitados Cr₂₃C₆ e Cr₂N não puderam ser diferenciados nessa análise pois apresentam a mesma tonalidade, logo, foram contabilizados

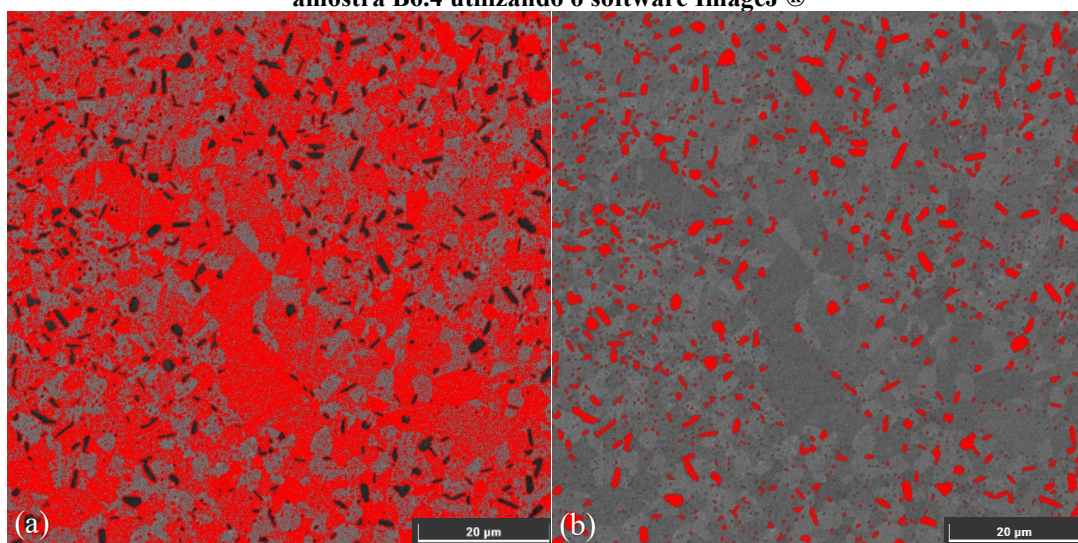
conjuntamente sem distinção. As Figuras 33 e 34 apresentam as quantificações realizadas para as amostras P2 e B6.4, respectivamente, a partir do *software*. As quantificações para o restante das amostras encontram-se no Apêndice B.

Figura 33– Determinação da fração volumétrica das fases (a) δ , (b) σ e (c) χ para a amostra P2 utilizando o software ImageJ®



Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 34– Determinação da fração volumétrica da fase δ (a) e precipitados Cr₂₃C₆ e Cr₂N (b) para a amostra B6.4 utilizando o software ImageJ®



Fonte: Autoria própria (2025)

A Tabela 5 apresenta as frações de fase em percentual. Na condição “como construída”, as amostras exibiam aproximadamente 99%vol. de δ . A redução da fração volumétrica de δ após os tratamentos térmicos está associada ao estabelecimento da microestrutura duplex, mas também está diretamente ligada à formação da fase σ . Isso ocorre porque a formação de γ , induzida pelo Ni, concentra elementos promotores da fase σ , como Cr, Mo e Si, na δ remanescente (GUNN, 2003). De modo geral, com exceção da amostra P3, as amostras tratadas a 1050 °C exibiram uma fração volumétrica de γ significativamente maior em comparação às do mesmo tipo submetidas a 900 °C. Destacam-se, no entanto, os tratamentos a

1050 °C por 10 e 60 minutos para as amostras B3.3 e B3.4, em que a proporção entre ferrita e austenita é aproximada, indicando um equilíbrio significativo entre as fases. Apesar disso, ao considerar o conjunto de resultados, as amostras P exibem percentuais de γ mais uniformes, independentemente da temperatura, o que está em concordância com as micrografias previamente apresentadas, já que essas amostras não exibiram formação de fases secundárias, com exceção de P2, e apresentam a fase de γ em relevância. Contudo, devido à presença de várias regiões que mantêm características do estado inicial, é possível que a fração volumétrica de γ tenha sido superestimada, como do caso da amostra P4.

Tabela 5– Quantificação das fases para as amostras de aço inoxidável duplex SAF 2005 após os tratamentos térmicos

Quantificação de fases (%vol.)					
Liga	δ	γ	σ	χ	Cr ₂₃ C ₆ e Cr ₂ N
P1	53,64	46,36	-	-	-
P2	52,11	46,38	1,35	0,16	-
P3	54,22	45,78	-	-	-
P4	38,90	61,1	-	-	-
B3.1	44,88	41,68	6,91	3,44	3,09
B3.2	42,38	24,27	26,57	-	6,78
B3.3	46,92	46,98	-	-	6,91
B3.4	47,49	45,96	-	-	6,55
B6.1	41,92	32,52	21,29	-	4,27
B6.2	43,63	22,65	25,31	-	8,41
B6.3	53,62	37,49	-	-	8,89
B6.4	54,31	37,56	-	-	8,13

Fonte: Autoria própria (2025)

As frações volumétricas de γ nas amostras B3 e B6 são, na maioria dos casos, inferiores às observadas nas amostras P, devido ao elevado volume de precipitados dos tipos Cr₂₃C₆ e Cr₂N, mas especialmente da fase σ . De acordo com a norma ASTM A890/A890M-18a (2018, p. 01), embora não exista uma especificação exata do percentual necessário para que as ligas de aço inoxidável duplex sejam classificadas como tal, é indicado que essas ligas desenvolvam uma proporção de aproximadamente 30 a 60% de ferrita, com o restante composto por austenita. As ligas P apresentam uma relação equilibrada entre ferrita e austenita, conforme esperado para a configuração de aços inoxidáveis duplex, atendendo à recomendação da norma ASTM A890/A890M-18a. Por outro lado, as amostras modificadas com B demonstram um aumento

substantial na presença de fases secundárias e precipitados, levando ao desvio das proporções típicas indicadas pela norma.

4.2 Propriedade mecânica por ensaio de microdureza

Os valores de microdureza Vickers das amostras, antes dos tratamentos térmicos, são encontrados na Tabela 6. De maneira geral, o desvio padrão calculado para cada grupo de amostras foi baixo, indicando que os valores estão próximos da média e evidenciam uma uniformidade na dureza da superfície, em concordância com os resultados previamente reportados por Freitas (2024).

Tabela 6 – Valores de microdureza Vickers, antes dos tratamentos térmicos, obtidos para as amostras

Liga	Dureza (HV)
P	324,13 ± 8,42
B3	394,90 ± 5,44
B6	456,36 ± 9,35

Fonte: Autoria própria (2025)

Segundo a literatura, a dureza das ligas de aço inoxidável duplex 2205, produzidas por processos convencionais de fabricação, é de 31 HRC, que corresponde a aproximadamente 310 HV (GUNN, 2003). Assim, em comparação, antes dos tratamentos térmicos as ligas produzidas por L-PBF apresentaram valores de dureza mais elevados. Além disso, é notável que as amostras modificadas com B apresentam dureza ainda maior que aquelas sem a adição do elemento. Também foi observado um aumento significativo na dureza com o aumento do teor de B. A maior dureza das ligas L-PBF pode ser atribuída a microestrutura monofásica composta somente por ferrita, uma vez que esta tende a apresentar maior dureza do que a austenita, ao processo de atomização a gás utilizado para a obtenção do pó metálico, ao processo de solidificação da técnica e à adição de boro na liga. A atomização a gás tende a produzir partículas menores e mais esféricas em comparação com outros métodos, como a moagem mecânica. Um menor tamanho de partícula e maior esfericidade aumentam a homogeneidade microestrutural da peça, permitindo uma compactação mais eficiente do pó e resultando em uma estrutura mais densa (GUNN, 2003; ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; DAWES, BOWERMAN e TREPLETON, 2015). A dureza mais elevada do que em relação às ligas convencionais também pode ser respaldada pela rápida solidificação do processo L-PBF e o alto gradiente de temperatura, que geram alta densidade de discordâncias por consequência de tensões térmicas do resfriamento precoce (CALLISTER, 2020; FREITAS, 2024; ZHANG *et*

al., 2022). Além disso, a modificação de parte das amostras com partículas de B resulta em um refino dos grãos da liga, uma vez que as partículas atuam como sítios de nucleação heterogênea e auxiliam no aumento da dureza das ligas, e no caso das amostras em questão, houve a formação de nanoboretos de Cr_2B durante o processo L-PBF, contribuindo ainda mais com a dureza elevada das amostras. (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; FREITAS, 2024).

A Tabela 7 exibe os valores de microdureza para cada amostra após o tratamento térmico. Como esperado, a maioria das amostras tratadas apresentou redução da dureza devido ao alívio das tensões residuais promovido pelos tratamentos (ABD-ELAZIEM *et al.*, 2022; SAEIDI *et al.*, 2019). Todas as amostras do grupo P apresentaram dureza inferior às ligas convencionais de aço inoxidável duplex 2205, entretanto, as amostras B3.2, B6.1 e B6.2 demonstraram um aumento significativo da propriedade em relação ao estado inicial. Um estudo conduzido por Li *et al.* (2020) observou um aumento na dureza dos aços inoxidáveis superduplex 2507 após tratamentos térmicos entre 900 °C e 1000 °C, atribuindo esse fenômeno à precipitação da fase σ e de Cr_2N . Da mesma forma, Gomes *et al.* (2021) relataram um incremento na dureza em função do aumento da fração volumétrica da fase σ precipitada durante tratamentos térmicos realizados a 900 °C por 20 e 60 minutos em aços inoxidáveis SAF 2205. Conforme previamente discutido, as amostras B3.2, B6.1 e B6.2 exibiram a formação de precipitados σ e Cr_{23}C_6 e Cr_2N . Portanto, é clara a hipótese de que a precipitação desses tenha desempenhado um papel crucial no aumento da dureza das amostras submetidas aos tratamentos térmicos.

Tabela 7– Valores de microdureza Vickers, após os tratamentos térmicos, obtidos para as amostras

Tratamento	Amostra	Dureza (HV)	Amostra	Dureza (HV)	Amostra	Dureza (HV)
900 °C/10 min.	P1	259,41 ± 2,32	B3.1	365,22 ± 6,84	B6.1	484,02 ± 2,53
900 °C/60 min.	P2	267,10 ± 3,32	B3.2	434,64 ± 3,88	B6.2	493,34 ± 2,53
1050 °C/10 min.	P3	231,90 ± 1,35	B3.3	302,61 ± 0,84	B6.3	306,67 ± 0,88
1050 °C/60 min.	P4	257,00 ± 1,57	B3.4	265,16 ± 1,68	B6.4	262,78 ± 9,76

Fonte: Autoria própria (2025)

A precipitação de intermetálicos em aços inoxidáveis duplex é altamente prejudicial, pois causa o empobrecimento da matriz em elementos cruciais, como Cr e Mo. Esse processo leva à redução significativa da tenacidade, ductilidade e resistência à corrosão do material. Entre os intermetálicos, a fase σ é reconhecida como a mais nociva para essas propriedades (LLORCA-ISERN *et al.*, 2016). Segundo Li *et al.* (2024), aproximadamente 50% das falhas em equipamentos fabricados com aço inoxidável duplex estão relacionadas à presença dessa fase. De acordo com Moreira, Maia e Faria (2024), uma liga SAF 2507 submetida a tratamento

térmico a 950 °C por 10 minutos apresentou fratura predominantemente frágil, mesmo com concentrações relativamente baixas de fase σ (menos de 15%). Além disso, Liu *et al.* (2020) reportaram que apenas 0,8% de fase σ foi suficiente para fragilizar os contornos de grão da liga 2507, resultando em uma redução drástica da energia de impacto, de 315,87 J para 100,93 J.

Além dessas adversidades, sabe-se que a precipitação de fases secundárias, como carbonetos de cromo e nitretos de cromo, causa o empobrecimento de Cr e Mo nas regiões adjacentes. Esse fenômeno compromete a capacidade do material de formar um filme de passivação estável, tornando essas áreas mais suscetíveis à ruptura e ao ataque corrosivo. Dessa forma, a presença de fases intermetálicas pode aumentar a suscetibilidade à corrosão por pites e à corrosão sob tensão (YONGQIANG *et al.*, 2018; LI *et al.*, 2024; CHAN e TJONG, 2014). Domínguez-Alguilar e Newman (2006) investigaram os efeitos das fases secundárias σ e χ na resistência à corrosão por pites em aços UNS S32760 submetidos a tratamentos térmicos a 825 °C por diferentes períodos e expostos a soluções de haletos como NaBr e NaCl. Em ambos os casos, a presença dessas fases intermetálicas resultou na corrosão por pites. Saithala *et al.* (2012) observaram que a presença de mais de 2% em volume da fase σ em aços UNS S32760 provocou uma severa perda de ductilidade durante testes de deformação lenta em tração. O mecanismo de corrosão sob tensão foi atribuído à natureza frágil e quebradiça da fase σ , que se rompe facilmente sob esforço mecânico, gerando pontos de fragilidade, como cavidades, que funcionam como locais iniciais para corrosão.

Portanto, compreender os mecanismos de formação e os impactos das fases σ e χ e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N é essencial para o desenvolvimento de estratégias de processamento térmico que minimizem sua precipitação, garantindo a integridade estrutural e a durabilidade dos aços inoxidáveis duplex em aplicações críticas.

5 CONCLUSÃO

A partir das análises microestruturais e medidas de dureza, bem como dos resultados obtidos antes e após os tratamentos térmicos, as seguintes conclusões podem ser extraídas:

- As imagens obtidas por MEV das peças de aço inoxidável duplex SAF 2205, tanto puras quanto modificadas com 0,3%p e 0,6%p de B, produzidas via L-PBF, evidenciaram que, inicialmente, as amostras apresentavam uma microestrutura monofásica composta exclusivamente por δ . Observou-se que as amostras P possuíam grãos mais grosseiros e colunares, com crescimento direcionado ao gradiente térmico, enquanto as amostras com B apresentam grãos refinados e equiaxiais, indicando a influência do elemento no controle da microestrutura durante o processo de fabricação;
- A dureza das ligas no estado "como construído" superou os valores reportados na literatura para os aços inoxidáveis duplex 2205 convencionais. Esse aumento pode ser atribuído ao tipo de processo de atomização, às condições de resfriamento características da técnica L-PBF, que geram tensões residuais, à presença de uma microestrutura monofásica de δ e à adição de B. Este elemento, por sua vez, favorece o refinamento dos grãos da liga e a formação de nanoboretos duros, resultando em uma dureza ainda mais elevada nas amostras modificadas, em comparação às amostras P;
- Após os tratamentos térmicos, a fase γ foi estabelecida em todas as amostras, com tratamentos a 1050 °C por 10 e 60 minutos, e a 900 °C pelos mesmos períodos. Observou-se que, para as amostras P, os tratamentos mais prolongados (60 minutos) resultaram em uma fase γ mais alongada e grosseira, em comparação com os tratamentos de 10 minutos.
- A formação dos precipitados σ , χ , Cr_{23}C_6 e Cr_2N nas amostras modificadas com boro (B3 e B6) foi confirmada por MEV e DRX, sendo atribuída à ação do B, que favoreceu a precipitação de fases secundárias. Esse efeito pode estar relacionado ao refinamento dos grãos nessas amostras, resultando em uma maior fração de contornos de grão, que atuam como sítios preferenciais para a nucleação de carbonetos e nitretos. Além disso, a difusão facilitada nesses contornos acelera esse processo, justificando a quantidade excessiva das fases deletérias. Em contrapartida, as amostras P, com exceção de P2, que apresentavam grãos colunares no estado “como construído”, não exibiram precipitados. Isto evidencia a influência do boro na formação dos precipitados;
- A precipitação das fases secundárias teve um impacto significativo na dureza das amostras após os tratamentos térmicos. Enquanto as amostras P apresentam uma queda

considerável na dureza, algumas amostras modificadas com B (B3.2, B6.1 e B6.2) exibiram um aumento dessa propriedade. O alívio das tensões residuais e estabelecimento da fase γ pós-tratamento térmico explicam a diminuição da dureza nas amostras P. Por outro lado, o aumento da propriedade para as amostras supracitadas está diretamente relacionado à formação de precipitados;

- De modo geral, com exceção de P3, todas as amostras tratadas a 1050 °C apresentaram uma fração volumétrica de γ significativamente maior do que aquelas submetidas aos tratamentos a 900 °C, evidenciando a influência da temperatura mais elevada em uma maior formação de austenita;
- Para as amostras P, os quatro tratamentos realizados foram eficazes para o estabelecimento da microestrutura duplex, mantendo percentuais de γ mais uniformes e condizentes com a norma ASTM A890/A890M-18a, independentemente da temperatura;
- Dentre as amostras modificadas, destacam-se B3.3 e B3.4, que apresentaram uma proporção mais equilibrada entre ferrita e austenita. Contudo, a precipitação de Cr_{23}C_6 e Cr_2N , variando entre aproximadamente 3,00% a 9,00%vol., além da presença de σ em torno de 21,00 a 27,00%vol., independente dos parâmetros de tratamento, comprometeram a manutenção da proporção ideal de 1:1 entre ferrita e austenita para todas as amostras B3 e B6.

6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Aprofundar a caracterização microestrutural por meio da análise de *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD), permitindo uma análise mais precisa da fração de fases e da orientação dos grãos;
- Identificar os precipitados com maior precisão através de Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET);
- Conduzir ensaios de corrosão para avaliar o impacto das fases secundárias e precipitados na resistência eletroquímica do material;
- Realizar ensaios tribológicos para quantificar a influência do B na resistência ao desgaste das ligas modificadas, a fim de correlacionar a microestrutura com o desempenho mecânico;
- Estabelecer correlações entre a fração volumétrica das fases e de precipitados, fornecendo uma compreensão dos efeitos nas propriedades mecânicas do material.

REFERÊNCIAS

- ABD-ELAZIEM, W.; ELKATATNY, S.; ABD-ELAZIEM, A.; *et al.* On the current research progress of metallic materials fabricated by laser powder bed fusion process: a review. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 20, n. 20, p. 681–707, 2022. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785422011243>>.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **ASTM F2792 - 12a: Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies**. [s.l.]: ASTM, 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. **ASTM A890/A890M - 18a: Standard Specification for Castings, Iron-Chromium-Nickel-Molybdenum Corrosion-Resistant, Duplex (Austenitic/Ferritic) for General Application**. [s.l.]: ASTM, 2018.
- BUNACIU, A. A.; UDRIȘTIOIU, E. G.; ABOUL-ENEIN, H. Y. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 45, n. 4, p. 289–299, 2015.
- BECKER, L.; BOES, J.; LENTZ, J.; *et al.* Influence of annealing time on the microstructure and properties of additively manufactured X2CrNiMoN25–7–4 duplex stainless steel: Experiment and simulation. **Materialia**, v. 28, p. 101720, 2023. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2589152923000480>>. Acesso em: 21 jan. 2024.
- CALLISTER, W. D. **Materials science and engineering: an introduction**. [s.l.]: Grupo GEN, 2020. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521637325/>>. Acesso em: 21 mar. 2024.
- CAVIGGIOLI, F.; UGHETTO, E. A bibliometric analysis of the research dealing with the impact of additive manufacturing on industry, business and society. **International Journal of Production Economics**, v. 208, p. 254–268, 2019.
- CHAN, K. W.; TJONG, S. C. Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels. **Materials**, v. 7, n. 7, p. 5268–5304, 22 jul. 2014.
- COLPAERT, H. **Metalografia Dos Produtos Siderurgicos Comuns**. [s.l.]: Editora Blucher, 2008. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521215714/>>. Acesso em: 21 mar. 2024.
- DAVANAGERI, M. B.; S. NARENDRANATH, S.; KADOLI, R.. Effect of Sigma (σ) phase on Mechanical and Dry sliding wear. **Materials today: proceedings**, v. 4, n. 9, p. 10189–10196, 2017.
- DAWES, J.; BOWERMAN, R.; TREPLETON, R. Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain. **Johnson Matthey Technology Review**, v. 59, n. 3, p. 243–256, 2015.
- DERAZKOLA, H. A.; GARCIA, E.; MORRODÁN, A. M.; *et al.* The effect of temperature and strain rate on the mechanical properties and microstructure of super Cr13 martensitic

stainless steel. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 24, p. 3464–3476, 6 abr. 2023.

DOMÍNGUEZ-AGUILAR, M. A.; NEWMAN, R. C. Detection of deleterious phases in duplex stainless steel by weak galvanostatic polarization in halide solutions. **Corrosion Science**, v. 48, n. 9, p. 2577–2591, set. 2006.

FREITAS, B. J. M.; KOGA, G. Y.; FILHO, S. T. A.; *et al.* Corrosion-resistant and ultrafine-grained boron-containing stainless steel produced by laser powder bed fusion. **Corrosion Science**, v. 235, p. 112206–112206, 2024.

FREITAS, B. J. M.; RODRIGUES, L. C. M.; CLAROS, C. A. E.; *et al.* Ferritic-induced high-alloyed stainless steel produced by laser powder bed fusion (L-PBF) of 2205 duplex stainless steel: Role of microstructure, corrosion, and wear resistance. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 918, p. 165576, 2022.

FREITAS, B. J. M. **Microstructure, corrosion, and wear resistance of a boron-modified duplex stainless steel produced by laser powder bed fusion**. 2024. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2024.

GALATI, M.; IULIANO, L. A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations. **Additive Manufacturing**, v. 19, p. 1–20, 2018.

GENTIL, V. **Corrosão**. [s.l.]: Grupo GEN, 2022. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521637998/>>. Acesso em: 21 mar. 2024.

GIRALDO, C. P. S. **Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex**. 2001. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Programa de Pós-Graduação da Escola Politécnica de São Paulo, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

GOMES, C. B.; CORREA, E. C. S.; SOARES, R. B.; *et al.* Análise da influência das condições de envelhecimento na resistência mecânica e à corrosão do aço UNS S31803. **Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração**, v. 18, p. e2425–e2425, 1 jan. 2021.

GONÇALVES, A.; FERREIRA, B.; LEITE, M.; *et al.* Environmental and Economic Sustainability Impacts of Metal Additive Manufacturing: A Study in the Industrial Machinery and Aeronautical Sectors. **Sustainable Production and Consumption**, v. 42, 2023.

GU, D.D.; MEINERS, W.; WISSENBAACH, K.; *et al.* Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms. **International Materials Reviews**, v. 57, n. 3, p. 133–164, 2012.

GUNN, R. N. **Duplex stainless steels: microstructure, properties and applications**. Cambridge: Abington, 2003.

HAGHDADI, N.; LEDERMUELLER, C.; CHEN, H.; *et al.* Evolution of microstructure and mechanical properties in 2205 duplex stainless steels during additive manufacturing and heat treatment. **Materials Science and Engineering: A**, v. 835, p. 142695, 2022.

HSIEH, C.; WU, W. Precipitation of Phase Using General Diffusion Equation with Comparison to Vitek Diffusion Model in Dissimilar Stainless Steels. **Journal of Metallurgy**, v. 2012, n. 2012, p. 1–7, 2012.

JEBARAJ, A. V.; AJAYKUMAR, L.; DEEPAK, C. R.; *et al.* Weldability, machinability and surfacing of commercial duplex stainless steel AISI2205 for marine applications – A recent review. **Journal of Advanced Research**, v. 8, n. 3, p. 183–199, 2017. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2090123217300115>>. Acesso em: 17 mar. 2024.

JIA, Y; NACEUR, H.; SAADLAOUI, Y.; *et al.* A comprehensive comparison of modeling strategies and simulation techniques applied in powder-based metallic additive manufacturing processes. **Journal of manufacturing processes**, v. 110, p. 1–29, 2024.

KHAN, W. N.; CHHIBBER, R. Effect of Intermetallic and Secondary Phases on Dry and Wet Sliding Wear Behavior of Super Duplex Stainless Steel. **Tribology Transactions**, v. 63, n. 3, p. 403–414, 2019.

KNYAZEVA, M.; POHL, M. Duplex Steels. Part II: Carbides and Nitrides. **Metallography, Microstructure, and Analysis**, v. 2, n. 5, p. 343–351, 2013.

LI, H.; WEI, L.; CHEN, L.; *et al.* Investigation of sigma phase generated by simulated welding heat treatment on corrosion behavior of 2205 hydraulic control pipeline steel. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 210, p. 105240–105240, 15 jun. 2024.

LI, W.; DING, Q.; WEI, X.; *et al.* Achieving the strength and ductility synergy in a steel through nanoprecipitation and its induced grain refinement. **Materials Today**, jan. 2025.

LIU, J.; WEI, S.; WANG, F.; *et al.* Effect of Solution Treatment Temperature on Microstructural Evolution, Precipitation Behavior, and Comprehensive Properties in UNS S32750 Super Duplex Stainless Steel. **Metals**, v. 10, n. 11, p. 1481–1481, 6 nov. 2020.

LLORCA-ISERN, N.; LÓPEZ-LUQUE, H.; LÓPEZ-JIMÉNEZ, I.; *et al.* Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels. **Materials Characterization**, v. 112, p. 20–29, 12 dez. 2015.

MOREIRA, G. D.; MAIA, J. F.; FARIA, G. F. Premature failure in UNS S32750 duplex stainless steel laying head pipes: The role of sigma phase precipitation. **Engineering Failure Analysis**, p. 109237–109237, 1 dez. 2024.

MOSTAFAEI, A.; ELLIOTT, A. M.; BARNES, J. E.; *et al.* Binder jet 3D printing—Process parameters, materials, properties, modeling, and challenges. **Progress in Materials Science**, v. 119, p. 100707–100707, 2021. Disponível em: <<https://www-sciencedirect.ez48.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0079642520300712>>. Acesso em: 4 abr. 2024.

MUKHERJEE, T.; ELMER, J.W.; WEI, H.L.; *et al.* Control of grain structure, phases, and defects in additive manufacturing of high-performance metallic components. **Progress in Materials Science**, v. 138, n. 138, p. 101153–101153, 2023.

NASRAZADANI, S.; HASSANI, S. Modern analytical techniques in failure analysis of aerospace, chemical, and oil and gas industries. **Handbook of Materials Failure Analysis with Case Studies from the Oil and Gas Industry**, p. 39–54, 1 jan. 2016.

NIGON, G. N.; ISGOR, O. B.; PASEBANI, S. The effect of annealing on the selective laser melting of 2205 duplex stainless steel: Microstructure, grain orientation, and manufacturing challenges. **Optics & Laser Technology**, v. 134, p. 106643, 2021.

PAPULA, S.; SONG, M.; PATERAS, A.; *et al.* Selective Laser Melting of Duplex Stainless Steel 2205: Effect of Post-Processing Heat Treatment on Microstructure, Mechanical Properties, and Corrosion Resistance. **Materials**, v. 12, n. 15, p. 2468, 2019.

PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; FONSECA, M. C.; *et al.* Influence of the grain size on deleterious phase precipitation in superduplex stainless steel UNS S32750. **Materials Characterization**, v. 60, n. 3, p. 165–172, mar. 2009.

PRASHANTH, K. G.; SCUDINO, S.; MAITY, T.; *et al.* Is the energy density a reliable parameter for materials synthesis by selective laser melting? **Materials Research Letters**, v. 5, n. 6, p. 386–390, 2017.

QI, X.; LIANG, Xiaokang, L.; WANG, J.; *et al.* Microstructure tailoring in laser powder bed fusion (L-PBF): Strategies, challenges, and future outlooks. **Journal of alloys and compounds**, v. 970, p. 172564–172564, 2024. Disponível em: <<https://www-sciencedirect.ez48.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S0925838823038677>>. Acesso em: 8 abr. 2024.

SAITHALA, J. R.; MAHAJANM, S.; UBHI, H. S.; *et al.* Environmental Assisted Cracking Behavior of Sigmatized Super Duplex Stainless Steel in Oilfield Production Brine. **CORROSION**, v. 69, n. 3, p. 276–285, 10 ago. 2012.

SANTOS, E. S.; GAMA, E. M.; FRANÇA, R. S.; *et al.* **Espectrometria de fluorescência de raios-x na determinação de espécies químicas**. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<https://www.conhecer.org.br/enciclop/2013b/MULTIDISCIPLINAR/espectrometria.pdf>>.

SANTOS, J. R.; SILVA, M. J. G.; ABREU, H. F. G. Simulação termodinâmica computacional de liga modelo de aço super ferrítico contendo 0,07% de boro. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 24, n. 1, 2019.

SAEIDI, K.; ALVI, S.; LOFAJ, F.; *et al.* Advanced Mechanical Strength in Post Heat Treated SLM 2507 at Room and High Temperature Promoted by Hard/Ductile Sigma Precipitates. **Metals**, v. 9, n. 2, p. 199–199, 2019.

SHUBHAVARDHAN, R. N.; ZENG, W.; SEE, T. L.; *et al.* A comprehensive review on laser powder bed fusion of steels: Processing, microstructure, defects and control methods, mechanical properties, current challenges and future trends. **Journal of manufacturing processes**, v. 75, p. 375–414, 2022. Disponível em: <<https://www-sciencedirect.ez48.periodicos.capes.gov.br/science/article/pii/S1526612521009178>>. Acesso em: 8 abr. 2024.

SILVA, A. C. M.; SILVA, F. R. F.; ASSIS, W. L. S.; *et al.* Análise termodinâmica e experimental da formação da fase sigma em um aço inoxidável duplex SAF 2205. **Anais do Congresso Anual da ABM**, v. 72, n. 1, p. 2799–2807, 2017.

SILVA, A. L. V. C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. São Paulo: Editora Blucher, 2021. Disponível em: <<https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9786555061611/>>. Acesso em: 21 mar. 2024.

SILVA, D. D. S.; NASCIMENTO, A. R. C.; KOGA, G. Y.; *et al.* Alloy design for microstructural-tailored boron-modified ferritic stainless steel to ensure corrosion and wear resistance. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 24, p. 418–429, 2023.

SINGLA, K. Y.; MAUGHAN, M. R.; ARORA, N.; *et al.* Enhancing the wear resistance of iron-based alloys: A comprehensive review of alloying element effects. **Journal of manufacturing processes**, v. 120, p. 135–160, 2024.

SOYAMA, J.; LOPES, T. P.; ZEPON, G.; *et al.* Wear Resistant Duplex Stainless Steels Produced by Spray Forming. **Metals and Materials International**, v. 25, n. 2, p. 456–464, 2018.

WANG, J.; ZHIQIANG, L.; TIAN, H.; *et al.* Inhibition of the second phase precipitation and improvement of intergranular corrosion resistance by boron segregation at the grain boundary of S31254 superaustenitic stainless steel. **Corrosion Communications**, v. 15, p. 1–12, 1 abr. 2024.

WOHLERS ASSOCIATES. The Wohlers Repor 2015: 3D printing and aditive manufacturing state os the industry. 2015. Disponível em: <<https://wohlersassociates.com/wp-content/uploads/2022/08/history2015.pdf>>.

XIE, C.L; LI, Bolin; LIU, Guojie; *et al.* Study on the effect of solution treatment on mechanical and corrosion properties of SAF 2507DSS produced by LPBF. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 26, p. 2070–2081, 2023.

YONGQIANG, W.; HAO, S.; NA, L.; *et al.* Effect of Sigma Phase Precipitation on the Pitting Corrosion Mechanism of Duplex Stainless Steels. **International Journal of Electrochemical Science**, v. 13, n. 10, p. 9868–9887, 30 ago. 2018.

ZEPON, G.; NASCIMENTO, A. R. C; KASAMA, A. H. ; *et al.* Design of wear resistant boron-modified supermartensitic stainless steel by spray forming process. **Materials & Design**, v. 83, p. 214–223, 2015.

ZHANG, D.; LIU, A.; YIN, B.; *et al.* Additive manufacturing of duplex stainless steels - A critical review. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 73, n. 73, p. 496–517, 2022.

ZHANG, Y.; WU, L.; GUO, X.; *et al.* Additive Manufacturing of Metallic Materials: A Review. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 27, n. 1, p. 1–13, 2017. Disponível em: <<https://link.springer.com/article/10.1007/s11665-017-2747-y>>.

ZHENG, Q.; CHEN, H. S.; ZHOU, J.; *et al.* Effect of boron element on microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. **Journal of materials research and technology/Journal of Materials Research and Technology**, v. 26, p. 3744–3755, 2023.

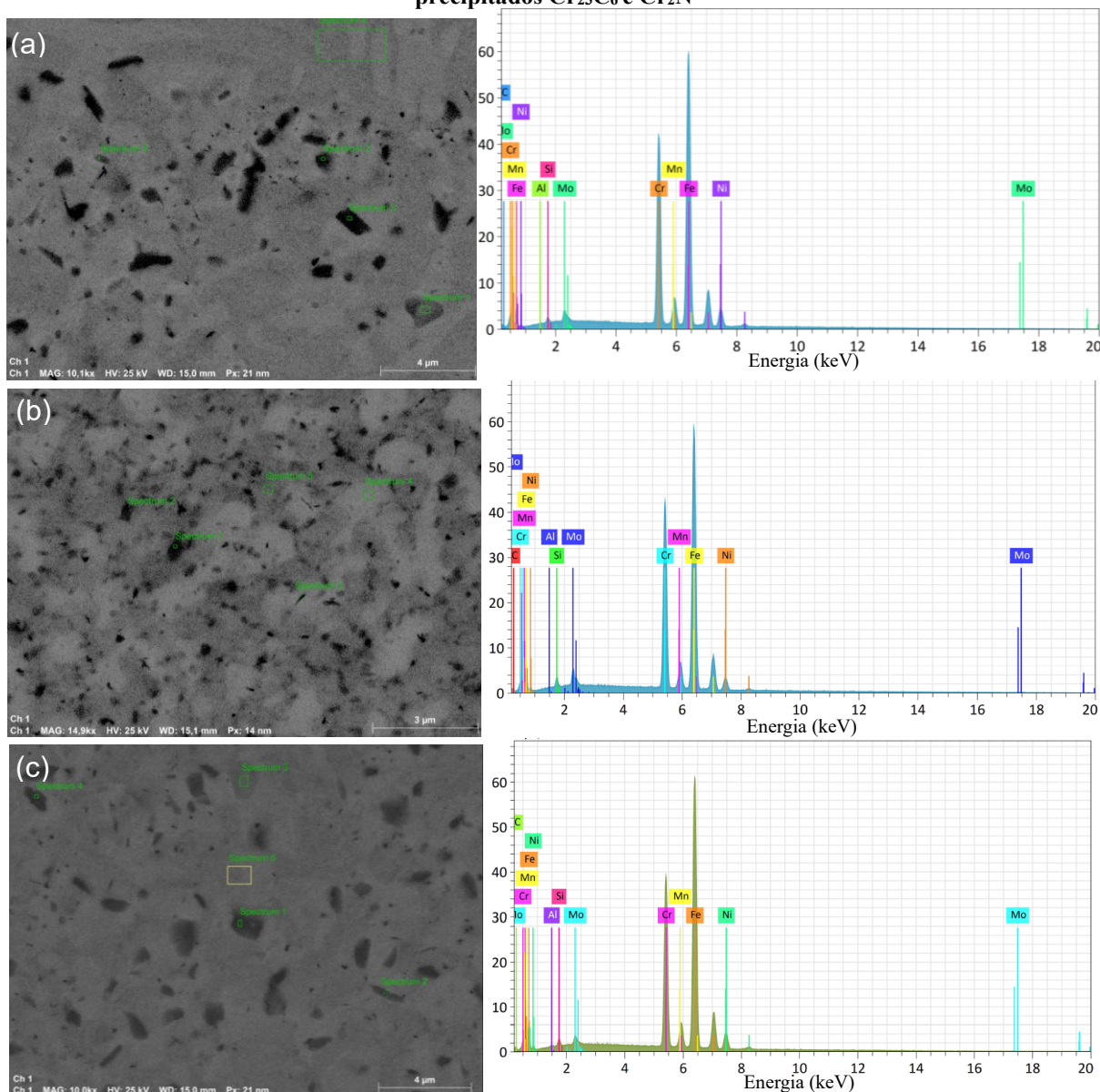
APÊNDICE A – Análise EDS para as amostras B3.3, B6.2 e B6.3

APÊNDICE A – Análise EDS para as amostras B3.3, B6.2 e B6.3

A determinação dos teores dos elementos Cr, Mo, Ni, Fe e Si nas amostras B3.3, B6.2 e B6.3, que não foram abordadas na análise principal, foi realizada e está detalhada neste apêndice. O objetivo é complementar a análise com as informações adicionais, enriquecendo a fundamentação das discussões e resultados apresentados. Essa abordagem visa garantir uma compreensão mais abrangente e robusta dos dados obtidos.

Na sequência, a Figura 35 apresenta o espectro EDS dos elementos supracitados para os precipitados Cr_{23}C_6 , Cr_2N e fase σ para as amostras B3.3, B6.2 e B6.3.

Figura 35 - Análise pontual obtida por EDS para a amostra B3.3 (a), B6.2 (b) e B6.3 (c) para os precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N



Fonte: Autoria própria (2025)

A Tabela 8 exibe o teor dos elementos determinados pelos EDS pontuais para as amostras em questão.

Tabela 8 – Teor dos elementos Cr, Ni, Mo, Fe e Si obtido através de EDS pontual nos precipitados e fases para as amostras B3.3, B6.2 e B6.3

Amostra	Elemento	%massa				
		Espectro 1	Espectro 2	Espectro 3	Espectro 4	Espectro 5
B3.3	Cr	29,14	26,00	20,12	17,40	-
	Mo	21,07	18,01	19,52	19,38	-
	Fe	44,24	50,84	54,51	56,81	-
	Si	3,69	3,51	4,20	4,94	-
B6.2	Cr	17,89	16,92	16,88	16,85	16,67
	Mo	21,91	13,81	13,60	23,89	22,99
	Fe	54,47	63,67	64,01	53,37	53,66
	Si	5,11	4,52	4,41	5,34	4,88
B6.3	Cr	17,89	16,92	16,88	16,85	16,67
	Mo	21,91	13,81	13,60	23,89	22,99
	Fe	54,47	63,67	64,01	53,37	53,66
	Si	5,11	4,52	4,41	5,34	4,88

Fonte: Autoria própria (2025)

APÊNDICE B – Determinação da fração volumétrica das fases para o restante das amostras

APÊNDICE B – Determinação da fração volumétrica das fases para o restante das amostras

A quantificação da fração volumétrica das fases nas demais amostras, que não foram discutidas ao longo da análise principal, foi realizada e está incluída neste apêndice. O objetivo é fornecer uma análise mais detalhada e reforçar a fundamentação das discussões dos resultados apresentados. Todas as análises de fração volumétrica aqui descritas seguiram as mesmas condições previamente especificadas, de modo que o procedimento para a quantificação das fases não será repetido.

Os resultados das quantificações de fases para cada amostra já foram previamente apresentados na Tabela 5. Na sequência, a Figura 36 ilustra a quantificação de fases para as amostras P (P1, P3 e P4).

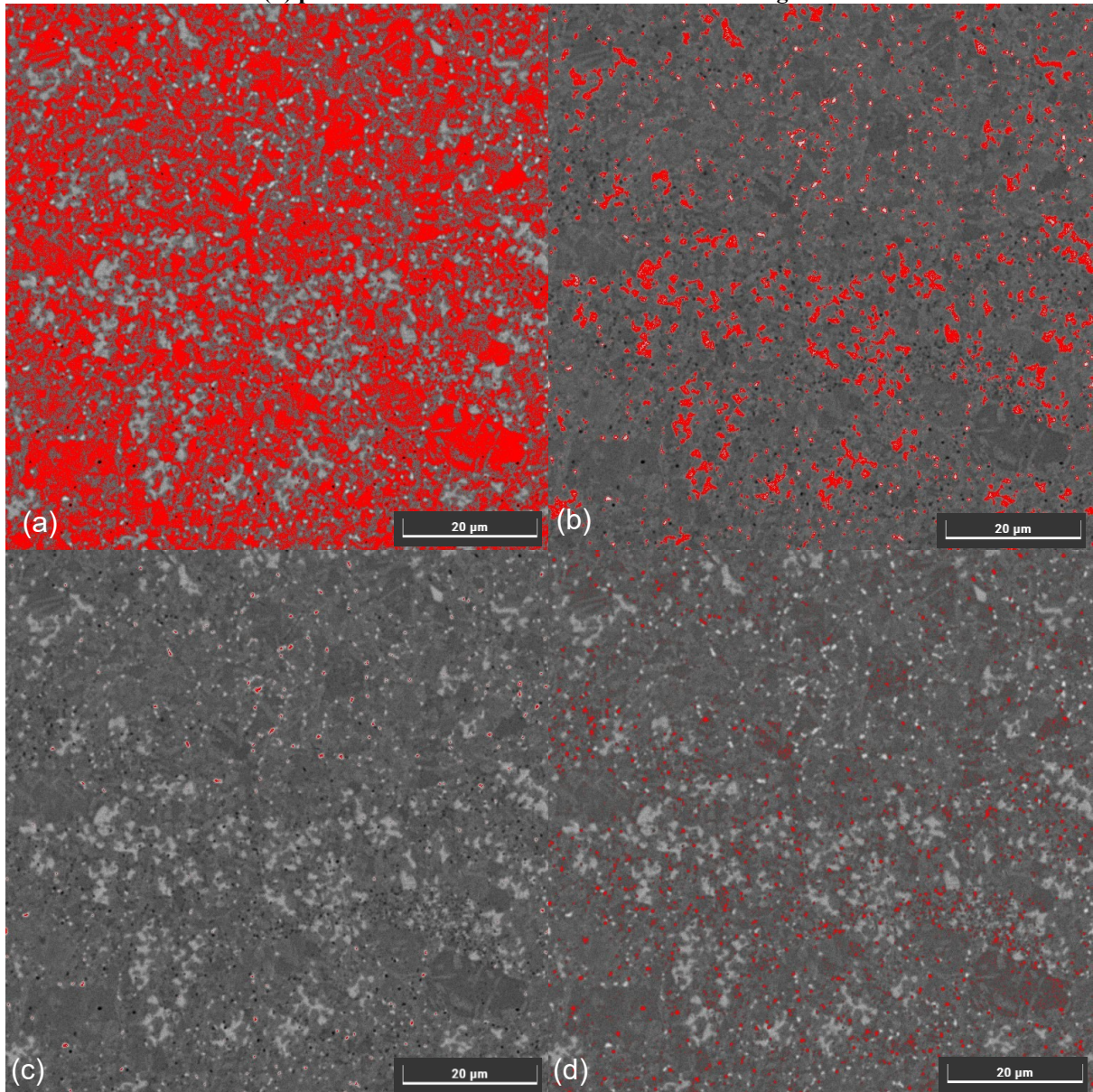
Figura 36 - Determinação da fração volumétrica da fase δ para as amostras P1 (a), P3 (b) e P4 (c) utilizando o software ImageJ ®



Fonte: Autoria própria (2025)

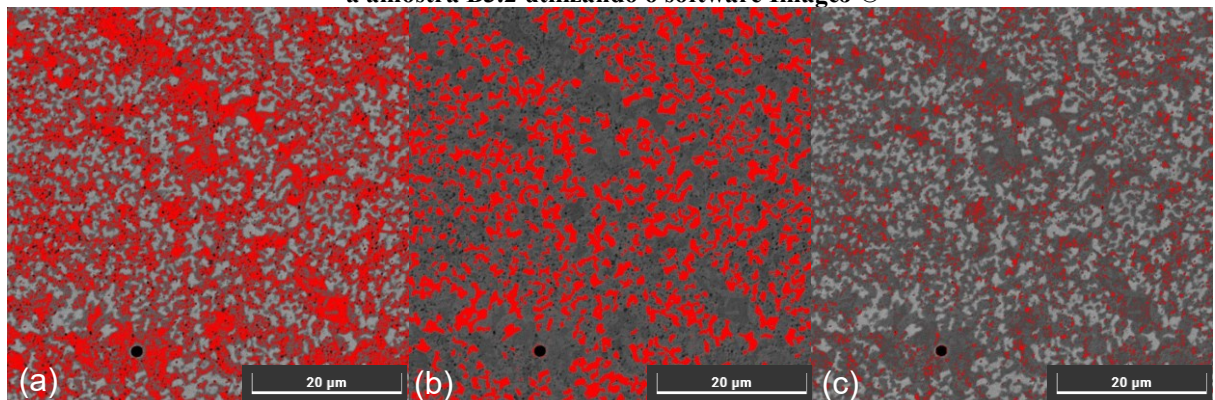
Para as amostras B3, foram quantificadas as fases δ , σ , χ e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N com a fase χ sendo especificamente referente à amostra B3.1. As imagens correspondentes a essas amostras estão apresentadas nas Figuras 37, 38, 39 e 40.

Figura 37 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a), σ (b), χ (c) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (d) para a amostra B3.1 utilizando o software ImageJ[®]



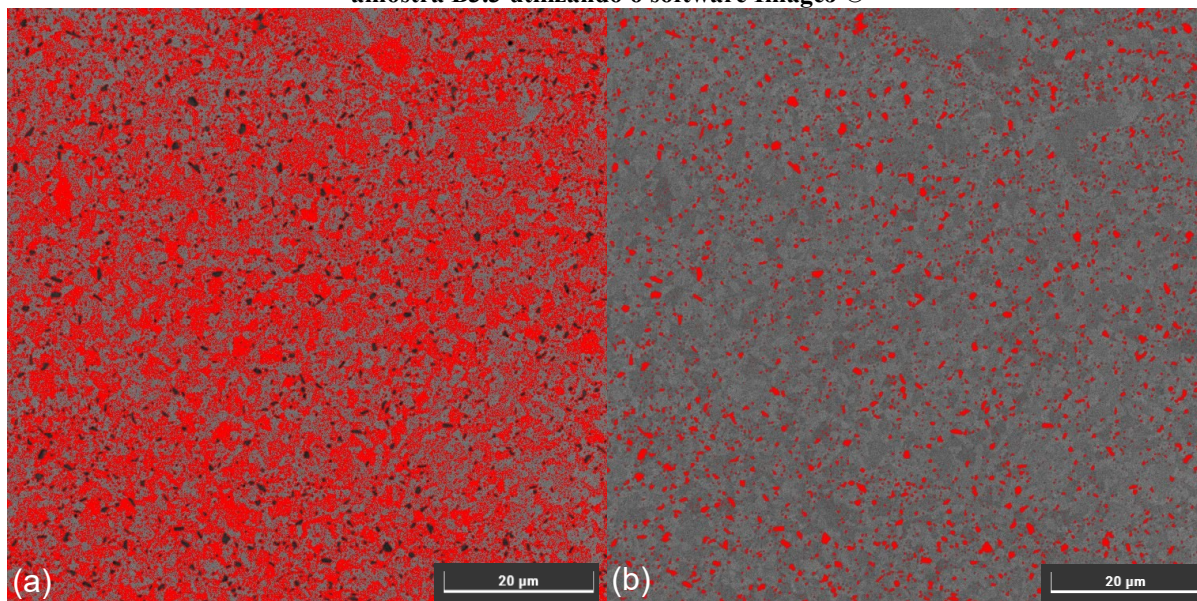
Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 38 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a), σ (b) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (c) para a amostra B3.2 utilizando o software ImageJ[®]



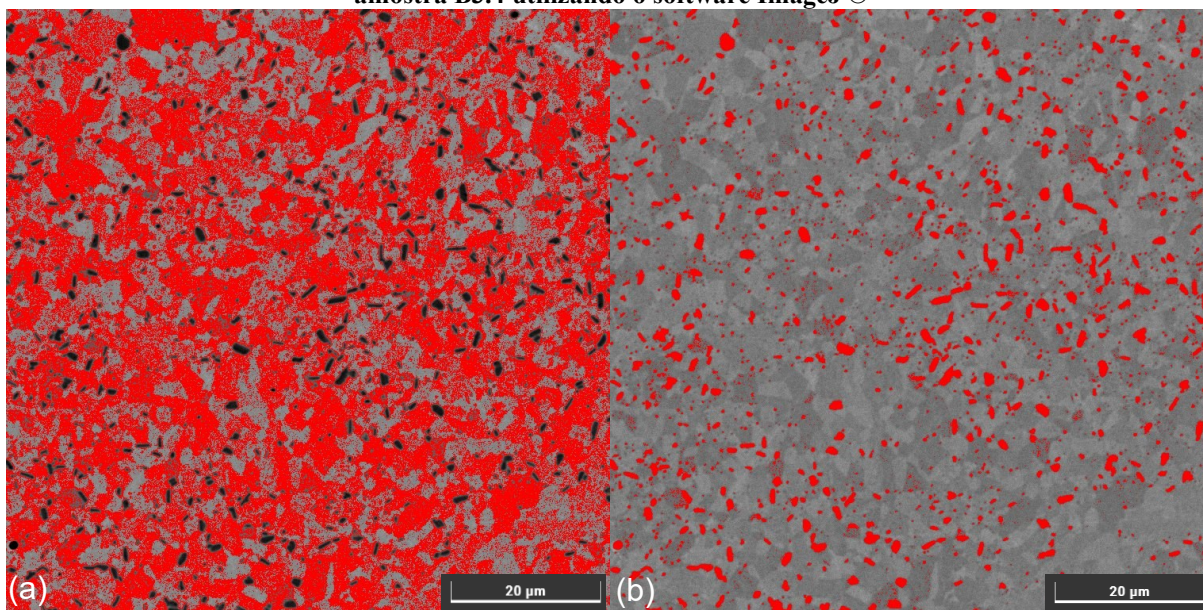
Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 39 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (b) para a amostra B3.3 utilizando o software ImageJ ®



Fonte: Autoria própria (2025)

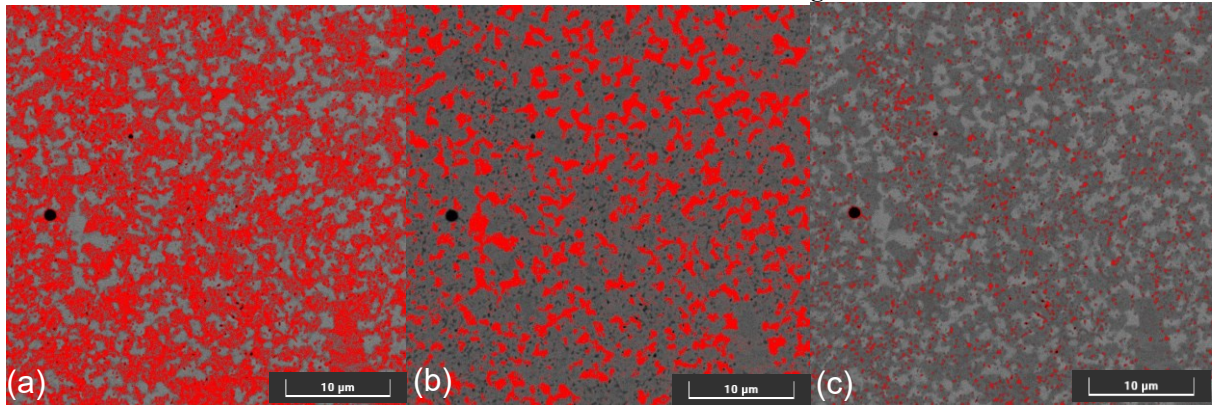
Figura 40 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (b) para a amostra B3.4 utilizando o software ImageJ ®



Fonte: Autoria própria (2025)

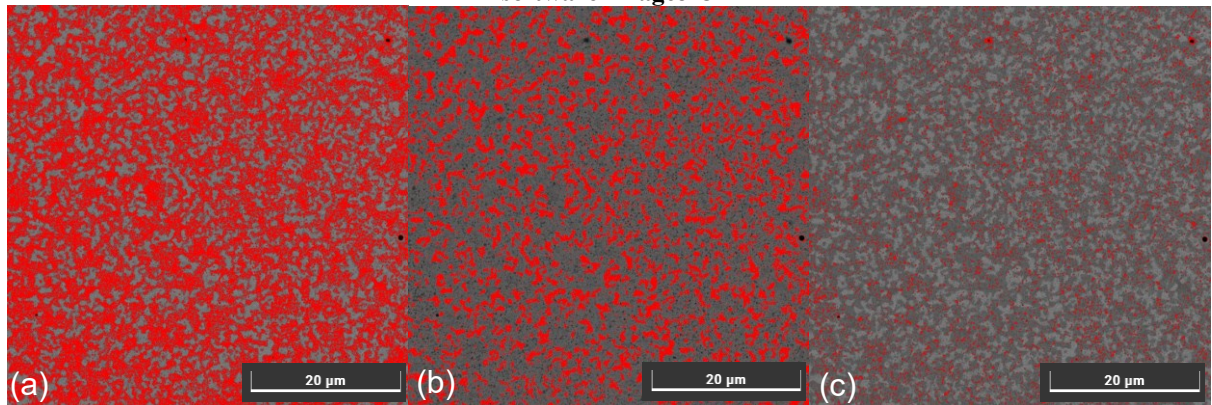
Por fim, as Figuras 41, 42 e 43 mostram a quantificação de fases δ , σ e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N para as amostras B6, com exceção da amostra B6.4 que já foi apresentada anteriormente na Figura 34.

Figura 41 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a), σ (b) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (c) para a amostra B6.1 utilizando o software ImageJ [®]



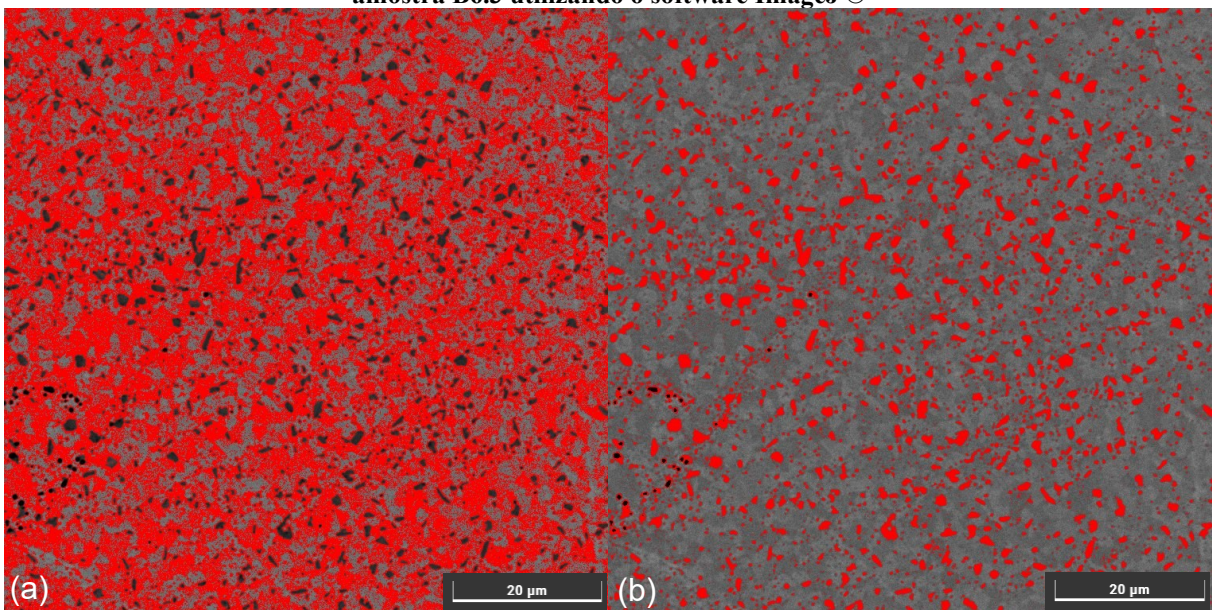
Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 42 - Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e σ (b) para a amostra B6.2 utilizando o software ImageJ [®]



Fonte: Autoria própria (2025)

Figura 43- Determinação da fração volumétrica das fases δ (a) e precipitados Cr_{23}C_6 e Cr_2N (b) para a amostra B6.3 utilizando o software ImageJ [®]



Fonte: Autoria própria (2025)