

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Tese de Doutorado

**Avaliação da transformação martensítica induzida por deformação, e sua
transformação reversa e sua influência nas propriedades mecânicas do aço inoxidável
duplex 2304**

Autor (a): Grazielle Gianini Braga Maria

Orientador: Prof. Dagoberto Brandão Santos

Fevereiro, 2019

Graziele Gianini Braga Maria

Avaliação da transformação martensítica induzida por deformação, e sua transformação reversa e sua influência nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex 2304

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do Grau de Doutora em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte
Universidade Federal de Minas Gerais
Escola de Engenharia
2019

Ficha catalográfica

| | |
|-------|--|
| M332a | <p>Maria, Grazielle Gianini Braga.</p> <p>Avaliação da transformação martensítica induzida por deformação, sua transformação reversa e sua influência nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex 2304 [manuscrito] / Grazielle Gianini Braga Maria. - 2019. 50 f., enc.: il.</p> <p>Orientador: Dagoberto Brandão Santos.</p> <p>Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Bibliografia: f. 42-45.</p> <p>1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia física - Teses. 3. Aço inoxidável - Teses. 4. Aço - Propriedades mecânicas - Teses. 5. Martensita - Teses. I. Santos, Dagoberto Brandão. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.</p> <p>CDU: 669(043)</p> |
|-------|--|

Dedicatória

*Ao meu marido João César, e aos meus pais Carmo e Heloisa, que sempre me
incentivam a seguir meus sonhos.*

Agradecimentos

Agradeço a Deus, por todo o caminho percorrido, por todos os bons momentos, mas agradeço principalmente pelos difíceis, pois através deles pude evoluir.

Ao Prof. Dagoberto, agradeço pela oportunidade, por estar sempre presente durante todo o curso. Grande parte do meu crescimento pessoal e profissional deve-se aos seus ensinamentos, os quais serei sempre muito grata.

A Dani agradeço pela amizade, e por todo o aprendizado e apoio nessa reta final de curso. Nossa parceria foi fundamental para a redação dos artigos.

A Prof. Andreia e ao Stevesson agradeço pelos ensaios realizados. Além das análises, à técnica Patrícia, agradeço por todo o carinho com que sempre me recebeu.

À Carol agradeço à colaboração durante a preparação das amostras, sua participação no trabalho foi essencial.

Aos colegas do LabMet Davi, Iane, Aline agradeço à colaboração no laboratório.

Agradeço aos professores e todos funcionários do PPGEM.

Agradeço aos colegas da pós, Fernanda, Suzanny, Luana, Karina, agradeço por todo o apoio que fizeram esse momento mais leve. À amiga Aline, que esteve do meu lado me escutando e incentivando, e mesmo quando eu tinha dúvidas sempre seguiu acreditando que eu era capaz. Serei sempre grata pela sua amizade.

Aos meus pais agradeço por todo amor e dedicação, e por sempre acreditarem que no meu potencial. Ao meu amado marido, agradeço por todo carinho e amor, por me apoiar em todos os momentos.

Sumário

| | |
|--|------|
| Lista de Figuras..... | vi |
| Lista de notações..... | vii |
| Resumo | viii |
| Abstract..... | ix |
| 1 CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO | 11 |
| 2 CAPÍTULO 2-OBJETIVOS | 13 |
| 2.1 Objetivos gerais..... | 13 |
| 2.2 Objetivos específicos | 13 |
| 3 CAPÍTULO 3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 14 |
| 3.1 Aços Inoxidáveis Duplex | 14 |
| 3.2 Propriedades mecânicas | 15 |
| 3.3 Transformação martensítica | 17 |
| 3.3.1 Transformação martensítica por meio do resfriamento rápido..... | 19 |
| 3.3.2 Transformação martensítica induzida por meio da deformação..... | 20 |
| 3.3.3 Reversão da martensítica induzida por meio da deformação | 23 |
| 3.4 Textura | 25 |
| 3.4.1 Textura da estrutura CFC..... | 28 |
| 3.4.1.1 Textura de deformação da estrutura CFC..... | 28 |
| 3.4.1.2 Textura de recristalização da estrutura CFC | 30 |
| 3.4.2 Textura da estrutura CCC | 31 |
| 3.4.2.1 Textura de deformação da estrutura CCC | 31 |
| 3.4.2.2 Textura de recristalização da estrutura CCC | 32 |
| 4 CAPÍTULO 4 - MATERIAIS E MÉTODOS..... | 34 |
| 4.1 Materiais..... | 34 |

| | | |
|-----|---|----|
| 4.2 | Laminação a frio | 34 |
| 4.3 | Recozimento..... | 35 |
| 4.4 | Caracterização microestrutural..... | 35 |
| 4.5 | Textura | 36 |
| 4.6 | Caracterização mecânica..... | 36 |
| 5 | CAPITULO 5 - Artigo 1 | 38 |
| 6. | CAPITULO 6 - Artigo 2..... | 39 |
| 6 | CAPÍTULO 6 - CONSIDERAÇÕES FINAIS | 40 |
| 7 | CAPÍTULO 7 – PUBLICAÇÕES RELACIONADAS À TESE..... | 41 |
| | Referências Bibliográficas | 42 |

Lista de Figuras

| | |
|--|----|
| Figura 3. 1 - Micrografia de um aço duplex [15]..... | 15 |
| Figura 3. 2 - Influência dos elementos químicos na fração volumétrica das fases (Adaptado e traduzido de [12])..... | 15 |
| Figura 3. 3 - Limite de escoamento e resistência dos aços inox (Adaptado de [7]) | 16 |
| Figura 3. 4 - Transformação martensítica (Adaptado e traduzido de [28]) | 18 |
| Figura 3. 5 - Deformação na rede cristalina proposta por Bain para a transformação da austenita em martensita (Adaptado e traduzido de [23]). | 18 |
| Figura 3. 6. Formação da martensita através do deslizamento de planos (a) e da maclação (b) (Adptado e traduzido de [30]) | 19 |
| Figura 3. 7 - Diagrama tensão X temperatura (Traduzido de [23]) | 21 |
| Figura 3. 8 - Micrografia obtida por meio da MET de um aço duplex após 10% de deformação [15]...... | 21 |
| Figura 3. 9 - IPF de um aço inoxidável autêntico (Adaptado de [45]) | 25 |
| Figura 3. 10 - Exemplo das (a) linhas de Kikuchi observadas no EBSD, e (b) identificação do padrão (c) por meio do espaçamento interplanar (Adaptado e traduzido de [47]) | 28 |
| Figura 3. 11 - Textura de laminação (a) figura de polo e ODF (b) do cobre puro (Adaptado e traduzido de [47])..... | 29 |
| Figura 3. 12 - Posição de α e β no espaço de Euler (Adaptado e traduzido de [47])..... | 29 |
| Figura 3. 13 - Textura de laminação (a) figura de polo e ODF (b) do latão (Adaptado e traduzido de [47])..... | 30 |
| Figura 3. 14 - Textura de recristalização metais CFC laminados a frio,(a) alumínio, (b) cobre puro, (c) latão (Adaptado e traduzido de [47]). | 31 |
| Figura 3. 15 - Textura de laminação do Ti, (a) representação convencional da ODF na seção ϕ_1 , (b) $\phi_2 = 45^\circ$ intensidade da distribuição de α e γ , (c) representação esquemática de $\phi_2 = 45^\circ$ (Adaptado e traduzido de [47]). | 32 |
| Figura 3. 16 - Textura de recristalização exibindo a fibra γ (a) ϕ_1 (b) ϕ_2 (Adaptado e traduzido de [47])..... | 33 |

Lista de notações

- CCC - Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado
- CFC - Estrutura cristalina cúbica de face centrada
- DL - Direção de laminação
- DN - Direção normal à direção de laminação
- AID - Aços inoxidáveis duplex
- DT - Direção transversal a direção de laminação
- δ - Ferrita
- EBSD - Electron backscatter diffraction
- EFE - Energia de falha de empilhamento
- ICSD - Inorganic Crystal Structure Database
- IPF - Inverse pole figure (Figura de polo inverso)
- LE - Limite de escoamento
- LRT - Limite de resistência à tração
- M_d - Maior temperatura na qual a transformação martensítica pode acontecer
- MET - Microscopia eletrônica de transmissão
- MEV - Microscopia eletrônica de varredura por feixe de elétrons
- MO - Microscopia óptica
- M_i - Temperatura de início da transformação martensítica
- M_s^σ - Maior temperatura na qual a transformação martensítica induzida por deformação ocorre.
- ODF - Orientation Distribution Function (Função distribuição de orientações)
- OIM - Orientation Image Microscopy (Microscopia por orientação de imagens)
- TCC - Estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado
- UNS - Unified numbering system (Sistema numeral unificado)
- α' - Martensita induzida por meio da deformação
- γ - Austenita
- γ_2 - Austenita secundária
- ϵ - Martensita hexagonal
- σ_b - Tensão que marca o início da transformação martensítica induzida por deformação
- φ_1, ϕ e φ_2 - Ângulos de Euler

Resumo

O aço inoxidável duplex combina as propriedades mecânicas da ferrita à resistência à corrosão da austenita, sendo muito utilizado em aplicações industriais que requerem um bom desempenho quanto a essas propriedades. Quando o aço duplex é submetido a deformações intensas, a austenita transforma-se parcialmente em martensita, elevando a resistência mecânica do aço. Após o recozimento, essa transformação é revertida, ou seja, a martensita se transforma em austenita, ocasionando um refino de grão do material. O objetivo desse trabalho foi avaliar a transformação martensítica induzida por meio da deformação e sua transformação reversa no aço inoxidável duplex 2304, bem como seu efeito nas propriedades mecânicas. O aço foi submetido a laminação a frio, com duas rotas de deformação, 4% a 22% e 60%. As amostras com 60% de redução foram recozidas na faixa de 600°C a 900°C por 1800 s. Para a análise microestrutural foram utilizados a microscopia eletrônica de transmissão, difração de raios-X e difração de elétrons retroespalhados. Para caracterização mecânica foi realizado o ensaio de tração. A técnica de difração de elétrons retroespalhados também foi utilizada para avaliar a evolução da textura. Para deformações até 22% foi notada a presença da martensita ϵ e α' , para 60% de redução somente α' pode ser observada. A relação de orientação Shoji–Nishiyama $\langle 110 \rangle \gamma // \langle 2110 \rangle$ foi encontrada. As relações de orientação entre a martensita α' e a austenita foram a Kurdjumov-Sachs $(111)\gamma // (110)\alpha$ $[110]\gamma // [111]$ e Nishiyama–Wassermann $(111)\gamma // (110)\alpha$ $[110]\gamma // [001]\alpha$. A martensita colaborou com o aumento da tensão de escoamento e a redução do alongamento total. A reversão da martensita apresentou características de cisalhamento e difusão.

Palavras chave: Aço inoxidável duplex, martensita induzida por deformação, reversão da martensita.

Abstract

Duplex stainless steel combines the mechanical properties of ferrite with the corrosion resistance of austenite and is widely used in industrial applications that require a good performance in these properties. When the duplex steel is subjected to intense deformation the austenite is partially transformed into martensite, increasing the mechanical strength of the steel. Already when the annealing is done, this transformation is reversed, that is, the martensite becomes austenite, causing a grain refining of the material. The objective of this work is to evaluate the martensitic transformation induced by the deformation and its reverse transformation in duplex stainless steel 2304 as well as its effect on the mechanical properties of the selected steel. The steel was subjected to cold rolling, with two deformation routes, 4% to 22% and 60%. Samples with 60% reduction were annealed in the range of 600 °C to 900 °C for 1800 s. For the microstructural analysis, transmission electron microscopy, X-ray diffraction and backscatter diffraction were used. For the mechanical characterization, the tensile test was performed. The diffraction technique by backscattered electrons was also used to evaluate the texture evolution. For deformations up to 22% the presence of ϵ and α' martensite was noted, for 60% reduction only α' can be observed. The Shoji-Nishiyama orientation ratio $\langle 110 \rangle \gamma // \langle 2110 \rangle$ was found. The orientation relationships between α -martensite and austenite were Kurdjumov-Sachs $(111) \gamma // (110) \alpha$ $[110] \gamma // [111]$ and Nishiyama-Wassermann $(111) \gamma // (110) \alpha$ $[110] \gamma // [001] \alpha$. The martensite contributed to the increase of the yield stress and reduction of the total elongation. The reverse martensitic transformation presented characteristics of shear and diffusion reversion.

Keys words: Duplex stainless steel, strain induced martensite, strain induced martensite reverse transformation

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis foram desenvolvidos no início do século XX com o objetivo de resistir à corrosão. O consumo mundial desses aços aumenta cerca de 6% ao ano desde meados do século XX. Com o rápido aumento do número de aplicações fez - se necessário do conhecimento das propriedades de cada uma das classes de aços inoxidáveis [1,2].

O Cr é o principal elemento que confere resistência a corrosão nos aços inoxidáveis. Outros elementos, como o Mo, Ni, N, também podem ser adicionados para a estabilização das fases e, com isso, uma melhor combinação entre resistência à corrosão e a resistência mecânica da liga. Os aços inoxidáveis podem ser divididos em ferríticos, austeníticos, martensíticos, endurecidos por precipitação e os aços duplex, que são alvo deste estudo [3].

Os aços inoxidáveis duplex possuem estrutura bifásica composta por ferrita e austenita. Suas propriedades são intermediárias a essas duas fases, o que os tornam ideais para aplicações em que são necessárias boas resistências mecânica e corrosiva.

Recentemente, a utilização dos aços duplex vem ganhando popularidade. Essa tendência pode ser comprovada pelo aumento da produção do aço UNS 31803, que era de 40000t em 2000, para 80000t em 2004. Essa classe de aços é frequentemente utilizada em bombas e válvulas e em uma série de componentes cujas aplicações são de extrema responsabilidade [4,5].

Durante a deformação, a transformação martensítica induzida por meio da deformação pode ser observada nesses aços. Esse efeito possibilita o aumento da resistência mecânica do material sem que ocorra grande queda na ductilidade. Essa transformação possui grande importância tecnológica, uma vez que um recozimento posterior à etapa de deformação leva ao refino do grão. A laminação a frio, a tração, a fadiga de baixo ciclo são alguns dos tipos de deformação que podem propiciar a transformação martensítica induzida por deformação nos aços duplex.

A transformação martensítica e a transformação reversa da martensita já foram extensamente estudadas nos aços inoxidáveis austeníticos, já nos aços inoxidáveis duplex o mesmo não acontece. Existem alguns trabalhos sobre o assunto que envolvem essas transformações, porém o conhecimento sobre o tema ainda não está consolidado. A literatura que trata da reversão da martensita para austenita nos aços duplex é ainda mais escassa, ou seja, uma área de pesquisa promissora.

Em virtude da importância tecnológica da transformação martensítica induzida por deformação, bem como a transformação reversa no aço duplex, e ainda a limitada quantidade de trabalhos sobre o tema, optou -se por estudar essas transformações e seus efeitos nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex tipo 2304.

CAPÍTULO 2-OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

- Avaliar a transformação martensítica induzida por deformação, a transformação martensítica reversa e sua influência nas propriedades mecânicas do aço inoxidável duplex 2304.

2.2 Objetivos específicos

- Elucidar o desenvolvimento dos processos da formação da martensita induzida por deformação, para baixas deformações (4% a 22%).
- Formação de martensita ϵ em baixa deformação.
- Elucidar o desenvolvimento dos processos de formação da martensita induzida por deformação, com 60% de deformação, e sua reversão dentro da faixa de 600-900°C para um encharque de 1800 s.
- Evolução da textura após a reversão da martensita.
- Efeito da transformação martensítica induzida por deformação e sua reversão nas propriedades mecânicas do aço.

CAPÍTULO 3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços Inoxidáveis Duplex

Aços inoxidáveis duplex (AID) são ligas austeno-ferríticas desenvolvidas a partir do sistema Fe - Cr - Ni. A proporção entre as fases, em geral, é de 50% podendo variar de 30% a 70% de ferrita [2,6,7].

Os aços duplex já existem desde a década de 30, porém o grande avanço em seu desenvolvimento deu - se por volta dos anos 70. Três fatores impulsionaram a evolução dos AID: o elevado preço do níquel que ocasionou em um aumento no valor dos aços austeníticos, a demanda por aços que suportassem ambientes agressivos, como plataformas offshore, e o aperfeiçoamento das técnicas de produção do aço [4,8,9].

De acordo com a composição química os duplex podem ser classificados em três grupos: lean duplex, duplex e superduplex. O lean apresenta menor quantidade de elementos de liga, em geral o teor de molibdênio é inexistente ou fica em torno de 0,1% e 0,6%. O grupo duplex, de média liga, contém os aços mais utilizados dessa classe de aços inox, exibem maiores teores dos elementos, com o teor de Mo na faixa de 1% a 4%. Já os superduplex, são de alta liga e muito resistentes à corrosão [2,9,10].

Ligas AID de baixo carbono se solidificam em uma microestrutura ferrítica, sendo a austenita nucleada no estado sólido a partir de 1200°C. A transformação da ferrita em austenita ocorre de forma semelhante à ferrita proeutetóide em um aço hipoeutóide, tendo sua origem nos contornos de grãos. A morfologia é lamelar, conforme pode ser visualizado na Figura 3.1, em razão da menor energia interfacial δ/γ entre as fases [7,9,11,12].

Esses aços são processados através da laminação ou forjamento a quente, seguido da laminação a frio e um recozimento para recristalização, com o propósito de equilibrar a proporção entre as fases assim como as suas propriedades mecânicas [13,14].

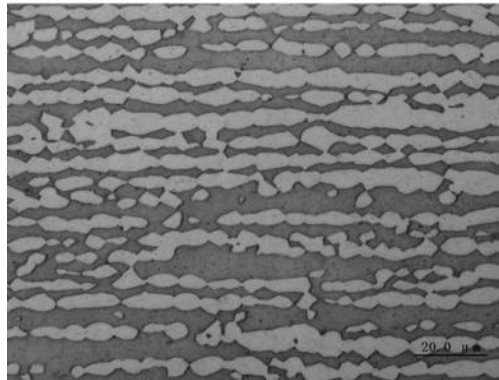


Figura 3. 1 - Micrografia de um aço duplex [15].

A composição química também afeta a fração entre as fases, como pode ser observado na Figura 3.2. A redução no teor de Ni, Mn e N, bem com a elevação no teor de Cr e Mo, leva à diminuição da porção de austenita, consequentemente ao aumento da quantidade de ferrita. A temperatura na qual 50% das fases são obtidas também é influenciada pela composição química, o que possibilita a uniformização da microestrutura a uma menor temperatura [2,7,12].

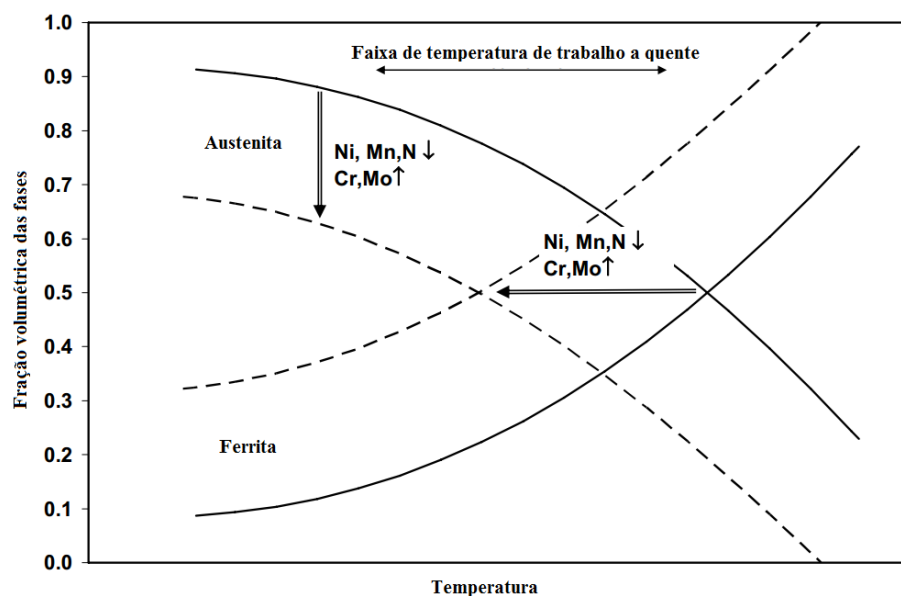


Figura 3. 2 - Influência dos elementos químicos na fração volumétrica das fases (Adaptado e traduzido de [12])

3.2 Propriedades mecânicas

Além de afetarem a fração volumétrica de cada fase, os elementos químicos também

influenciam as propriedades mecânicas e corrosivas do aço. O Cr forma uma camada de óxidos hidratados que atua como uma barreira à corrosão, também chamada de camada passiva. Já o Mo atua promovendo a estabilização da camada passiva bem como o aumento da resistência à corrosão por pite [16,17]. O Ni tem como principal função estabilizar a fase austenítica, tendo o seu teor atrelado ao teor de Cr para que as frações entre as fases não se alterem, assim como as propriedades do aço [7]. A adição do nitrogênio possui dois objetivos principais: aumentar a estabilidade das fases em altas temperaturas, o que impede a formação de nitretos e austenita secundária (γ_2) na soldagem, e melhorar a resistência a corrosão por pite [12,18,19,20].

Quando comparados aos aços ferríticos e austeníticos, os AID exibem melhores propriedades mecânicas e corrosivas, sendo utilizados nas indústrias petroquímica, química, óleo e gás, papel e celulose, naval e nuclear, as quais requerem boa combinação das propriedades mecânicas e corrosivas [5,9,21,22].

A Figura 3.3 exibe um gráfico dos limites de resistência (LRT) e de escoamento (LE) de alguns aços inoxidáveis. De maneira geral os aços duplex apresentam maior LRT e LE, o que indica uma melhor resistência mecânica em relação aos outros aços inox [7].

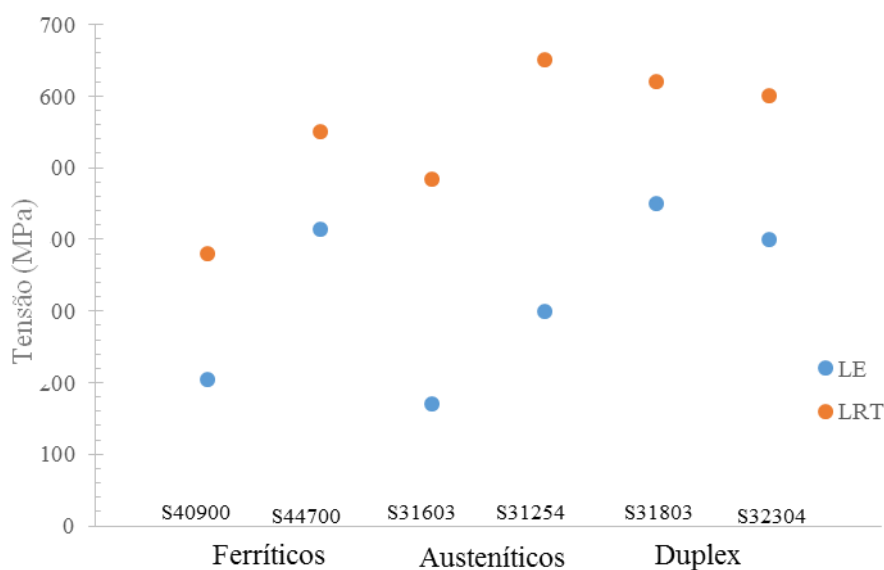


Figura 3. 3 - Limite de escoamento e resistência dos aços inox (Adaptado de [7]).

Essa resistência mecânica elevada deve-se à ação conjunta dos seguintes mecanismos, endurecimento por solução sólida substitucional (Cr, Ni, Mo) e intersticial (C, N), de refino de grão em razão da presença de duas fases e da possibilidade de formação martensítica induzida por deformação [7,22]. A dureza do aço duplex está compreendida entre 28 e 34 HRc, dependente do tipo de liga e de seu processamento mecânico. O comportamento mecânico dos aços duplex possibilita, em determinadas aplicações, a redução da espessura sem prejudicar o seu desempenho, otimizando os custos de material [12].

3.3 Transformação martensítica

O termo “martensita” foi utilizado originalmente para descrever um microconstituente duro encontrado em aços temperados. Além dos aços, outros materiais apresentam esse tipo de transformação, conhecida como transformação martensítica ou displaciva [28].

A transformação martensítica pode ser definida como adifusional e pode ocorrer através da têmpera e da deformação. A martensita originada no tratamento térmico é tetragonal de corpo centrado, já a martensita característica da deformação é α' , cúbica de corpo centrado, e a martensita ϵ , hexagonal compacta. Além da cristalografia, a morfologia é uma das diferenças entre a martensita formada durante o resfriamento e a deformação [29,30,31].

A transformação martensítica ocorre por cisalhamento através do movimento coordenado e cooperativo dos átomos, conforme esquema exibido na Figura 3.4. A nucleação é heterogênea e ocorre de forma preferencial nos contornos de grão e defeitos. A velocidade de crescimento da martensita é extremamente rápida, próxima à velocidade do som nos metais [32]. Planos invariantes constituem sua interface, sendo chamado de plano de hábito, o qual conserva seu módulo e orientação durante a transformação.

Os cristais A e B exibem a mesma estrutura, Figura 3.4, no entanto a orientação cristalográfica e sua relação de orientação, são diferentes, sendo chamada variante da martensita [28]. Um dos principais aspectos da transformação martensítica é a formação

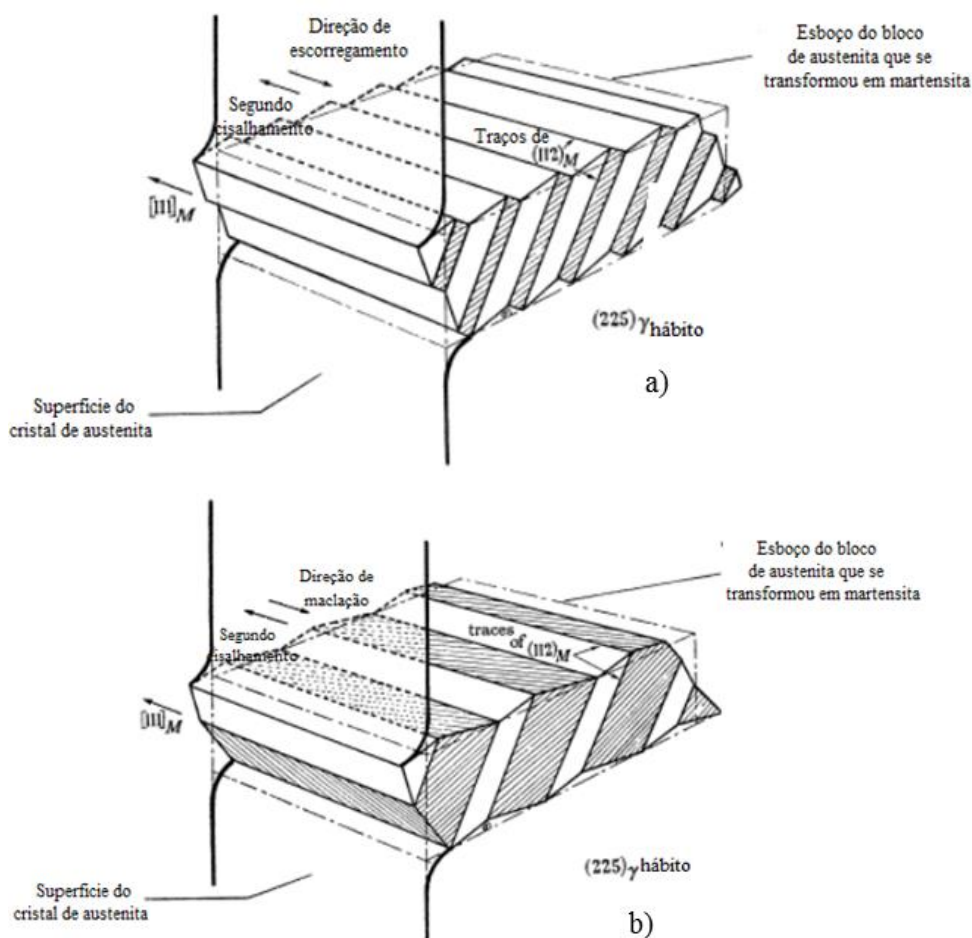


Figura 3. 6. Formação da martensita através do deslizamento de planos (a) e da maclação (b) (Adptado e traduzido de [30]).

Pode-se observar na Figura 3.6 que martensita formada dá origem a um relevo, e conforme mencionado, o plano de hábito é mantido por meio da acomodação produzida pelo escorregamento, Figura 3.6a, e pela maclação, Figura 3.6b. Macroscopicamente uma interface plana é obtida com descontinuidades em escala microscópica [34].

3.3.1 Transformação martensítica por meio do resfriamento rápido

Na têmpera, a transformação da austenita em martensita tem seu início na temperatura M_s , sendo completada quando a temperatura atinge M_f [35]. O produto dessa reação é conhecido como martensita atérmica, uma vez que não é dependente do tempo e sim da variação de temperatura. M_s está relacionada a composição química da liga, sendo maior à medida que a quantidade de elementos em solução sólida aumenta [35]. Para os aços

inoxidáveis Eichelman and Hull desenvolveram a seguinte equação para o cálculo de M_s em graus Fahrenheit (Eq. 1) [1].

$$M_s(^{\circ}\text{F}) = 75(14,6 - \text{Cr}) + 110(8,9 - \text{Ni}) + 60(1,33 - \text{Mn}) + 50(0,47 - \text{Si}) + 3000[0,068 - (\text{C} + \text{N})] \quad (1)$$

A Equação (1) relaciona, de forma proporcional, a concentração dos elementos químicos ao efeito produzido por cada elemento químico. Pode-se observar que os elementos de liga substitucionais, Cr e Ni, tem um efeito moderado em M_i quando comparados ao efeito produzido pelo carbono e nitrogênio. Vários aços inox austeníticos apresentam M_i próximo da temperatura do nitrogênio líquido, o que pode ser alterado, favorecendo a transformação martensítica. A precipitação do carboneto $M_{23}C_6$ no contorno de grãos austenítico leva a um empobrecimento de cromo e carbono na matriz, o que eleva M_i de forma local, possibilitando a formação da martensita atérmica [1].

3.3.2 Transformação martensítica induzida por meio da deformação

A martensita pode ser formada acima de M_s , mas para que isso ocorra é necessário a aplicação de uma força motriz externa, para auxiliar a força motriz química. Essa força motriz externa é aplicada por meio da tensão, ou induzida pela deformação. O diagrama tensão X temperatura, apresentado na Figura 3.7, exhibe a tensão crítica para iniciar a transformação martensítica em função da temperatura [16].

O aumento da temperatura leva a uma redução da força motriz química, logo para que a transformação ocorra a força externa deve aumentar proporcionalmente. A transformação assistida pela tensão ocorre quando a tensão aplicada é menor do que a tensão de escoamento. A maior temperatura na qual essa transformação ocorre é a M_s^{σ} . A martensita induzida pela tensão apresenta morfologia em agulhas, e sua nucleação ocorre de forma semelhante à martensita formada na têmpera [28].

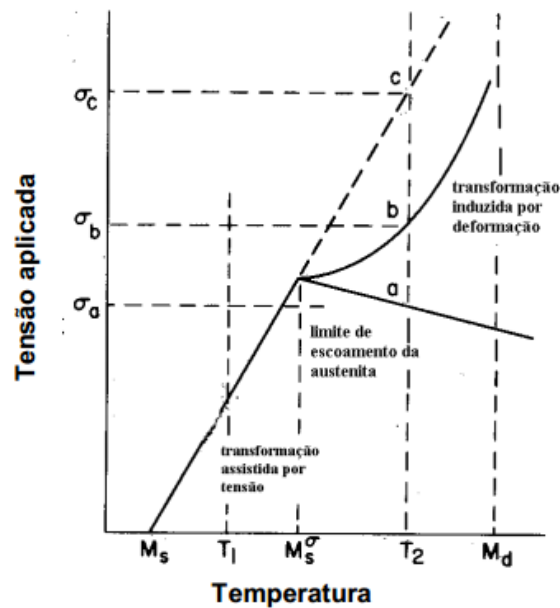


Figura 3. 7. Diagrama tensão X temperatura (Traduzido de [23]).

O regime plástico é atingido quando a temperatura se torna maior do que M_s' sendo encruado até σ_b . Em tensões maiores do que σ_b , a transformação martensítica induzida por meio da deformação tem início [28]. Já M_d é a maior temperatura na qual a α' pode acontecer.

A martensita formada durante a deformação é extremamente fina, e sua morfologia é em forma de ripas como pode ser observado na Figura 3.8. Com deformação significativa, a martensita de ripa original é transformada em martensita de tipo célula de deslocação. A taxa, a quantidade e a direção de deformação, a estabilidade da austenita, a temperatura de trabalho são fatores que determinam a quantidade de martensita formada durante a deformação.



Figura 3. 8 - Micrografia obtida por meio do MET de um aço duplex após 10% de deformação [15].

A estabilidade da austenita está relacionada com a quantidade de elementos de liga que estão em solução sólida e com os mecanismos de deformação que envolvem a energia de falha de empilhamento (EFE). Por sua vez a EFE é determinada pela composição química da fase a uma dada temperatura. A austenita dos aços inox duplex tradicionais é mais estável do que a austenita dos aços inox lean duplex, por essa razão α' é formada com maior facilidade nos AID lean [31,36,37]. A EFE nos AID pode ser calculada conforme as Equações 2 e 3 [3,33,34,35].

$$\text{EFE (mJ/m}^2\text{)} = - 53 + 6,2 (\% \text{Ni}) + 0,7 (\% \text{Cr}) + 3,2(\% \text{Mn}) + 9,3 (\% \text{Mo}) \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \text{EFE (mJ/m}^2\text{)} = & \gamma_{EFE}^0 + 1.59(\omega_{Ni} + \omega_{Cu}) - 1.34\omega_{Mn} + 0.06(\omega_{Mn})^2 - 1.75\omega_{Cr} + \\ & 0.01(\omega_{Cr})^2 + 15.21\omega_{Mo} - 5.59\omega_{Si} - 60.69(\omega_C + 1,2\omega_N)^{\frac{1}{2}} + 26.27(\omega_C + \\ & 1.2\omega_N)(\omega_{Cr} + \omega_{Mn} + \omega_{Mo})^{\frac{1}{2}} + 0,61[\omega_{Ni}(\omega_{Cr} + \omega_{Mn})]^2 \end{aligned} \quad (3)$$

A redução da energia de falha de empilhamento (EFE) torna o aço mais suscetível à transformação martensítica induzida por deformação [40]. Os aços inox duplex apresentam menor EFE que os aços inox austeníticos, porém a α' formada nos aços duplex apresenta menor metaestabilidade quando comparada à martensita α' dos aços austeníticos [41].

Estudos relataram que a fração de α' aumenta, conforme a quantidade de deformação, por meio da laminação a frio, é elevada. Tavares et al. [41] mostraram que, após uma redução de espessura de 86%, a fração de α' foi cerca de 43%. Correspondentemente, Breda et al. [26] demonstraram que quase toda a γ se transforma em α' após uma redução de 85% na espessura do 2304. A presença de α' foi observada para uma redução de mais de 15%, na laminação a frio, e a cinética de transformação seguiu uma curva exponencial.

O mecanismo da α' envolve a formação de sítios de deformação, assim como intercessões entre bandas de cisalhamento, que são sítios preferencialmente ativos. Quando a EFE é baixa o suficiente as deslocações $\{111\}\langle 110\rangle$ se dissociam formando deslocações parciais $\{111\}\langle 112\rangle$ e uma falha de empilhamento entre elas. As bandas de deformação são originadas do acúmulo de defeitos planares e sobreposição das falhas de

empilhamento no plano $\{111\}$ da austenita durante a deformação. A martensita ϵ , maclas mecânicas, ou falhas de empilhamento mais densas, também podem dar a origem a bandas de deformação [3,42].

Essas interseções promovidas pela baixa EFE atuam como embriões para a α' , que pode ser formada por meio de duas vias. A primeira envolve um estágio intermediário, que ocorre em pequenas quantidades de deformação, a martensita hexagonal ϵ , Equação 4. A segunda via α' é formada diretamente a partir da austenita, Equação 5 [3,15,31,40,42].



3.3.3 Reversão da martensítica induzida por meio da deformação

A reversão da transformação martensítica induzida por deformação ocorre em temperaturas bem abaixo da temperatura de recristalização austenítica. Essa reversão ocorre de maneira parcial uma vez que para a reversão total a temperatura de trabalho se confundiria com a temperatura de recristalização da austenita.

Quando os aços austeníticos são submetidos ao recozimento por um tempo de 1 h, a martensita ϵ permanece estável até 200°C, enquanto α' tem sua estabilidade mantida até 400°C. Já as bandas de deformação permanecem em regiões não recristalizadas até 800°C. De maneira geral pode-se dizer que toda martensita é revertida em austenita em temperaturas próximas a 750°C [43].

Tavares [41] investigou a reversão da martensita no aço duplex UNS 31803 e verificou que seu início ocorre entre 500°C e 520°C. Um aumento da temperatura de recozimento aumenta a taxa de reversão, logo em temperaturas mais altas o tempo para reversão é menor [44].

A reversão pode ocorrer por meio do cisalhamento ou por mecanismos controlados pela difusão. A composição química desempenha um papel importante na determinação do mecanismo de reversão. Para uma baixa razão entre os elementos Ni e Cr a reversão ocorre através de mecanismos não difusionais, e para altas razões de Ni e Cr (0,625), difusionais [45].

Aços em que a SIMRT ocorre por cisalhamento, mesmo após a completa reversão, permanecem com uma grande quantidade de deslocações [46]. Durante sucessivos recozimentos, o refino do grão é obtido por meio da recristalização reversa da austenita. Uma combinação de um elevado limite de escoamento, 1000 MPa, e um alongamento de 30%, podem ser obtidos através de uma otimização entre a quantidade de deformação e a temperatura de recozimento para promover a reversão da fase. Já a reversão difusional ocorre por meio da nucleação e crescimento do grão austenítico no contorno da ripa de martensita [45,47].

O mecanismo difusional é caracterizado por uma ampla faixa de temperatura de recozimento, formação de uma austenita equiaxial livre de defeitos, uma ampla faixa de distribuição de tamanho de grão, e a possibilidade de precipitação de fases secundárias [47,48].

Na Figura 3.9 é apresentado um mapa IPF, figura de polo inverso, obtida por meio do EBSD, para um aço inoxidável austenítico. Podem ser observadas na Figura 3.9 regiões, identificadas por “Diff. Rev.”, contendo grãos equiaxiais e de orientação randômica, característicos da reversão martensítica por difusão [49].

O mecanismo governado pelo cisalhamento tem como característica principal a elevada taxa de reversão da martensita. Regiões de baixa indexação observadas na Figura 3.10 na qual grãos ultrafinos dificilmente podem ser visualizados, sendo possível a identificação de apenas alguns contornos de grão, são regiões características da reversão martensíticas por cisalhamento. Essas regiões são identificadas na Figura 3.9 por “*Shear Rev.*” [49].

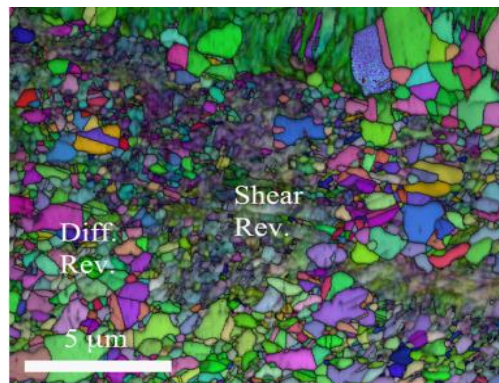


Figura 3. 9 - IPF de um aço inoxidável austenítico (Adaptado de [45]).

3.4 Textura

A orientação cristalográfica está relacionada à maneira como os planos atômicos estão posicionados no cristal, i.e. em relação a um referencial. Essas características são aplicáveis a todos os materiais que apresentam estrutura cristalina, como minerais, cerâmicos, semicondutores, supercondutores e metais. A maioria desses materiais são policristalinos, sendo formados por grãos que podem apresentar diferentes orientações [64,65].

A orientação dos grãos é obtida durante o processamento do material e raramente apresenta uma distribuição randômica. Em geral, os materiais apresentam uma orientação preferencial característica da cristalização na solidificação e dos processamentos termomecânicos. Essa tendência é conhecida como orientação preferencial ou textura [64,65].

O módulo de Young, coeficiente de Poisson, resistência mecânica, tenacidade, ductilidade, condutividade elétrica e permeabilidade magnética são algumas das propriedades influenciadas pela textura. De 20% a 50% do valor em módulo das propriedades deve-se à orientação preferencial. Esse efeito da textura é explorado no desenvolvimento das ligas para obtenção de características específicas [65].

O método mais tradicional para avaliar a textura é a difração de raios-X, utilizando um goniômetro de textura. Essa técnica mede a intensidade de difração de uma família

particular de planos $\{111\}$, $\{0001\}$. A difração possibilita a obtenção da macrotextura do material, para avaliar a orientação grão a grão (microtextura), bem como sua localização é necessária a utilização de outra técnica [66,67].

Através da microtextura pode-se obter informações valiosas, tais como: o efeito da variação de orientação nas propriedades, diferença de orientação entre grãos vizinhos, distribuição da geometria do contorno de grão (mesotextura), morfologia e características geométricas dos grãos, avaliar a distribuição local dos grãos, relação de orientação entre as fases, e a tradicional ODF (*Orientation Distribution Function*), que apresenta um mapa de distribuição de orientações dos grãos [64,65].

A principal técnica para determinação da microtextura é a difração de elétrons retroespalhados (EBSD – *electron backscatter diffraction*). A técnica EBSD possibilita análise de dados cristalográficos e de imagem com uma resolução menor do que 100 nm [6,64,65].

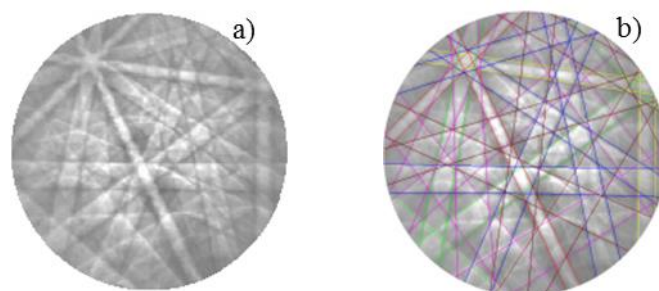
A preparação do material é similar à preparação metalográfica, sendo o polimento final realizado com sílica coloidal. A amostra a ser avaliada por meio do EBSD é posicionada na câmara do microscópio eletrônico, com inclinação de 70° a 80° em relação ao feixe de elétrons [21,65].

O resultado obtido é um padrão de difração, conhecido por padrão de Kikuchi, no qual a microtextura é construída a partir de dados brutos. O padrão é formado por um par de linhas paralelas, linhas de Kikuchi, observadas quando o feixe de elétrons é difratado pelo material. A distância entre essas linhas paralelas é proporcional à distância interplanar e corresponde a um plano cristalográfico. Essas projeções das relações angulares no cristal são indexadas através da identificação dos índices cristalográficos dos polos, e sua posição relativa de acordo com um referencial. A Figura 3.10a exibe um exemplo das linhas Kikuchi observadas durante a execução do exame, destacando a identificação do padrão por meio das distâncias interplanares, d , (Figura 3.10 b e c) [21,65,66].

Um dos softwares utilizados para analisar os dados fornecidos pelo EBSD é o OIM (*Orientation Image Microscopy*). Esse software proporciona várias ferramentas que são capazes de caracterizar a amostra no âmbito cristalográfico. Para análise de textura a ODF e o IPF são as funções mais utilizadas [21,65].

A IPF é uma projeção estereográfica que exhibe distribuições normais de um plano com relação a um referencial. Na figura de polo estão definidos planos bem como direções que estão paralelas à direção de laminação em função de um polo. A IPF é uma boa forma de caracterizar os padrões angulares de uma amostra, uma vez que esses padrões são invariáveis. A IPF pode ser representada por um mapa, no qual as cores estão relacionadas à uma determinada orientação [65,66].

A ODF é uma função que representa a densidade de probabilidade de se encontrar um grão com uma determinada orientação dado uma distância angular. A orientação é definida com base nos ângulos de Euler φ_1 ϕ φ_2 , os quais representam rotações consecutivas nos eixos x, y, z de uma célula unitária de forma que se tornem coincidentes com a direção de laminação, DL, direção transversal à direção de laminação, DT, e direção normal à direção de laminação, DN [64,67]. A ODF é calculada através das figuras de polo, podendo ser representada em um mapa por cores diferentes.



c)

| Cor | (hkl) | d |
|-----|-------|------|
| — | 111 | 2.31 |
| — | 200 | 2.00 |
| — | 220 | 1.41 |
| — | 311 | 1.21 |
| — | 331 | 0.92 |
| — | 042 | 0.89 |

Figura 3. 10 - Exemplo das (a) linhas de Kikuchi observadas no EBSD, e (b) identificação do padrão (c) por meio do espaçamento interplanar (Adaptado e traduzido de [47]).

A textura é convencionalmente expressa na seguinte configuração $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, na qual a família $\{hkl\}$ está relacionada aos planos que estão paralelos a superfície do material e $\langle uvw \rangle$, à direção paralela a direção de laminação [21,64,68].

3.4.1 Textura da estrutura CFC

3.4.1.1 Textura de deformação da estrutura CFC

As texturas de laminação podem ser divididas em texturas de metais puros, cobre, níquel e alumínio, e texturas de ligas, tipicamente observadas no latão e aços austeníticos. A textura exibida pelos materiais CFC é fortemente dependente da EFE, que afeta os mecanismos de deformação. Materiais de média a alta EFE não exibem a maclação, sendo o escorregamento de planos atômicos o mecanismo responsável pela deformação. Uma baixa EFE habilita o material ao mecanismo de maclação, o que leva a formação massiva de bandas de cisalhamento, o que altera a textura de deformação [64,65,69].

A Figura 3.11 exibe uma figura de polo e um conjunto de ODF de um material com uma textura de laminação do cobre. A textura do cobre puro é usualmente descrita em função de três componentes, o cobre $\{112\}\langle 111 \rangle$, S $\{123\}\langle 634 \rangle$, e o latão $\{011\}\langle 211 \rangle$ [65,67,68,70,71,72]. A textura também pode ser descrita em termos de um espalhamento em torno das orientações Cu, S, Latão (Bs), ou em uma orientação tubo. A orientação tubo é retratada em termos de uma fibra central. Nos metais CFC as fibras mais importantes são a α e a β [69].

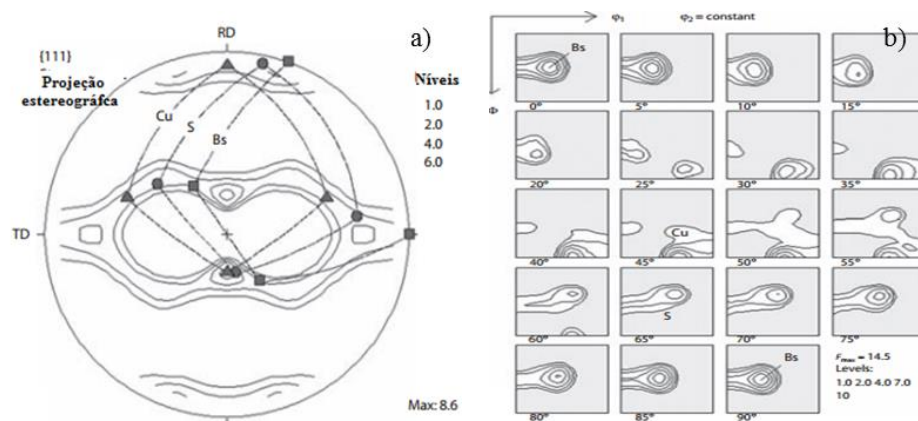


Figura 3. 11 - Textura de laminação (a) figura de polo e ODF (b) do cobre puro (Adaptado e traduzido de [47])

Em baixas deformações a fibra α com $\{011\}/RD$ está presente, indo da orientação Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ a Bs de orientação $\{011\}\langle 211\rangle$. Em elevadas deformações a fibra β prevalece, partindo da orientação Cu $\{112\}\langle 111\rangle$ através da orientação S $\{123\}\langle 634\rangle$ até orientação Br $\{011\}\langle 211\rangle$ onde se encontra com a fibra α (Fig. 3.12) [13,65,67,73].

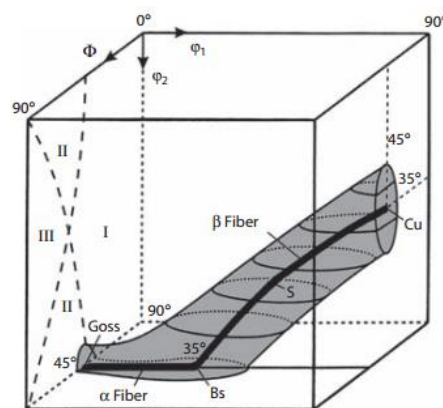


Figura 3. 12 - Posição de α e β no espaço de Euler (Adaptado e traduzido de [47])

A textura de laminação de uma liga CFC, latão, é apresentada na Figura 3.13. Pode-se observar que a orientação mais pronunciada é a Bs $\{011\}\langle 211\rangle$. Quanto maior o teor de zinco no cobre, mais a orientação se intensifica, em detrimento da orientação Cu e S. Esse comportamento é explicado pela redução da energia de falha de empilhamento. A presença de precipitados, o tamanho de grão inicial, a textura inicial e a textura de

deformação são alguns parâmetros que podem influenciar a textura e também sua intensidade [13,65].

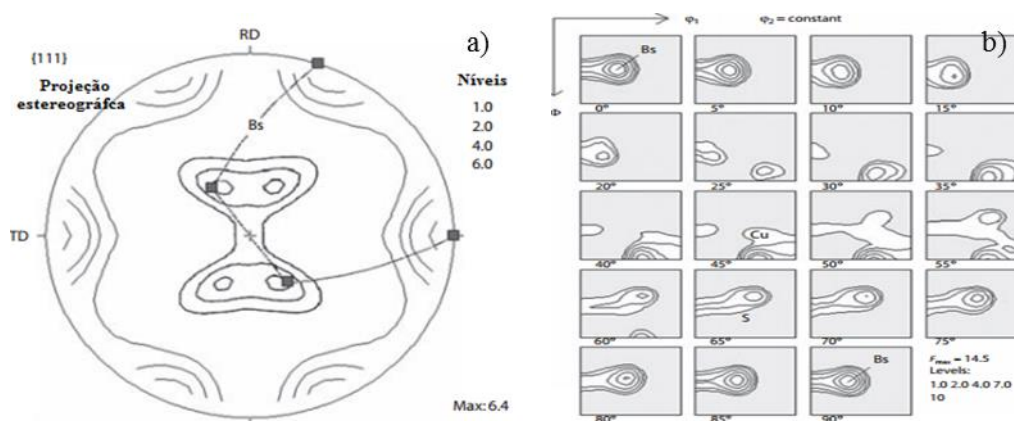


Figura 3. 13 - Textura de laminação (a) figura de polo e ODF (b) do latão (Adaptado e traduzido de [47]).

3.4.1.2 Textura de recristalização da estrutura CFC

O processo de recristalização é acompanhado da nucleação e crescimento de novos grãos não deformados. Esse processo ocorre através da formação e movimentação de contornos de grãos de alto ângulo. A recristalização leva a alterações na orientação cristalográfica e consequentemente na textura do metal [64,65].

Materiais com alta EFE, Al, Ni, Cu, tipicamente apresentam como textura de recristalização a componente cubo $\{001\}\langle 100\rangle$, apresentado na Figura 3.14a e 3.14b. O aumento dos elementos de liga leva a um aumento da EFE, o que favorece a formação das maclas de recozimento. Geralmente as texturas Goss, U $\{258\}\langle 121\rangle$, P $\{011\}\langle 122\rangle$ são observadas em menores intensidades [39,65,69].

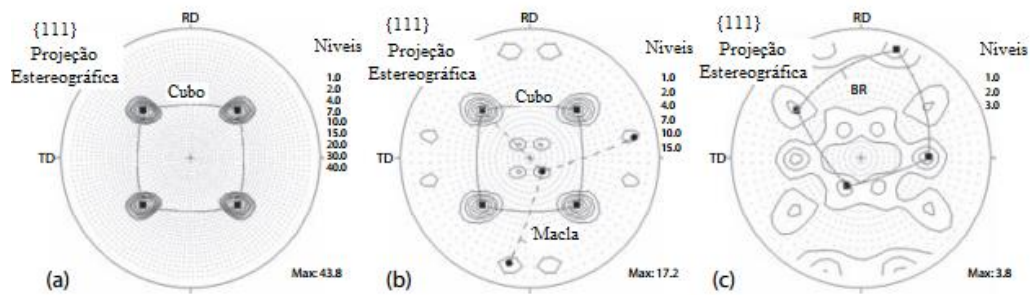


Figura 3.14 - Textura de recristalização metais CFC laminados a frio, (a) alumínio, (b) cobre puro, (c) latão (Adaptado e traduzido de [47]).

Já metais que apresentam baixa EFE, Ag e ligas de Cu, exibem uma orientação latão de recristalização (Br) $\{236\}\langle 385\rangle$, Figura 3.14c. Grãos com orientação Bs são formados através das bandas de cisalhamento, e da maclação subsequente [13,64,69].

3.4.2 Textura da estrutura CCC

3.4.2.1 Textura de deformação da estrutura CCC

Em geral metais e ligas CCC apresentam sua textura em forma de fibras, o que significa que a maioria das orientações estão dispostas ao longo de duas fibras na orientação espacial. A Figura 3.15 apresenta a textura de laminação de um aço IF, plotado na seção ϕ_1 [65,69].

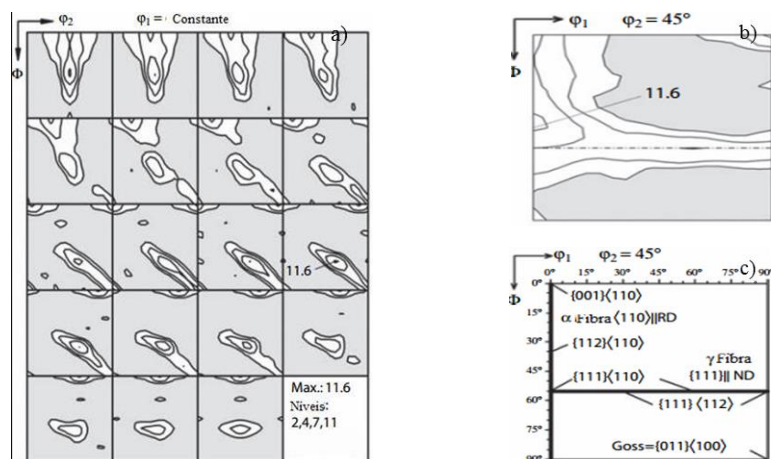


Figura 3. 15 - Textura de laminação do Ti, (a) representação convencional da ODF na seção ϕ_1 , (b) $\phi_2 = 45^\circ$ intensidade da distribuição de α e γ , (c) representação esquemática de $\phi_2 = 45^\circ$ (Adaptado e traduzido de [47]).

A fibra α compreende as orientações com a direção comum à $\langle 110 \rangle$ paralela à RD, ou seja, as orientações $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ [74]. No espaço de Euler, a fibra α pode ser localizada entre $(\phi_1 \phi \phi_2) = (0^\circ 0^\circ 45^\circ)$, $(0^\circ 35^\circ 45^\circ)$ e $(0^\circ 54,7^\circ 45^\circ)$. A fibra γ compreende as orientações com o plano $\{111\}$ paralelo a ND, $\{111\} \langle uvw \rangle$. Essa fibra pode ser visualizada no espaço de Euler de $(0^\circ 54,7^\circ 45^\circ)$ a $(90^\circ 54,7^\circ 45^\circ)$. Com o aumento da deformação a textura ao longo da fibra α se intensifica em detrimento de γ . Na Figura 3.15b e 3.15c a textura é representada em $\phi_2 = 45^\circ$, sendo a seção de maior importância uma vez que inclui a presença de ambas as fibras, α e γ [6,13,65,72].

3.4.2.2 Textura de recristalização da estrutura CCC

Os metais CCC exibem uma menor faixa de texturas de recristalização, sendo a fibra γ a textura preferencial nesses materiais, conforme observado na Figura 3.16. A presença de γ deve - se a formação de núcleos em contornos de alto ângulo, pré-existentes, entre os grãos deformados. Em razão de a nucleação ocorrer nos grãos deformados, os novos grãos retêm a textura de deformação anterior. No entanto, as componentes da textura de laminação diferem na densidade e arranjo das deslocções, e conseqüentemente na força motriz para a recristalização. A fibra γ com orientação entre $\{111\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 112 \rangle$ são as que apresentam a maior energia armazenada [3,65,69,75].

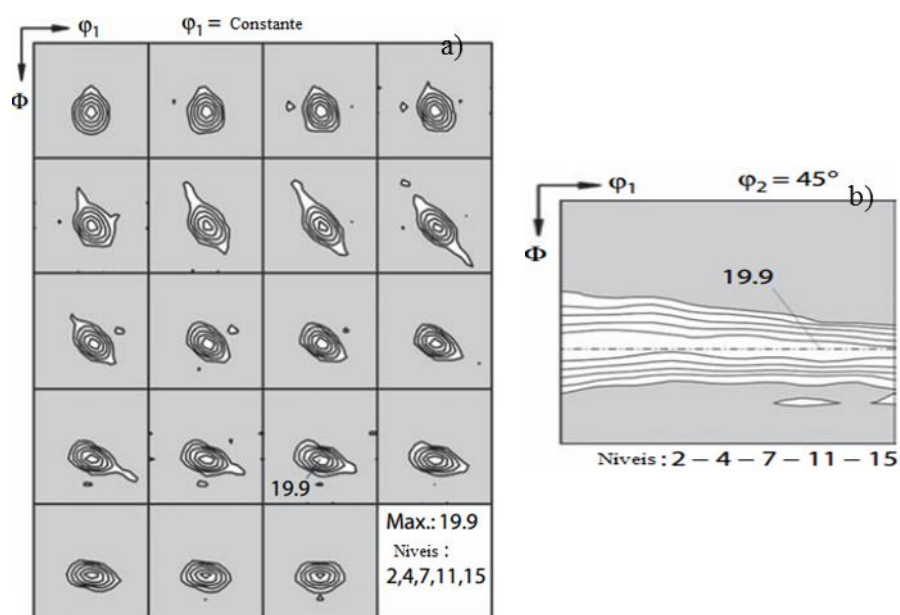


Figura 3. 16 - Textura de recristalização exibindo a fibra γ (a) ϕ_1 (b) ϕ_2 (Adaptado e traduzido de [47]).

CAPÍTULO 4 - MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Foi selecionado nesse trabalho o aço inoxidável duplex 2304, doado pela Aperam South America. A composição química informada pelo fabricante podem ser verificadas na Tabela 4.1. O aço utilizado foi fornecido na forma de chapa com espessura nominal de 4,0 mm, como pode ser observado na Figura 4.1.

Tabela 4. 1 - Composição química do aço UNS 32304

| Elemento | C | Mn | Si | Cr | Ni | P | S | Cu | Mo |
|-----------|-------|------|------|-------|-----|------|--------|-------|-------|
| % em peso | 0,011 | 1,45 | 0,20 | 22,87 | 4,2 | 0,02 | 0,0004 | 0,453 | 0,275 |



Figura 4. 1 - Chapas dos aços duplex utilizados no trabalho

4.2 Laminação a frio

A laminação a frio foi conduzida em um laminador de laboratório da marca FRÖHLING, a uma velocidade de 6,25 m/min. Foram utilizadas duas rotas de laminação, a primeira com 4%, 12% 17% e 22% de redução na espessura, e a segunda com 60% de redução na espessura.

A quantidade de deformação foi determinada a partir de estudos anteriores e de testes preliminares [31,36,40,41] de forma a potencializar ϵ , na rota de 4% a 22% de deformação, e α' , em 60% de deformação. Uma redução na espessura maior do que 60% possibilitaria que α' ocorresse de forma mais pronunciada, porém devido a limitações do equipamento não foi possível a realização de mais passes.

4.3 Recozimento

O recozimento foi realizado nas amostras deformadas em 60%. Inicialmente optou-se por realizar o recozimento nas temperaturas de 600°C e 900°C. A escolha dessas temperaturas foi feita conforme as temperaturas de início e fim da transformação reversa da martensita em austenita [43,44]. O tempo utilizado foi de 1800 s, escolhido de acordo dados da literatura e de testes prévios.

4.4 Caracterização microestrutural

A caracterização microestrutural será conduzida por meio das técnicas de microscopia eletrônica de transmissão (MET), difração de raios - X (DRX) e difração por elétrons retroespalhados (EBSD).

Para a microscopia eletrônica de transmissão inicialmente foram selecionados somente a condições laminadas a frio com redução de 22% na espessura. As amostras foram lixadas até que a espessura de 50 μm , após etapa os discos foram estampados com o auxílio de um dispositivo.

Posteriormente os discos foram submetidos ao polimento eletrolítico em um equipamento da marca Struers, TenuPol - 5. A solução eletrolítica a ser utilizada é composta de ácido acético e ácido perclórico a uma temperatura de 17°C e tensão de 50V.

A difração de raios - X foi utilizada para complementar a identificação das fases e também para a quantização das fases presentes. A preparação das amostras seguiu o procedimento metalográfico convencional, salvo a etapa de ataque químico. Após o polimento o

embutimento foi quebrado para que a amostra fosse analisada sem a interferência da resina. O difratômetro utilizado para os ensaios foi o Empyrean, da marca Philips-PANalytical. Foram utilizados dois ângulos de varredura, 2θ de 10° a 100° com um passo de $0,005 \text{ s}^{-1}$ para as amostras com redução na espessura de 4% a 22%, e 2θ de 30° a 120° com um passo de $0,02 \text{ s}^{-1}$ para as amostras com redução na espessura de 60%. A identificação das fases foi feita por meio da comparação dos picos de maior intensidade com a ficha padrão de cada fase, obtidas através da base de dados ICSD. A quantificação das fases foi obtida por meio do software OriginPro 8.1.

A preparação das amostras para o EBSD seguiu procedimento metalográfico convencional, com exceção da etapa de ataque químico. Após o polimento convencional segue-se o polimento automático com sílica coloidal ($0,06 \mu\text{m}$) por 90 minutos, a uma velocidade de rotação de 10 rpm e força de 5N.

O software Thermo - Calc foi utilizado para verificar o equilíbrio entre as fases. O EDS foi utilizado para se obter a composição química da austenita.

4.5 Textura

Para a avaliação da evolução da textura nas condições escolhidas no trabalho, a técnica utilizada será a difração por elétrons retroespalhados (EBSD). A preparação das amostras é a mesma utilizada para avaliar a microestrutura.

4.6 Caracterização mecânica

A caracterização mecânica foi realizada por meio do ensaio de tração. O ensaio de tração foi realizado em uma máquina de ensaios universal Instron, modelo 5582, em conjunto com o software Blue Hill, para inserção dos parâmetros de ensaio e captação dos dados. A velocidade de deslocamento do cabeçote superior foi de $4,5 \text{ mm/min}$ com uma taxa de deformação de $0,001/\text{s}$. O ensaio de tração foi executado em todas as condições estudadas, com três repetições. Todos os ensaios foram realizados até a ruptura do corpo de prova. Os corpos de prova foram confeccionados por eletroerosão em conformidade com a

norma NBR 6152 [77]. Na Figura 4.4 um esquema com as dimensões do corpo de prova pode ser visualizado.

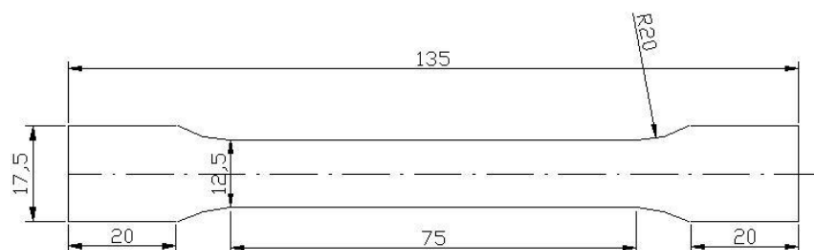


Figura 4. 2 – Representação esquemática do corpo de prova utilizado no ensaio de tração [77].

CAPITULO 5 - Artigo 1

Materials Letters 234 (2019) 283–286



Contents lists available at ScienceDirect

Materials Letters

journal homepage: www.elsevier.com/locate/mlblue ϵ -Martensite formation for low strains in a lean duplex stainless steelGraziele Gianini Braga Maria^a, Daniella Gomes Rodrigues^{a,*}, Érico Tadeu Fraga Freitas^b,
Dagoberto Brandão Santos^a^aMetallurgical and Materials Engineering Department, Universidade Federal de Minas Gerais, Av. Antonio Carlos, 6627 – Campus Pampulha, Belo Horizonte, MG 31270-901, Brazil
^bCentre of Microscopy, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte Av. Antonio Carlos, 6627 – Campus Pampulha, Belo Horizonte, MG 31270-901, Brazil

ARTICLE INFO

Article history:

Received 8 June 2018

Received in revised form 10 August 2018

Accepted 18 September 2018

Available online 19 September 2018

Keywords:

Phases transformation

 ϵ -Martensite

Microstructure

Duplex stainless steel

Cold rolling

ABSTRACT

Martensitic transformation induced by strain in duplex stainless steels is a good option to increase their strength and elongation. The influence of low deformation levels on the phase transformation was studied in a 2304 lean duplex stainless steel. It was demonstrated that this steel exhibited the phase transformation of austenite (γ) into epsilon (ϵ) and alpha (α') martensite after cold rolling. The ϵ and α' were observed in shear bands and close to the grain boundaries. The Shoji–Nishiyama relation $\langle 110 \rangle \gamma // \langle 2110 \rangle \epsilon$ was observed. Hitherto, the ϵ formation has not been reported in the literature for this steel by cold deformation.

© 2018 Elsevier B.V. All rights reserved.

CAPITULO 6 - Artigo 2

FULL PAPER



Strain-Induced Martensite and Reverse Transformation in 2304 Lean Duplex Stainless Steel and its Influence on Mechanical Behavior

*Grazielle Gianini Braga Maria, Carolina Arriel Dias Dias, Daniella Gomes Rodrigues, and Dagoberto Brandão Santos**

Duplex stainless steels (DSS) combine the mechanical properties of ferrite (α) with the corrosion resistance of austenite (γ), and is widely used in industrial applications. The γ can transform into martensite (SIM) during a deformation. When annealed, these types of steel undergo a reverse transformation, namely, SIM reversed to austenite (SIMRT). The aim of this study is to evaluate SIM and SIMRT in 2304 lean DSS (LDSS) as well as its influence on the mechanical properties after a 60% reduction in thickness. The annealing is conducted within a range of 600–900 °C with a soaking time of 1800s. The samples undergo X-ray diffraction, EBSD, and a tensile test. The results show that, after cold rolling, the amount of α' -martensite formed is made up 24%. The α' -martensite collaborates with the enhanced yield strength and reduces the total elongation. The orientation among γ and α' -martensite, and $(111)\gamma// (110)\alpha$ $[110]\gamma//[111]$ Kurdjumov-Sachs and $(111)\gamma// (110)\alpha$ $[110]\gamma//[001]\alpha$ Nishiyama–Wassermann, is observed after deformation and during the reversion process. The EBSD shows a high misorientation inside the γ after the cold rolling. The SIMRT shows diffusional and shear reversion characteristics, at 900 °C, yield strength is 468 MPa, and the elongation is 32%.

CAPÍTULO 6 - CONSIDERAÇÕES FINAIS

Nesse estudo, a transformação martensítica induzida por deformação e a influência da temperatura na transformação reversa, no respectivo comportamento mecânico foi investigado, utilizando o aço inoxidável duplex 2304.

- Em baixa deformação (4% a 22%) o 2304 mostrou a presença das martensitas ϵ e α' , nas bandas de cisalhamento e próximas aos contornos de grãos, entretanto, α' foi predominante. A relação de orientação entre γ e α foi a Shoji–Nishiyama, $\langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 2110 \rangle_{\alpha}$
- A laminação a frio, com 60% de redução na espessura, levou a uma redução na espessura da lamela de α e γ , bem como a formação de α' . A fração volumétrica de α' foi de 24%. A relação de orientação entre γ e α' foi K-S and N-W.
- A reversão da transformação martensítica ocorre na faixa de 600-900°C, exibindo características difusionais e cisalhantes.
- A textura de deformação foi composta principalmente pela componente latão $\{110\} \langle 112 \rangle$. O recozimento promoveu a formação das componentes $\{011\} \langle 100 \rangle$ Goss $\{112\} \langle 111 \rangle$ Cobre e $\{123\} \langle 634 \rangle$ S. A textura presente em α' , foi composta pela fibra α . Após o recozimento $\{112\} \langle 111 \rangle$ cobre e $\{123\} \langle 634 \rangle$ S predominaram, e a componente $\{110\} \langle 112 \rangle$ latão foi enfraquecida.
- Após a laminação a frio, o limite de escoamento aumentou em 71%, e o alongamento foi reduzido em quase 100%. Em 900°C o limite de escoamento foi de 468 Mpa, e o alongamento foi de 32%

CAPÍTULO 7 – PUBLICAÇÕES RELACIONADAS À TESE

Trabalhos completos publicados em anais de congresso

1. MARIA, G. G. B.; DIAS, C. A. P. ; ALVES, D. S. ; FERREIRA, A. O. V. ; MOUTINHO, I. D. ; MAGALHAES, A. S. ; SANTOS, D. B. . Efeito da temperatura de recozimento na precipitação da fase sigma no aço inoxidável duplex. In: 71º Congresso Anual da ABM, 2016, Rio de Janeiro. 71º Congresso Anual da ABM Internacional e ao 16º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, parte integrante da ABM Week, realizada de 26 a 30 de setembro de 2016, Rio de Janeiro, RJ, Brasil., 2016. p. 1-10

Artigos em revista

1. MARIA, GRAZIELE GIANINI BRAGA; RODRIGUES, DANIELLA GOMES; FREITAS, ÉRICO TADEU FRAGA; SANTOS, DAGOBERTO BRANDÃO. ϵ -Martensite formation for low strains in a lean duplex stainless steel. **MATERIALS LETTERS**, v. 234, p. 283-286, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.09.104>

2. MARIA, GRAZIELE GIANINI BRAGA; DIAS, CAROLINA ARRIEL DIAS; RODRIGUES, DANIELLA GOMES; SANTOS, DAGOBERTO BRANDÃO. Strain-Induced Martensite and Reverse Transformation in 2304 Lean Duplex Stainless Steel and its Influence on Mechanical Behavior. **STEEL RESEARCH INTERNATIONAL**, v. 12, p. 1, 2018. DOI: [10.1002/srin.201800437](https://doi.org/10.1002/srin.201800437)

3. MARIA, GRAZIELE GIANINI BRAGA; CLAEYS, LISA; DEPOVER, TOM; SANTOS, DAGOBERTO BRANDÃO; VERBEKEN, KIM. The Hydrogen Induced Mechanical Degradation of Duplex Stainless Steel. **STEEL RESEARCH INTERNATIONAL**, v. 89, p. 1-6, 2018. DOI: [10.1002/srin.201800451](https://doi.org/10.1002/srin.201800451)

4. RODRIGUES, DANIELLA GOMES; MARIA, GRAZIELE GIANINI BRAGA; VIANA, NAYARA APARECIDA LOPES; SANTOS, DAGOBERTO BRANDÃO. Effect of low cold-rolling strain on microstructure, texture, phase transformation, and mechanical properties of 2304 lean duplex stainless steel. **MATERIALS CHARACTERIZATION**. , v.150, p.138 - 149, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.02.011>

Referências Bibliográficas

1. KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure, and Performance**. 2. ed. Ohio: ASM International, 2008.
2. OUTOKUMPU. **Handbook stainless steel**. Espoo: Outokumpu Oyj, 2013. 92 p.
3. LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K.L.. Recent developments in stainless steel. **Materials Science and Engineering R**, 65, 2009. 39 - 104.
4. WEN, S. **Metallurgical evaluation of cast duplex stainless steel and their weldments**. Knoxville: Master thesis. (Mater of Science) - The University of Tennessee, 2001. 221p p.
5. CHARLES, J. **Duplex stainless steel, a review after DSS' 07 held in GRADO**. International Duplex Stainless Steel Conference held in Grado. Maastricht: Arcelor Mittal. 2008.
6. HERRERA, C.; PONGE, D.; RAABE, D.. Characterization of microstructure, crystallographic texture and segregation of an as - cast duplex stainless steel slab. **Steel Research International**, 79, 2008. 482-488.
7. GUNN, R. N. **Duplex stainless steel: Microstructure, properties and applications**. 3. ed. Cambridge: Abington Publishing, 2010. 204 p.
8. TOTTEN, G. E. **Steel heat treatment handbook**. 2. ed. Portland: Taylor & Francis, 2006. 820 p.
9. ARMAS, I. A. Duplex stainless steel: Brief history and some recent alloys. **Recent Patents on Mechanical Engineering**, 1, 2008. 51 - 57.
10. SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E.. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis duplex e os inoxidáveis AISI 304L / 316L. **Revista Escola de Minas**, 60, 2007. 175 -181.
11. PLAUT, R. L.; HERERA, C.; ESCRIBA, D. M.; RIOS, P. R.; PADILHA, A. F.. F. A short review on wrought austenitic stainless steels at high temperatures: processing, microstructure, properties and performance. **Materials Research**, 10, 2007. 453 - 460.
12. ARMAS, I. A.; MOREUIL, S. D.. **Duplex Stainless Steels**. Hoboken: Wiley, 2009. 464 p.
13. PADILHA, A. F.; RANDLE, V.; MACHADO, I. F.. Microstructure and microtexture during solution nitriding to produce austenitic case on ferritic - austenitic duplex stainless steel. **Materials Science and Technology**, 15, 1999. 1015 - 1018.
14. GOSH, S. K.; MONDAL, S. High temperature ageing behavior of duplex stainless steel. **Materials Characterization**, 59, 2008. 1776 - 1783.
15. ZHANG, W.; HU, J.. Effect of annealing temperature on transformation induced plasticity effect of lean duplex stainless steel. **Materials Characterization**, 79, 2013. 37-42.

16. CHAN, K. W.; TJONG, S. C. Effect of secondary phase precipitation on the corrosion behavior of duplex stainless steel. **Materials**, 7, 2014. 5268 - 5304.
17. ZHAO, H.; ZHANG, Z.; ZHANG, H.; HU, J.; LI, J.. Effect of aging time on intergranular corrosion behavior of a newly developed LDX 2404 lean duplex stainless steel. **Journal of Alloys and Compounds**, 672, 2016. 147 - 154.
18. MUTHUPANDI, V. ; SRINIVASAN, P. B. ; SHANKAR, V. ; SESHADRI, S. K. ; SUNDARESAN, S. Effect of nickel and nitrogen addition on the microstructure and mechanical properties of power beam processed duplex stainless steel (UNS 31803) weld metals. **Materials letters**, 59, 2005. 2305 - 2309.
19. LAI, R.; CAI, Y.; WU, Y.; LI, F.; HUA, X.. Influence of absorbed nitrogen on microstructure and corrosion resistance of 2205 duplex stainless steel joint processed fiber laser welding. **Journal of Materials Processing Technology**, 231, 2016. 397 - 405.
20. HOSSEINI, V. A. ; WESSMAN, S. ; HURTIG, K. ; KARLSSON, L. Nitrogen loss and effects on microstructure in multipass TIG welding of a super duplex stainless steel. **Materials and Design**, 98, 2016. 88 - 97.
21. FRECHARD, S.; MARTIN, F.; CLEMENT, C.; COUSTY, J. AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel. **Materials Science Engineering A**, 418, 2006. 312 - 319.
22. KAHARAN, T.; EMRE, H. E.; TÜMER, M.; KAÇAR, R. Strengthening of AISI 2205 duplex stainless steel by strain ageing. **Materials & Design**, 55, 2014. 250 - 256.
23. CAHN; HAASEN, R. W. . H. P. **Physical Metallurgy**. 4. ed. Neetherlands: North-Holland, v. 2, 1996. 2740 p.
24. RAMAN, S. G. S.; PADMANABHAN, K. A. Journal of Materials Science Letters. **Tensile deformation - induced martensite transformation in AISI 304LN austenitic stainless steel**, 13, 1994. 389 - 392.
25. GÜLER, E. KIRINDI, T.; AKTAS, H. Comparison of thermally induced and deformation induced martensite in Fe - 29% Ni - 2% Mn alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 440, 2007. 168 - 172.
26. BREDI, M.; BRUNELLI, K. GRAZZI, F.; SCHERILLO, A.; CALLIARI, I. Effects of cold rolling and strain - induced martensite formation in SAF 2205 duplex stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 46A, 2015. 577 - 586.
27. NISHIYAMA, Z. **Martensitic transformation**. New York: Academic Press, 1978.

28. OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M.. **Shape memory materials**. United Kingdom: Cambridge University Press, 1998. 300 p.
29. BHADESHIA, H. K. D. W.; HONEYCOMBE, R. **Steels: Microstructure and properties**. 3. ed. Oxford: Butterworth - Heinemann, 2006. 260 p.
30. SANTOS, M. R. **Efeito do nitrogênio e do cobre na formação da martensita em aços inoxidáveis austeníticos e sua influência sobre o fenômeno de delayed cracking**. Belo Horizonte: Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, 2008. 239 p.
31. CHOI, J. Y.; JI, J. H.; HWANG, S. W.; PARK, K. T. Strain induced martensitic transformation of Fe - 20 Cr - 5 Mn - 0,2 Ni duplex stainless steel during cold rolling: Effect of nitrogen addition. **Materials Science and Engineering A**, 528, 2011.
32. TAVARES, S. S. M.; PARDAL, J. M. S. M. R.; OLIVEIRA, C. A. S. Martensitic transformation induced by cold deformation of lean duplex stainless steel Uns 32304. **Materials Research**, 17, 2014. 381 - 385.
33. SCHRAMM, R. E.; REED, R. P.. Staking fault energies of seven commercial austenitic steels. **Metallurgical Transactions A**, 6A, 1975.. 1345 - 1351.
34. ABREU, H. F. G. ; CARVALHO, S. S. ; LIMA, P. ; SANTOS, R. P. ; FREIRE, V. N. ; SILVA, P. M. O. ; TAVARES, S. S. M. Deformation induced martensite in an AISI 301LN stainless steel: Characterization and influence in pitting corrosion resistance. **Materials Research**, 10, 2007. 359 - 366.
35. BAOFENG GUO, Q. Z. L. C. X. G. N. L. X. L. M. J. Influence of annealing temperature on the strain-hardening behavior of a lean duplex stainless steel. **Materials Science & Engineering A**, 722. 216-224.
36. BASSANI, P.; BREDI, M.; BRUNELLI, K.; MÉSZÁROS, I.; PASSARETTI, F.; ZANELATO, M.; CALLIARI, I. Characterization of a cold - rolled 2101 lean duplex stainless steel. **Microscopy and Microanalysis**, 19, 2013. 988 - 995.
37. TAVARES, S. S. M.; SILVA, M. R.; PARDAL, J. M.; ABREU, H. F. G.; GOMES, A. M.. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS 31803 duplex stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology**, 180, 2006. 318 - 322.
38. HERRERA, C. PONGE, D.; RAABE, D. Design of a novel Mn - based 1 GPa duplex stainless TRIP steel with 60% ductility by a reduction of austenite stability. **Acta Materialia**, 59, 2011. 4653 - 4664.

39. HAEßNER, F.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F.. Separation of static recrystallization and reverse transformation of deformation - induced martensite in an austenitic steel by calorimetric measurements. **ISIJ International**, 43, 2003. 1472 - 1474.
40. BAGHBADO RANI, H. S. ; KERMANPUR, A. ; NAJAFIZADEH, A. ; BEHJATI, P. ; MOALLEMI, M. ; REZAEI, A. Influence of Nb - microalloying on the formation of nano / ultrafine - grained microstructure and mechanical properties during martensite reversion process in a 201 - type austenitic stainless steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46A, p. 3406 -3413, 2015., 46A, 2015. 3406 -3413.
41. TAKAKI, S.; TOMIMURA, K.; UEDA, S. Effect of pre - cold - working on diffusional reversion of deformation induced martensite in metastable austenitic stainless steel. **ISIJ International**, 34, 1994. 522 - 527.
42. GHOSH, S. K.; MALLICK, P.; CHATTOPADHYAY, P. P. Effect of reversion of strain induced martensite on microstructure and mechanical properties in an austenitic stainless steel. **Journal of Materials Science**, 46, 2011. 3480 - 3487.
43. SADEGHPOUR, S.; KERMANPUR, A.; NAJAFIZADEH, A. Influence of Ti microalloying on the formation of nanocrystalline structure in the 201L austenitic stainless steel during martensite thermomechanical treatment. **Materials Science & Engineering A**, 584, 2013. 177 - 183.
44. RAJASEKHARA, S.; KARJALAINEN, L. P.; KYRÖLÄINEN, A.; FERREIRA, P. J. Microstructure evolution in nano/submicron grained AISI 301LN stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, 527, 2010. 1986 - 1966.
45. KISKO, A. ; HAMADA, A. S. ; TALONEN, J. ; PORTER, D. ; KARJALAINEN, L. P. Effects of reversion and recrystallization on microstructure and mechanical properties of Nb - alloyed low - Ni high - Mn austenitic stainless steel. **Materials Science & Engineering A**, 657, 2016. 359 - 370.
46. VIANA, C. S. C. **Texturas cristalográficas**. São Paulo: IME, 2002. 35 p.
47. ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, microtexture and orientation mapping**. 2. ed. New York: Taylor and Francis Group, 2010. 456 p.
48. PINTO, A. L.; LOPES, A. M. **A utilização da técnica do EBSD em estudos de microtextura e mesotextura**. São Paulo: IME, 2002. 15 p.
49. WENK, R.; HOUTTE, P. V. Texture and Anisotropy. **Physics**, 67, 2004. 1367 - 1428.

50. BADJI, R.; CHAUVEAU, T.; BACROIX, B. Texture, misorientation and mechanical anisotropy in a deformed dual phase stainless steel weld joint. **Materials Science & Engineering A**, 575, 2013. 94 - 103.
51. VIANA, C. S. C.; LOPES, A. M. **Texturas de transformação**. São Paulo: IME, 2002.
52. RAABE, D. Examination of the iterative series - expansion method for quantitative texture analysis. **Textures and microstructures**, 23, 1995. 115 - 129.
53. BADJI, R. ; BACROIX, B. ; BOUABDALLAH, M. Texture, microstructure and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welded. **Materials Characterization**, 62, 2011. 833 - 843.
54. BHATTACHARJEE, P. P. et al. Microstructure and texture evolution during annealing of equiatomic CoCrFeMnNi high - entropy alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, 587, 2014. 544 - 552.
55. KEICHEL, J.; FOCT, J.; GOTTSTEIN, G. Deformation and annealing behavior of nitrogen alloyed duplex stainless steel. **ISIJ International**, 43, 2003. 1781 - 1787.
56. SOUZA, C. M.; ABREU, H. F. G.; TAVARES, S. S. M.; REBELLO, J. M. A. The σ phase formation in annealed UNS 31803 duplex stainless steel: Texture aspects. **Materials Characterization**, 59, 2008. 1301 - 1306.
57. VIANA, C. S. C. ; PINTO, A. L. ; CANDIDO, F. S. ; MATHEUS, R. G. Analysis of ridging in three ferritic stainless steel. **Materials Science and Technology**, 22, 2006. 293 – 300.
58. GUO, Y.; SUN, T.; HU, J.; JIANG, Y.; JIANG, L.; LI, J.. Microstructure evolution and pitting corrosion resistance of the Gleeble - simulated heat – affected zone of a newly developed lean duplex steel 2002. **Journal of Alloys and Compounds**, 658, 2016. 1031 - 1040.
59. MAGNABOSCO, R. **Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS 31803 (SAF 2205)**. São Paulo: Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade de São Paulo - Escola Politécnica, 2001. 207 p.
60. SHERIF, E. S. M. Corrosion behavior of duplex stainless steel alloy cathodically modified with minor ruthenium additions in concentrated sulfuric acid solutions. **International Journal of Electrochemical Science**, 6, 2011. 2284 - 2298.
61. BRYTAN, Z.; NIAGAJ, J.; REIMAN, L. Corrosion studies using potentiodynamic and EIS electrochemical techniques of welded lean duplex stainless steel UNS S82441. **Applied Surface Science**, 2016. article in press.

62. JINLONG, L. et al. Effect of ultrafine grain on tensile behavior and corrosion resistance of the duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering C**, 62, 2016. 558 - 563.
63. CRISTINI, S. I.; SACCHI, B.; GUERRINE, E.; TRASATTI, S.; TRASATTI, S. P. Detection of sigma phase in 22% Cr duplex stainless steel by electrochemical methods. **Russian Journal of Electrochemistry**, 46, 2010. 1094 - 1100.
64. NILSON, J. O. Super duplex stainless steel. **Materials Science and Technology**, 8, 1992. 685 - 700.
65. ESCRIBA, D. M.; MORRIS - MATERNA, E.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Chi - phase precipitation in a duplex stainless steel. **Materials Characterization**, 60, 2009. 1214 - 1219.
66. VILLANUEVA, D. M. E.; JUNIOR, F. C. P.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex. **Materials Science and Technology**, 22, 2006. 1098 - 1104.
67. ROSSO, M.; PETER, I.; SUANI, D.I. About heat treatment and properties of duplex stainless steels. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, 59, 2013. 26 - 36.
68. BADJI, R. ; BOUABDALLAH, M. ; BACROIX, B. ; KAHLOUN, C. ; BELKESSA, B. ; MAZA, H. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. **Materials Characterization**, 59, 2008. 447 - 453.
69. LLORCA - ISERN, N.; LOPEZ – LUQUE, H.; LOPEZ - JIMENEZ, I.; BIEZMA, M. V. Identification of sigma and chi phase in duplex stainless steel. **Materials Characterization**, 112, 2016. 20 - 29.
70. HSIEH, C. C.; WU, W. Overview of intermetallic sigma (σ) phase precipitation in stainless steel. **ISRN Metallurgy**, 2012, 2012. 1 - 16.
71. CALLIARI, I.; BREDI, M.; RAMOUS, E.; MAGRINI, M. **Effect of isothermal heat treatments on duplex stainless steels impact toughness**. Convegno Nazionale IGF XXII. Roma: [s.n.]. 2013. p. 56 -65.
72. ELMER, J. W.; PALMER, T. A.; SPECHT, E. D. Direct observations of sigma phase formation in duplex stainless steel using in - situ synchrotron x - ray diffraction. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 38A, 2007. 464 - 475.
73. CHEN, T. H.; YANG, J. R. Effects of solution treatment and continuous cooling on σ - phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering A**, 311, 2001. 28 - 41.

74. FARGAS, G.; MESTRA, A.; MATEO, A. Effect of sigma phase on the wear behavior of a duplex stainless steel. **Wear**, 303, 2013. 584 - 590.
75. TAVARES, S. S. M.; PARDARL, J. M.; GUERREIRO, J. L.; GOMES, A. M.; SILVA, M. R. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS 31803. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 322, 2010. L29 - L33.
76. ZUCATO, I.; MOREIRA, M. C.; MACHADO, I. F.; LEBRAO, S. M. G. Microstructural characterization and the effect of phase transformation on toughness of the UNS 31803 duplex stainless steel aged treated at 850°C. **Materials Research**, 5, 2002. 385 - 389.
77. ZANETIC, S. T.; ALONSO-FALLEIROS, N. **Determinação do grau de sensitização de aços inoxidáveis austeníticos pelo método DL-EPR**. São Paulo: Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo, v. 10, 2001. 107-114 p.
78. TÉCNICAS, A. B. D. N. **NBR 6152**. Rio de Janeiro: NBR, 2002. 35 p.
79. MICHASLKA, J. ; CHMIELA, B. **Phase analysis in duplex stainless steel: comparison of EBSD and quantitative metallography methods**. IOP Conference Series. IASI: Materials Science and Engineering. 2014.
80. MAEHARA, Y.; OHMORIY.; MURAYAMA, J.; FUJINO, N.; KUNITAKE, T. Effects of alloying elements on σ phase precipitation in $\delta - \gamma$ duplex phase stainless steel. **Metal Science**, 17, 1983. 541 - 547.
81. OLASEINDE, O. A.; MERWE, J. V. D.; CORNISH, L. Characterization and corrosion behavior of selected duplex stainless steel in acidic and acidic chloride solution. **Advances in Chemical Engineering and Science**, 4, 2014. 89 - 93.
82. ZHANG, W.; JIANG, L. Z.; GAO, J. Q.; SONG, H. M.; HU, J. C.. Study of precipitation in 2101 duplex stainless steel. **Materials Science and Technology**, 26, 2010. 515 - 521.
83. WEI, Z.; LAIZHU, J.; JINCHENG, H.; HONGMEI, S. Effect of ageing on precipitation and impact energy of 2101 economical duplex stainless steel. **Materials Characterization**, 60, 2009. 50 - 55.
84. POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. **Materials Characterization**, 58, 2007. 65 - 71.
85. TAVARES, S. S. M. et al. Tensile properties of duplex UNS S32205 and lean duplex UNS S32304 steels and the influence of short duration 475 °C aging. **Materials Research**, 15, 2012. 859 - 864.