

CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI

RODOLFO LOPES DA SILVA PACCA

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ENVELHECIMENTO A 950°C NA
MICROESTRUTURA DE AÇO UNS S32750**

**Relatório final apresentado ao Centro
Universitário da FEI, como parte dos
requisitos Estabelecidos pelo Programa
de Bolsas de Iniciação Científica (PBIC),
orientado pelo Prof. Dr. Rodrigo
Magnabosco.**

São Bernardo do Campo

2009

A Deus pelo dom da vida...

AGRADECIMENTOS

Inicialmente gostaria de agradecer a Deus, a quem sempre esteve presente em minha vida.

Ao meu orientador Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco pela oportunidade, pela paciência e pelas cobranças para que eu pudesse concluir este trabalho.

Aos meus pais João e Valéria, irmãos João Ricardo e Carlos Renato, e a minha namorada Halina, pela ajuda, apoio e incentivo, durante todo este trabalho.

Aos técnicos do CDMatM-FEI (Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos do Centro Universitário da FEI) e parceiras Daniella Caluscio dos Santos e Evelin Barbosa de Mélo, pela ajuda no decorrer da pesquisa e amizade.

Ao Centro Universitário da FEI pelo incentivo a pesquisa.

A todos que de uma forma ou de outra colaboraram para este resultado.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Coeficientes de difusão de cromo na ferrita e austenita em função da temperatura (DOS SANTOS, 2009)	11
Figura 2 - Gráfico da relação entre os coeficientes de difusão da ferrita e austenita (D_{α}/D_{γ}) em função da temperatura (°C) (DOS SANTOS, 2009)	12
Figura 3 - Diagrama de precipitação isotérmica de fase sigma (tempo-temperatura-precipitação, TTP) para o aço UNS S31803 (MAGNABOSCO, 2005)	13
Figura 4 - Fração de fase sigma em função do tempo de envelhecimento de dois aços inoxidáveis superdúplex (TURNBULL, et al., 2002) , (DOMÍNGUEZ-AGUILAR; NEWMAN, 2006) e um dúplex (PARK, SHANKAR-RAO, KWON, 2005)	14
Figura 5 - Microdureza (HV 0,5) em função da fração volumétrica da fase sigma, do aço UNS S31803 (SAF2205) em diferentes temperaturas (MAGNABOSCO, OIYE, SUTTO, 2003)	15
Figura 6 - Fração volumétrica da fase sigma (determinada por metalografia quantitativa) em função da temperatura de envelhecimento, do aço UNS S31803 (SAF2205) em diferentes tempos (MAGNABOSCO, OIYE, SUTTO, 2003)	15
Figura 7 - Fração de fase austenita em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S31803 (SAF 2205) em diferentes temperaturas (MAGNABOSCO, DONATO, GERZELY, 2003)	19
Figura 8 - Frações volumétricas de ferrita e sigma do aço UNS S 32750 envelhecido a 900°C (ROMANA, 2009)	20
Figura 9 - Forno tubular Lindberg, com atmosfera controlada. CDMatM-FEI.....	22

Figura 10 - Amostra do aço (UNS S32750) cortado na longitudinal e embutido em resina termofixa de cura a quente (baquelite).....	22
Figura 11 - Equipamento de polimento semi-automático Struers Abramin. CDMatM-FEI.....	23
Figura 12 - Equipamento para ataque eletrolítico STRUERS LECTROPOL-5. CDMatM-FEI.....	24
Figura 13 - Microscópio LEICA DMLM. CDMatM-FEI.....	24
Figura 14 - Microdurômetro Shimadzu HMV-2. CDMatM-FEI.....	25
Figura 15 - Ferritoscópio FISCHER modelo MP30. CDMatM-FEI.....	26
Figura 16 - Fração volumétrica da fase sigma (determinada por metalografia quantitativa) em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).....	34
Figura 17 - Fração volumétrica da fase ferrita em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).....	35
Figura 18 - Fração volumétrica da fase austenita (obtida através da equação $\% \gamma = 100 - \% \alpha - \% \sigma$) em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).....	36
Figura 19 - Microdureza (HV 0,5) em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).....	37
Figura 20 - Microdureza (HV 0,5) em função da fração volumétrica da fase austenita, do aço UNS S32750 (SAF2507).....	39

LISTA DE MICROGRAFIAS

Micrografia 1: amostras solubilizadas do aço (UNS S32750), atacada com Behara modificado, aumento 500x.....	27
Micrografia 2: amostra envelhecida a 950°C por 10 minutos, atacada com Behara modificado, aumento 500x.....	28
Micrografia 3: amostra envelhecida a 950°C por 4 horas, atacada com Behara modificado, aumento 500x.....	29
Micrografia 4: amostra envelhecida a 950°C por 24 horas, atacada com Behara modificado, aumento 200x.....	29
Micrografia 5: amostra envelhecida a 950°C por 96 horas, atacada com Behara modificado, aumento 500x.....	30
Micrografia 6: amostra envelhecida a 950°C por 240 horas, atacada com Behara modificado, aumento 500x.....	31
Micrografia 7: amostra envelhecida a 950°C por 480 horas, atacada com Behara modificado, aumento 500x.....	31
Micrografia 8: amostra envelhecida a 950°C por uma hora, atacada com 10% KOH, onde sigma é a fase mais escura, aumento 500x.....	32
Micrografia 9: amostra envelhecida a 950°C por 96 horas, atacada com 10% KOH, onde sigma é a fase mais escura, aumento 500x.....	33
Micrografia 10: amostra envelhecida a 950°C por 1032 horas, atacada com 10% KOH, onde sigma é a fase mais escura, aumento 500x.....	33

SUMÁRIO

RESUMO.....	7
1 OBJETIVO.....	8
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	9
2.1 Introdução	9
2.2 Fase sigma.....	11
2.2.1 Introdução.....	11
2.2.2 Morfologias e mecanismos de formação.....	16
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	21
4 RESULTADOS.....	27
4.1 Caracterização microestrutural.....	27
4.2 Identificação da fase sigma.....	32
4.3 Quantificação da fase ferrita.....	35
4.4 Quantificação de austenita	36
4.5 Determinação da microdureza.....	36
5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	38
6 CONCLUSÃO.....	40
REFERÊNCIAS.....	41

RESUMO

O presente trabalho analisou a influência do tempo de envelhecimento a 950°C por até 1032 horas na microestrutura do aço inoxidável dúplex UNS S32750 (SAF 2507), avaliando principalmente a formação de fase sigma. O material, após tratamentos térmicos, foi submetido a caracterização microestrutural por microscopia óptica, onde a fração volumétrica de sigma foi encontrada por meio de estereologia quantitativa; o volume de ferrita foi determinado através de um ferritoscópio e a fração volumétrica de austenita foi calculada, considerando a presença apenas das frações volumétricas de austenita, ferrita e sigma. A presença da fase sigma também foi acompanhada indiretamente pela medição da microdureza Vickers. Pode-se concluir que a precipitação de sigma durante o envelhecimento a 950°C do aço inoxidável dúplex em estudo se deu rapidamente logo nos primeiros minutos de envelhecimento e apresentou sempre uma morfologia maciça. Foi constatado também, que os mecanismos de formação de sigma foram os seguintes: decomposição eutetóide divorciada, precipitação contínua e formação e crescimento a partir da ferrita e austenita; podendo ser formada de mais de uma maneira concomitante. Por fim, observou-se que a dureza das amostras está diretamente ligada ao volume de sigma presente nas mesmas.

Palavras-chave: 1. Aço inoxidável superdúplex.
2. Fase sigma.
3. Nitreto de cromo.
4. Transformação de fases.

1. OBJETIVO

Nos aços inoxidáveis dúplex, ao ser realizado envelhecimento isotérmico, determinadas sequências de tratamento térmico, soldagem ou conformação a quente, a precipitação de fases indesejáveis pode ocorrer, ocasionando tanto redução de propriedades mecânicas quanto a diminuição a resistência à corrosão. Principalmente, ocorrem as precipitações de fase sigma e nitretos de cromo, que são amplamente estudadas entre 700°C e 900°C. Porém, considerando a carência de dados da cinética das transformações de fase no aço UNS S32750 a 950°C, o atual projeto de pesquisa tem por objetivo estudar a influência do tempo de envelhecimento a 950°C na microestrutura de um aço inoxidável dúplex UNS S32750.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Introdução

Aços inoxidáveis são aços com teores de cromo livre na matriz superior a 11% em massa, e por isso tem capacidade de formar película superficial aderente, não porosa e auto-regenerativa chamada de película passiva, que confere grande resistência à corrosão por pite. Além disso, adições de outros elementos de liga aumentam ainda mais sua resistência à corrosão. São eles: molibdênio, níquel e nitrogênio (**SEDRIKS, 1996**).

São geralmente utilizados nas indústrias onde há necessidade de altas resistências mecânica e à corrosão, como por exemplo, as indústrias petrolíferas, químicas, papel e celulose, dentre outras. Entre os aços inoxidáveis existem os ferríticos e os austeníticos, sendo que os primeiros apresentam elementos ferritizantes, como o cromo, silício e molibdênio, que tem capacidade de atuar como estabilizadores da fase ferrita, (CCC) (**SOLOMON e DEVINE, 1982**). Esses aços ferríticos apresentam ductilidade e tenacidade menores que os austeníticos e também apresentam transição de fratura dúctil-frágil. Contudo, são imunes a corrosão sob tensão e possuem baixo custo (**POTGIETER e CORTIE, 1991**).

Já os austeníticos além de possuírem elementos austenitizantes, que são: níquel, manganês, cobre, carbono e nitrogênio, os quais tem capacidade de estabilizar a austenita (CFC) (**SOLOMON e DEVINE, 1982**), possuem grande ductilidade, soldabilidade e tenacidade (**ECKENROD e PINNOW, 1984**), porém possuem alto custo devido ao preço do níquel, e são suscetíveis à corrosão sob tensão (**POTGIETER e CORTIE, 1991**).

Os aços inoxidáveis dúplex combinam as qualidades dos aços ferríticos e austeníticos (**POTGIETER e CORTIE, 1991**), principalmente grande resistência a corrosão, resistência mecânica e tenacidade.

O UNS S32750 (ou SAF 2507, cuja composição química típica é 25%Cr-7%Ni-4%Mo-0,27%N) apresenta 900 MPa de limite de resistência, 550 MPa de limite de escoamento, e alongamento em 50 mm mínimo de 25%. A maior resistência mecânica do aço UNS S32750 (SAF 2507), comparado com outro aço inoxidável comum, é associada ao maior teor de nitrogênio que em sua maioria se encontra em solução sólida intersticial na austenita, e do maior teor de elementos substitucionais, como cromo, níquel e molibdênio (**ECKENROD e PINNOW, 1984**), (**AGARWAL, 1988**), (**NILSSON, 1992**). Segundo (**FLOREEN e HAYDEN, 1968**) outro mecanismo de endurecimento importante nos aços

inoxidáveis dúplex está associado ao diminuto tamanho de grão desse material. A estrutura típica destes aços é composta em média por 40 a 45% de ferrita e 55 a 60% de austenita, obtidas após solubilização entre 1000°C e 1200°C e resfriamento brusco (NILSSON, 1992).

Nos aços inoxidáveis dúplex a resistência à corrosão por pite está diretamente ligada a composição química (SOLOMON e DEVINE, 1982); a resistência à corrosão por pite varia de acordo com o “índice de pite” (IP), quanto maior o IP maior será a sua resistência a corrosão, sendo o $IP = (\%Cr + 3,3 \%Mo + 16\%N)$. A composição química típica do UNS S32750 fornece a este aço valor de $IP=42,5$, IP acima de 40, sendo portanto considerado um aço inoxidável superdúplex (SEDRIKS, 1996).

No entanto, a precipitação de fase sigma, rica em elementos estabilizadores de ferrita, diminui consideravelmente a resistência à corrosão. Uma amostra solubilizada do aço SAF 2205 (UNS S31803), sem a presença de sigma, apresenta maiores potenciais de pite e de proteção que uma amostra envelhecida desse mesmo aço; o que mostra um resultado maléfico na presença de fase sigma sobre a resistência a corrosão por pite deste aço (MAGNABOSCO e ALONSO-FALLEIROS, 2003). Os pites em amostras envelhecidas deste mesmo aço acontecem nas interfaces entre a fase sigma e a matriz metálica, o que possivelmente acontece pelo empobrecimento em cromo e molibdênio dessas regiões. Proporcionando dureza e fragilidade elevadas, a fase sigma não é magnética à temperatura ambiente. Em sua presença a resistência à corrosão e a tenacidade do aço inoxidável ficam prejudicadas, mas pode ser útil por aumentar a dureza da liga de alto cromo quando esta for desejável (GILMAN, 1951).

Estudos (MAGNABOSCO, 2001) mostram que o aço UNS S31803 envelhecido a 850°C a partir de 1008h apresenta em sua microestrutura além de austenita e sigma, nitreto de cromo do tipo Cr_2N .

Nitretos de cromo, particularmente os do tipo Cr_2N , com o aumento do teor de nitrogênio como elemento de liga nos aços dúplex, podem precipitar principalmente entre 700°C e 900°C, e no resfriamento da temperatura de solubilização, pela supersaturação de nitrogênio na ferrita durante o resfriamento, levando a precipitação intergranular na ferrita e gerando austenita secundária. A precipitação de nitretos de cromo gera um empobrecimento de cromo nas regiões adjacentes aos precipitados podendo causar corrosão intergranular nos aços inoxidáveis. Para que essa região empobrecida em cromo não apresente uma alta velocidade de corrosão o teor de cromo deve estar preferencialmente acima de 12%.

Partículas de nitretos em tratamento isotérmicos se dão de preferência na interface ferrita/ferrita e ferrita/austenita pela mobilidade de cromo ser maior na ferrita e pelo fornecimento de nitrogênio da austenita (NILSSON, 1992). Assim a austenita se torna mais

sensível a corrosão, pelo fato de ter um teor de cromo menor que a ferrita. Estudos mostram que também as propriedades mecânicas desses aços são afetadas pela precipitação de nitretos de cromo.

Devido a frações volumétricas relativamente pequenas, a presença de nitretos é muito menos prejudicial ao aço que outras fases intermetálicas, como a fase sigma (NILSSON e WILSON, 1993).

2.2 Fase sigma

2.2.1 Introdução

A formação de fase sigma ocorre geralmente entre 700°C e 900°C (NILSSON, 1992), e esta fase origina-se basicamente da ferrita, por decomposição eutetóide (também gerando austenita secundária) e por nucleação e crescimento a partir da ferrita, pois a difusão de elementos formadores de sigma, particularmente cromo, é 100 vezes mais rápida na ferrita que na austenita (LAGNEBORG, 1991). Como mostrado em trabalho recente (DOS SANTOS, 2009) a difusão de Cr na fase ferrítica é mais rápida do que na fase austenítica, como apresenta a Figura 1.

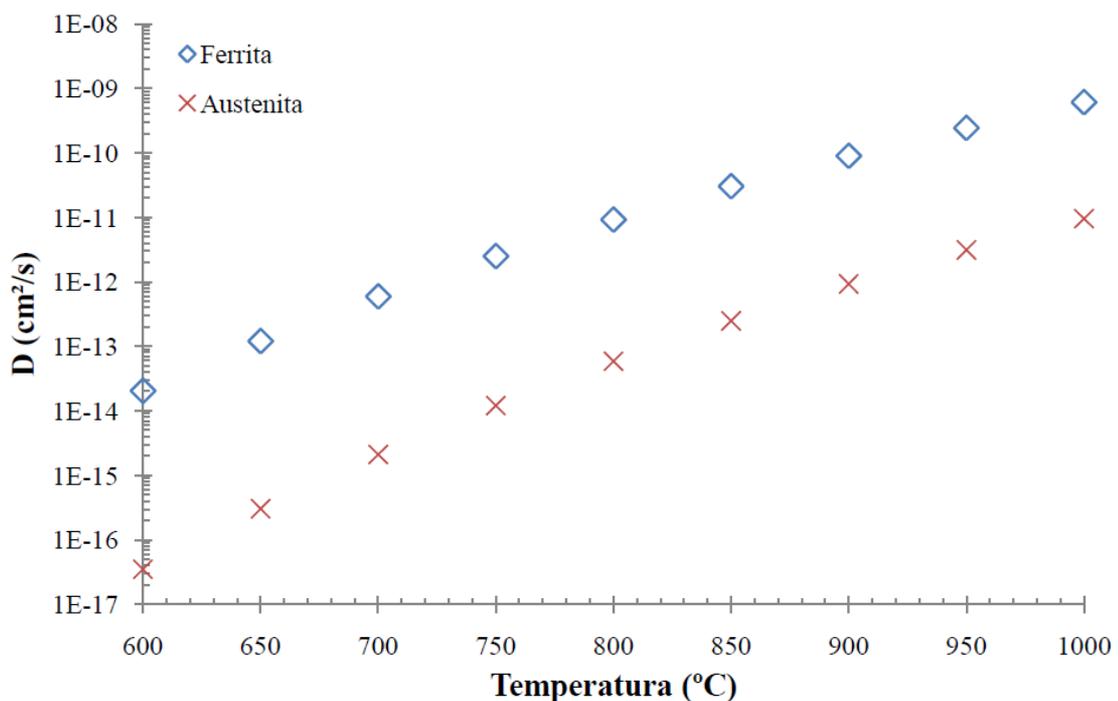


Figura 1. Coeficientes de difusão de cromo na ferrita e austenita em função da temperatura (DOS SANTOS, 2009).

No mesmo trabalho (DOS SANTOS, 2009) mostra-se que a difusão de cromo na ferrita é bem maior em relação a difusão de cromo austenita, em função da temperatura, como se percebe no gráfico da figura 2, onde nota-se que a razão entre o coeficiente de difusão de ferrita pelo coeficiente de difusão de austenita, quando a temperatura é 1000°C, é por volta de 50. Já quando a temperatura é 600°C a difusão da ferrita chega a ser em torno de 580 vezes maior.

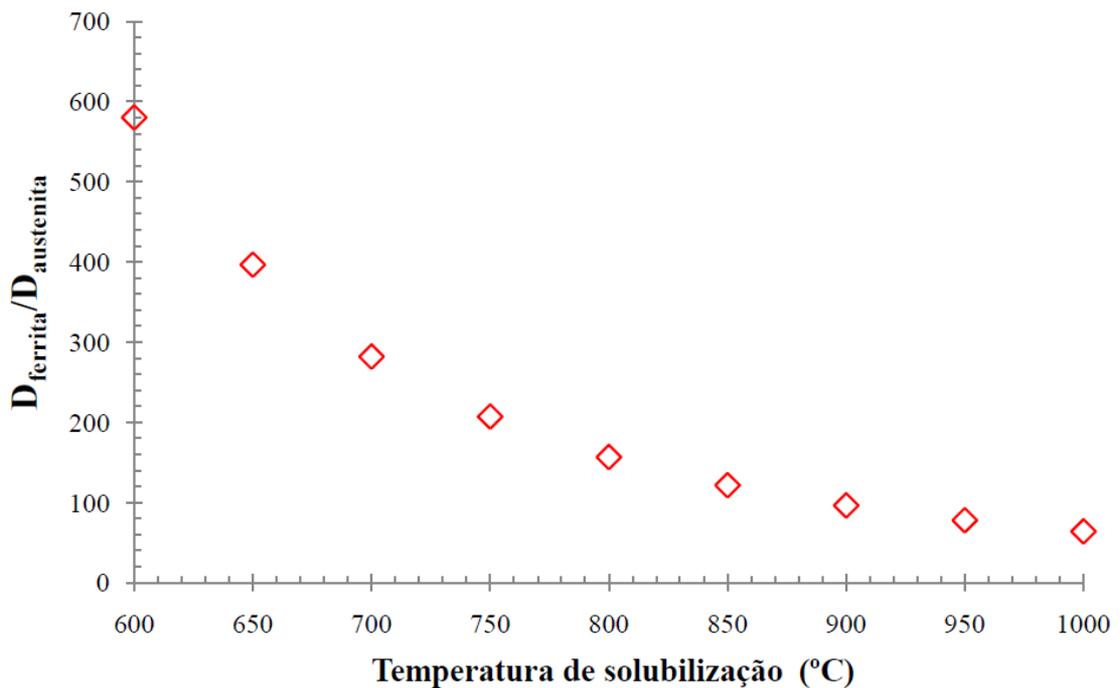


Figura 2. Gráfico da relação entre os coeficientes de difusão da ferrita e austenita (D_{α}/D_{γ}) em função da temperatura (°C) (DOS SANTOS, 2009).

Magnabosco (2009) estudando o comportamento do aço UNS S31803 em envelhecimentos de 700 a 900°C, demonstra que energia de ativação para a nucleação e crescimento de sigma na ferrita é similar à energia de ativação para a difusão do Cr na ferrita, e menor que a energia de ativação para a difusão do Cr na austenita, indicando a maior facilidade de difusão de cromo na ferrita e conseqüentemente nucleação e crescimento da fase sigma a partir da fase ferrítica. No entanto, esse comportamento não é observado para o material envelhecido a 900°C. Já a difusão de Mo na ferrita, no entanto, apresenta maior energia de ativação do que a energia de ativação para nucleação e crescimento da fase sigma na ferrita, ou seja, uma dificuldade maior de se locomover-se na ferrita. Isso mostra que provavelmente a difusão de Cr é o principal processo termicamente ativado envolvido na

formação de fase sigma.

Após o consumo de toda ferrita para formação de sigma, pode ocorrer a formação de fase sigma a partir da austenita (THORVALDSSON et al., 1984), (NILSSON, 1992) e (MAGNABOSCO, 2001).

O diagrama de precipitação isotérmica de fase sigma (tempo-temperatura-precipitação, TTP) para o aço UNS S31803 foi determinado em um trabalho de Magnabosco (2005), onde o mesmo mostra que a maior cinética de precipitação acontece a 850°C, como mostra a Figura 3.

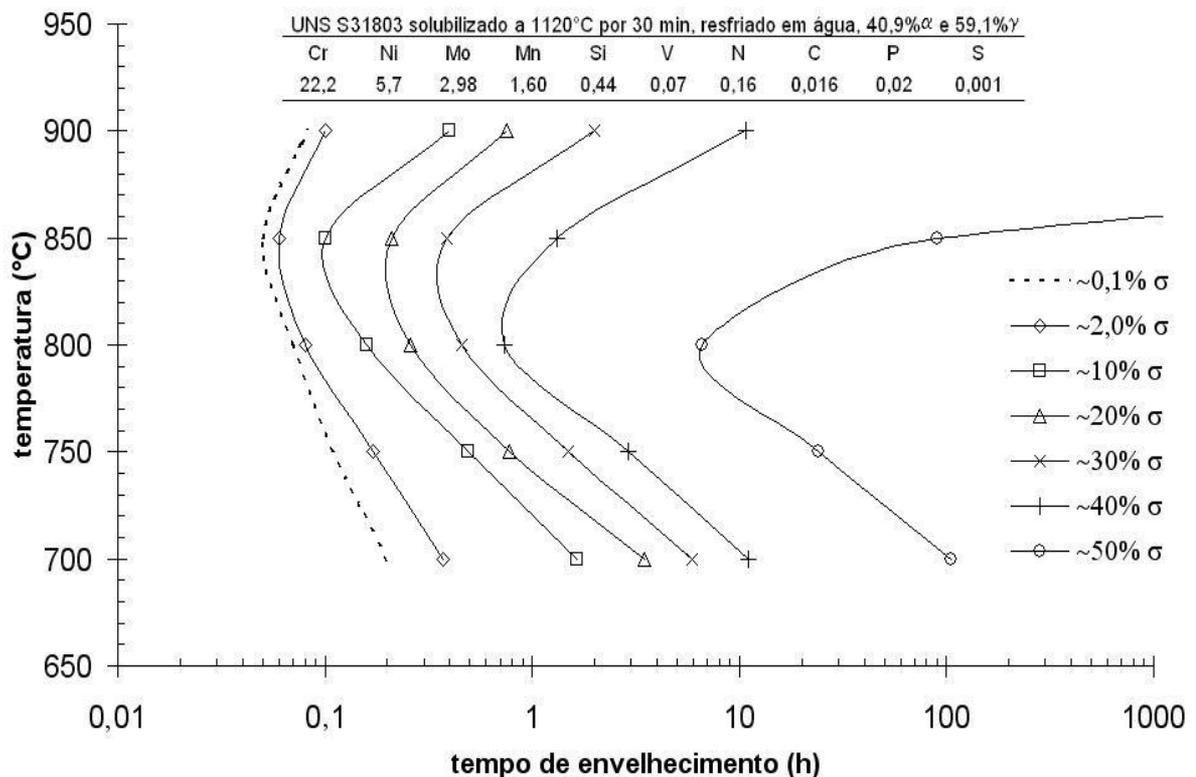


Figura 3. Diagrama de precipitação isotérmica de fase sigma (tempo-temperatura-precipitação, TTP) para o aço UNS S31803 (MAGNABOSCO, 2005).

A figura 4 mostra o gráfico que descreve a cinética de precipitação de fase sigma entre 800°C e 850°C de alguns aços inoxidáveis: dois aços inoxidáveis superdúplex (TURNBULL, et al, 2002), (DOMÍNGUEZ-AGUILAR, NEWMAN, 2006) e um dúplex (PARK, SHANKAR-RAO, KWON, 2005). Percebem-se grandes diferenças nos resultados encontrados, que possivelmente estão relacionadas à fração de ferrita presente nos aços superdúplex (o que pode mudar a composição química da ferrita, alterando a precipitação de fase sigma decorrente desta fase) ou à quantidade de contornos de grão e/ou interfaces ferrita/austenita presentes, capaz de comprometer o número de sítios de nucleação de fase

sigma, o que também acarretaria mudanças na cinética de formação desta fase.

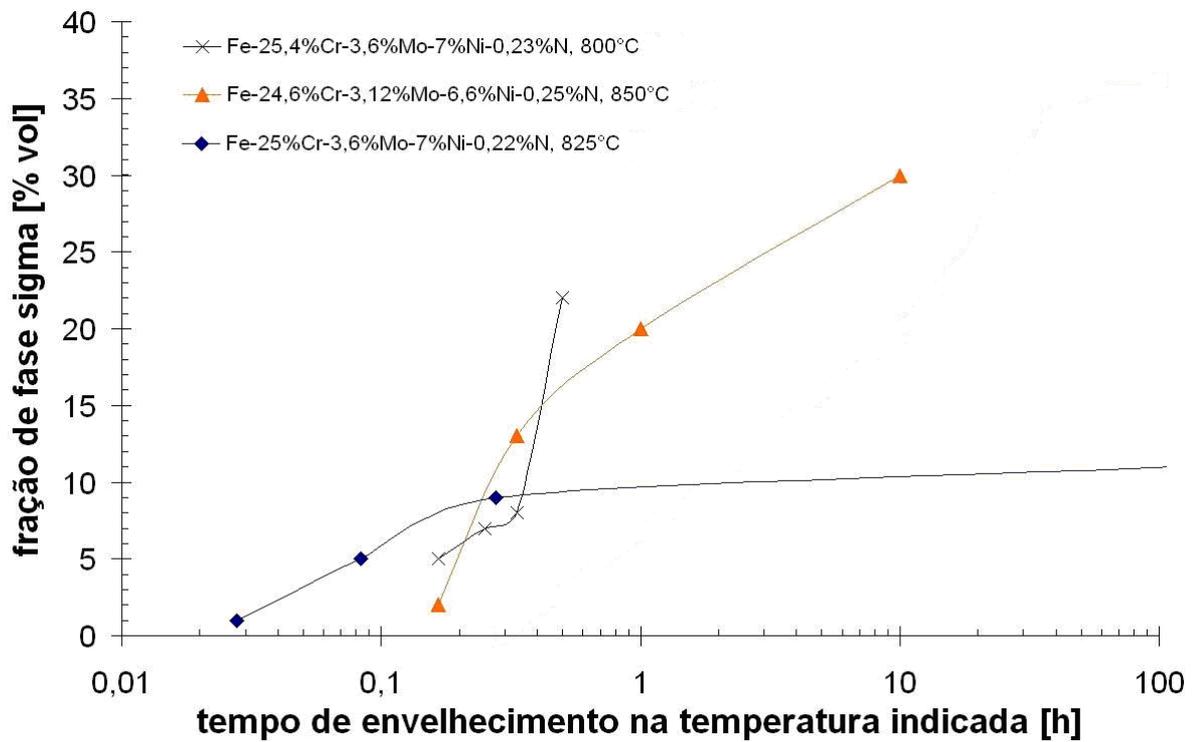


Figura 4. Fração de fase sigma em função do tempo de envelhecimento de dois aços inoxidáveis superdúplex (TURNBULL, et al., 2002), (DOMÍNGUEZ-AGUILAR; NEWMAN, 2006) e um dúplex (PARK, SHANKAR-RAO, KWON, 2005.).

A figura 5 mostra um gráfico da microdureza (0,5 HV) em função da fração volumétrica da fase sigma comprovando que com o aumento da fração volumétrica de sigma maior é a microdureza do aço UNS S31803 (MAGNABOSCO, OIYE, SUTTO, 2003).

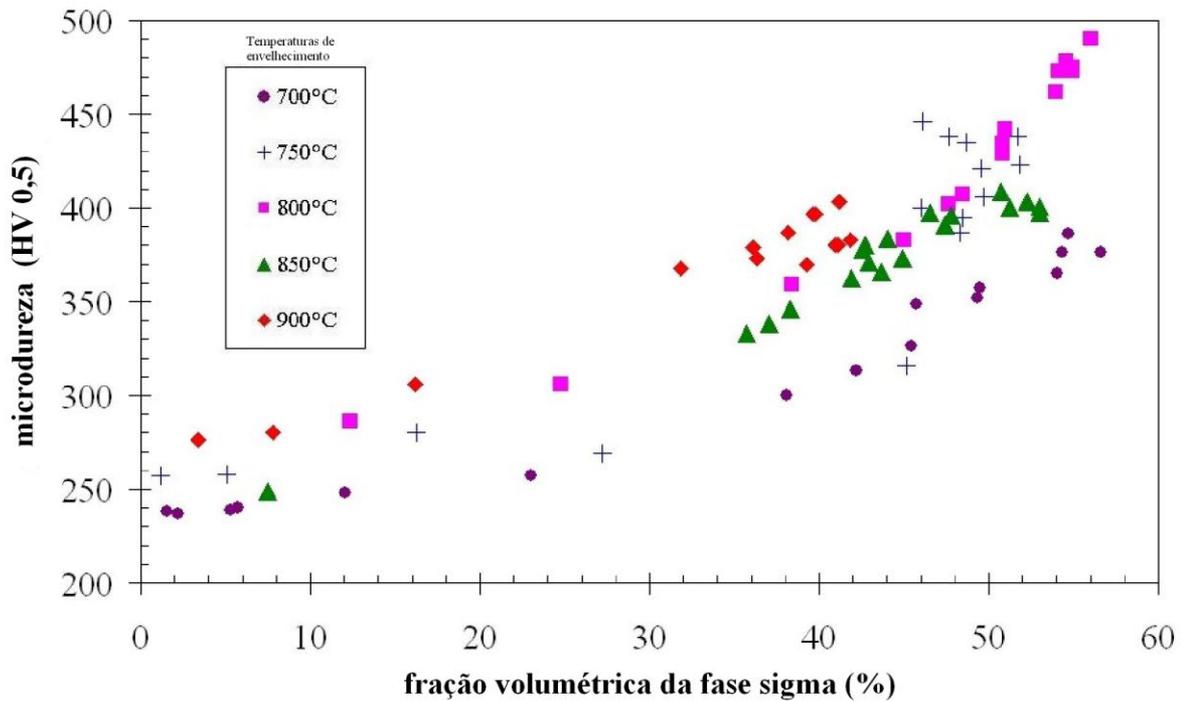


Figura 5. microdureza (HV 0,5) em função da fração volumétrica da fase sigma, do aço UNS S31803 (SAF2205) em diferentes temperaturas (MAGNABOSCO, OIYE, SUTTO, 2003).

A figura 6 mostra que em longo envelhecimento a 900°C do aço UNS S31803 (SAF2205) (MAGNABOSCO, OIYE, SUTTO, 2003), a fração volumétrica de fase sigma diminui dando indícios de que a sua composição foi alterada e isto sugere que acontecerá o mesmo quando ocorrer o envelhecimento a 950°C proposto neste projeto.

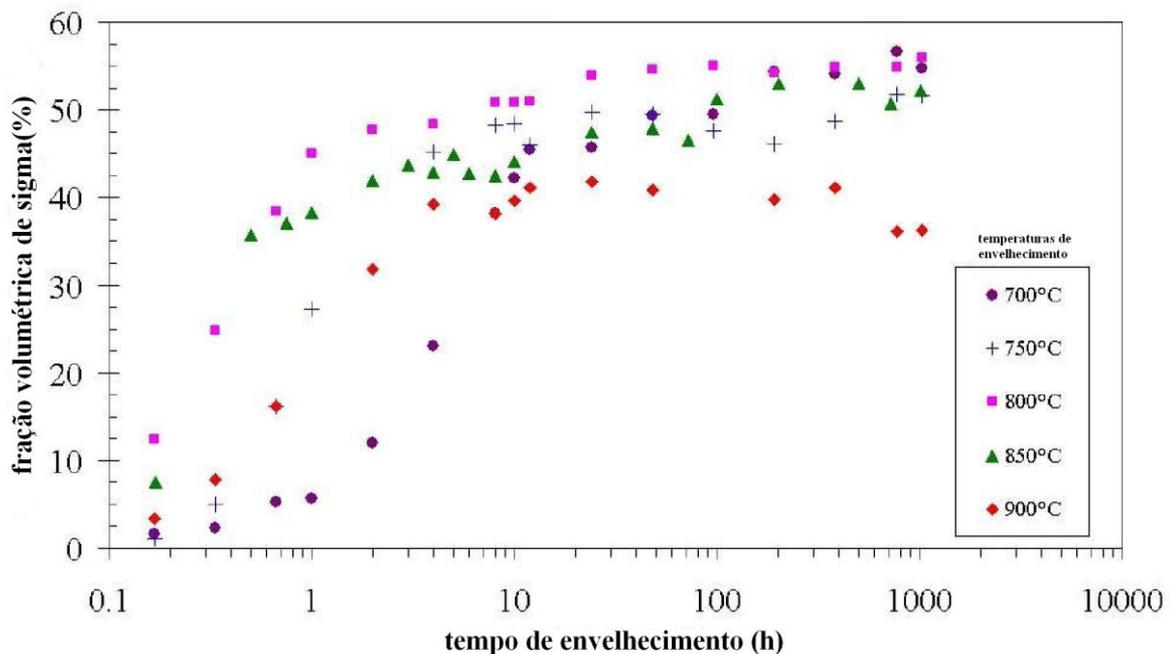


Figura 6. Fração volumétrica da fase sigma (determinada por metalografia quantitativa) em função da temperatura de envelhecimento, do aço UNS S31803 (SAF2205) em diferentes tempos (MAGNABOSCO, OIYE, SUTTO, 2003).

2.2.2 Morfologias e mecanismos de formação

Existem três prováveis maneiras de se formar fase sigma nos aços inoxidáveis: a primeira delas é nucleação e crescimento a partir da ferrita, podendo ser contínua ou descontínua. A ferrita se transforma em sigma e ferrita pobre em cromo e molibdênio. A ferrita carente de seus elementos estabilizadores pode tornar-se rica em níquel (elemento estabilizador da austenita) e ficar instável, gerando austenita secundária, que por sua composição química diferente da austenita original acaba sendo chamada desta maneira (**WAGNER e ZWILLING, 1984**).

O segundo mecanismo possível é a decomposição eutetóide da ferrita em fase sigma e austenita secundária, que pode se dar em morfologia lamelar ou divorciada (**MARTINS E CASTELETTI 2009**). A terceira maneira de formação da fase sigma é a partir da austenita, após o consumo de toda a ferrita presente no aço (**MAGNABOSCO e ALONSO-FALLEIROS, 2005**).

Assim, pode-se dizer que existem quatro mecanismos para a formação de sigma a partir da ferrita nos aços inoxidáveis dúplex (**BRANDI, PADILHA, 1990**):

- a. Precipitação contínua a partir da ferrita dando origem à ferrita empobrecida em Cr e Mo ($\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$);
- b. Precipitação descontínua a partir da ferrita dando origem à ferrita empobrecida em Cr e Mo ($\alpha \rightarrow \sigma + \alpha_2$);
- c. Decomposição eutetóide lamelar a partir da ferrita formando a austenita empobrecida em Cr e Mo ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$);
- d. Decomposição eutetóide divorciada a partir da ferrita formando a austenita empobrecida em Cr e Mo ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$).

Os mecanismos a e d geram sigma com morfologia maciça, e b e c geram sigma de morfologias lamelares (**BRANDI, PADILHA, 1990**). Segundo os autores, na temperatura de 700°C observou-se a formação de sigma começando como eutetóide lamelar, e posteriormente evoluindo com o tempo para eutetóide divorciado. Logo na temperatura de 850°C, para um aço DIN. W.Nr. 1.4460 de composição química: 22,2%Cr-5,77%Ni-2,92%Mo-0,13%Ni-0,22%C-0,41%Si-1,74%Mn, ocorre a formação desde o início por uma reação eutetóide divorciada, causando uma morfologia de sigma maciça com ilhas de austenita em seu interior.

Nilsson et al. (2000) afirmam que, ao serem comparadas diferentes temperaturas, constata-se que nas mais elevadas ocorre a formação de partículas maiores, sendo que podem ocorrer estruturas eutetóides compostas de fase sigma e austenita em alguns casos.

Em alguns trabalhos (**MAGNABOSCO, 2001**), (**MAGNABOSCO, 2005**) e (**MAGNABOSCO e ALONSO-FALLEIROS, 2005**) a precipitação de fase sigma foi explorada, e se constatou que de forma geral em até 0,1 hora de envelhecimento entre 700°C e 900°C a fase sigma se formou nas interfaces ferrita/ferrita ou ferrita/austenita, pela decomposição eutetóide da ferrita presente, gerando também austenita secundária. Após 0,1 hora de envelhecimento constatou-se que as frações volumétricas de ferrita e austenita diminuíram, mostrando que o aumento da fração volumétrica da fase sigma partiu tanto pelo consumo da ferrita quanto da austenita presentes, juntamente com a decomposição eutetóide da ferrita. Após 100 horas de envelhecimento a 850°C do aço SAF 2205 (UNS S31803) as únicas fases presentes eram sigma e austenita (**MAGNABOSCO, OIYE, SUTTO, 2003**).

Em estudos de Romana (2009) com o aço UNS S32750 envelhecido entre 700 e 900°C, foi constatado que a 700°C, a fase ferrita foi consumida completamente a partir de 48 horas. Nas demais temperaturas a fase ferrita foi consumida mais rapidamente, inexistindo a partir de 12 horas, o que demonstra como a fase sigma se forma de preferência a partir da ferrita presente no aço. A partir deste momento há uma mudança no mecanismo de formação e crescimento de sigma, que se dá a partir da fase austenita, que também possui os elementos geradores de sigma.

Ainda neste mesmo trabalho as amostras estudadas foram divididas em dois grupos, um de 700 a 800°C, e outro de 850 a 900°C. No grupo com as menores temperaturas, foi identificada morfologia lamelar nas microestruturas e mecanismos semelhantes na formação da fase sigma. Houve decomposição eutetóide lamelar, precipitação descontínua e crescimento de sigma a partir da austenita e ferrita, apenas com um desvio na ocorrência de cada mecanismo entre as temperaturas.

Já as amostras envelhecidas entre 850 e 900°C proporcionaram uma fase sigma com morfologia maciça em sua maioria. Nestas temperaturas os mecanismos de formação de sigma foram: decomposição eutetóide divorciada, precipitação contínua, e formação e/ou crescimento de sigma a partir da austenita e ferrita. Nessas temperaturas foi verificado que a formação de sigma aconteceu por meio de mais de um mecanismo num mesmo intervalo de tempo. Tal fato mostra que temperaturas mais elevadas ofertam condições mais propícias à formação de sigma, comprovado ao se constatar volumes expressivos desta fase logo nos tratamentos mais curtos.

Tais observações confirmam o estudo de Barbosa *et al.* (1976) com um aço inoxidável dúplex de composição 31,03%Cr – 8,99%Ni – 0,34%Si – 1,4%Mn – 0,12%C, onde os autores afirmam que em temperaturas mais elevadas (por exemplo 900°C) há predominantemente morfologia de sigma maciça. Já para temperaturas mais baixas há a predominância de microestrutura lamelar. Tal fato sugere que, no presente estudo, ocorrerá uma morfologia de sigma maciça e com os mesmos mecanismos de formação de sigma; além disso, espera-se que logo nos intervalos mais curtos já serão perceptíveis os mecanismos de formação de sigma, pela temperatura de 950°C ser próxima da temperatura de 900°C.

Em estudos com o aço UNS S31803, Magnabosco (2009) demonstra que existem grandes evidências de que a fase sigma formada a 900° C apresenta morfologia de partículas isoladas, formadas a partir da ferrita. No entanto, entre 700 e 800° C é observada decomposição eutetóide da ferrita, gerando uma morfologia lamelar de fase sigma e austenita secundária (empobrecida em Cr e Mo). Já a 850°C, a fase sigma pode ser formada a partir de três mecanismos diferentes: nucleação e crescimento a partir ferrita original, decomposição eutetóide da ferrita (também formando austenita secundária) e crescimento a partir austenita após o consumo total da ferrita original. Estes três mecanismos levam a diminuição de Cr na matriz metálica ao redor da fase sigma, conseqüentemente diminuindo a resistência a corrosão.

A figura 3 mostra a fração volumétrica da fase austenita, do aço UNS S31803 (SAF2205), em função do tempo (MAGNABOSCO, DONATO, GERZELY, 2003), que variou bastante dependendo da temperatura de envelhecimento. Entende-se que quando aumenta a fração de austenita o mecanismo de formação da fase sigma se deu principalmente pela decomposição eutetóide da ferrita, gerando sigma e austenita; e quando diminui a fração de austenita, sigma está sendo formada pela nucleação e crescimento a partir da austenita na ausência da ferrita. A fração volumétrica de austenita foi calculada a partir da equação $\% \gamma = 100 - \% \alpha - \% \sigma$ onde γ , α e σ são respectivamente a fração volumétrica de austenita, ferrita e sigma (MAGNABOSCO, DONATO, GERZELY, 2003).

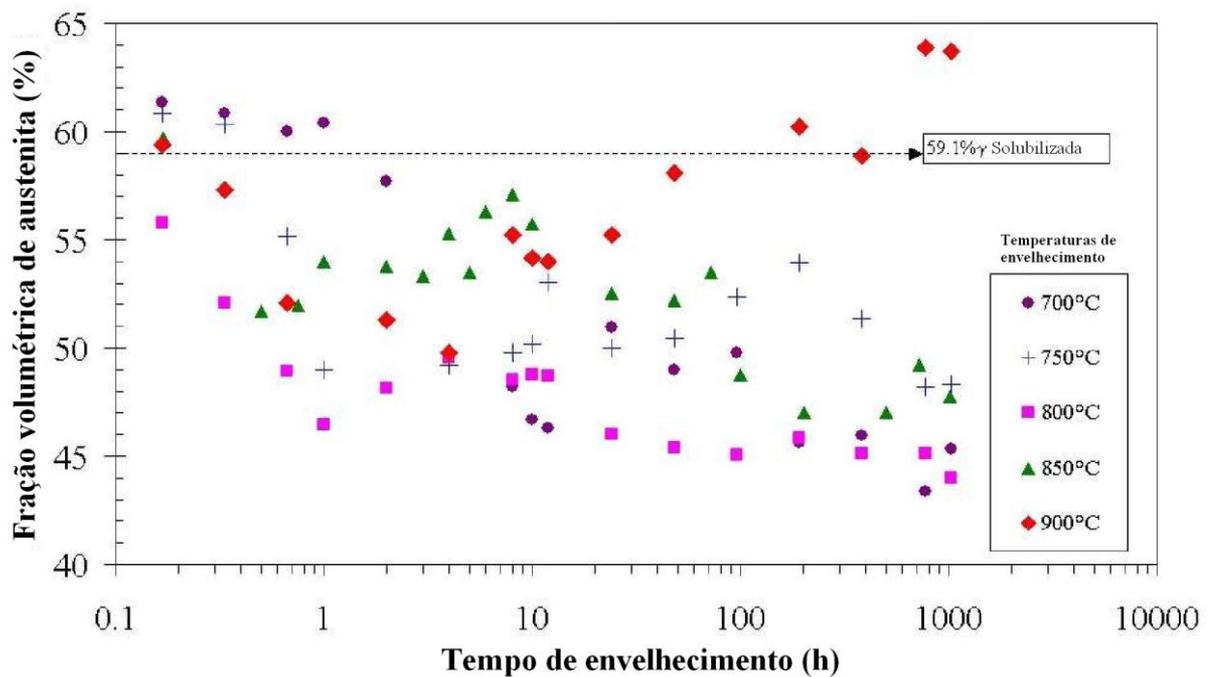


Figura 7. Fração de fase austenita em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S31803 (SAF 2205) em diferentes temperaturas (MAGNABOSCO, DONATO, GERZELY, 2003).

Romana (2009) em estudo com o UNS S32750, demonstra que tal aço em envelhecimento a 900°C, apresenta frações volumétricas significativas de sigma logo nas amostras iniciais (10 e 30 minutos); ao mesmo tempo em que a fração volumétrica de ferrita cai bruscamente (figura 8). É possível notar que até 2 horas, o volume de sigma continua crescendo e o volume de ferrita permanece estável, o que sugere que a sigma formada nesse intervalo originou-se a partir da austenita presente no aço. De 2 a 6 horas o volume de ferrita volta a cair enquanto o de sigma continua crescendo. A partir de 6 horas, a fração volumétrica de sigma se estabiliza e continua assim até 1032 horas.

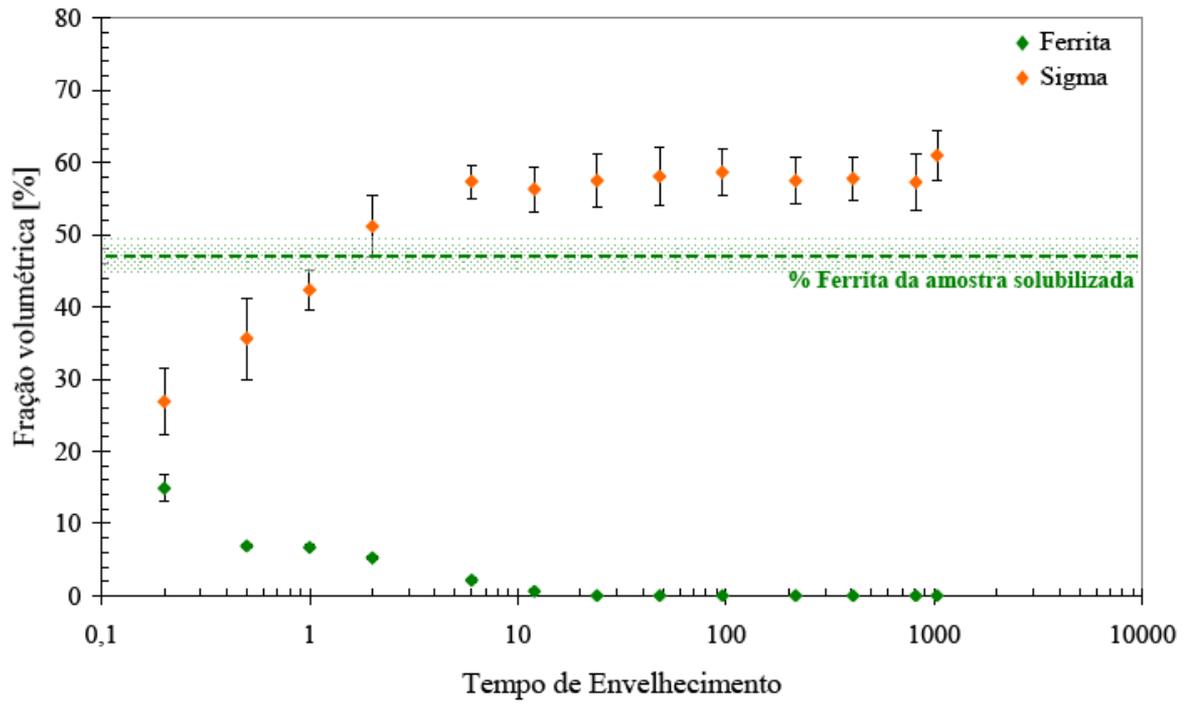


Figura 8. Frações volumétricas de ferrita e sigma do aço UNS S 32750 envelhecido a 900°C (ROMANA 2009).

3 MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo (UNS S32750) foi adquirido pelo Centro de Desenvolvimento de Materiais Metálicos – CDMatM-FEI – da empresa Sandvik em forma de barra cilíndrica de 20 mm de diâmetro e 171 mm de comprimento, laminada a quente e posteriormente tratada a 1100°C por 30 minutos e resfriada em água. A composição química do material pode ser constatada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química (% em massa) do aço em estudo.

Cr	Ni	Mo	Mn	N	C	Si	Cu	P	S	Fe
24,95	6,91	3,79	0,43	0,263	0,015	0,26	0,083	0,017	0,001	Balanço

A partir do material como recebido, cortou-se a barra cilíndrica em 12 partes, sendo que uma ficou apenas solubilizada e em 11 foram realizados envelhecimentos isotérmicos a 950°C por tempos variando entre 10 minutos a 1032 horas (em onze diferentes intervalos), seguidos de resfriamento em água, com o objetivo de produzir microestruturas com diferentes frações de fases. Os tratamentos foram conduzidos em forno tubular Lindberg (Figura 9), (com variação máxima de temperatura de 2°C), sob atmosfera de nitrogênio puro (99,99% N₂) para evitar oxidação excessiva da superfície nos tratamentos mais longos, e impedir a perda de nitrogênio das amostras, como constatado pelo professor-proponente em trabalhos anteriores (MAGNABOSCO, 2001).

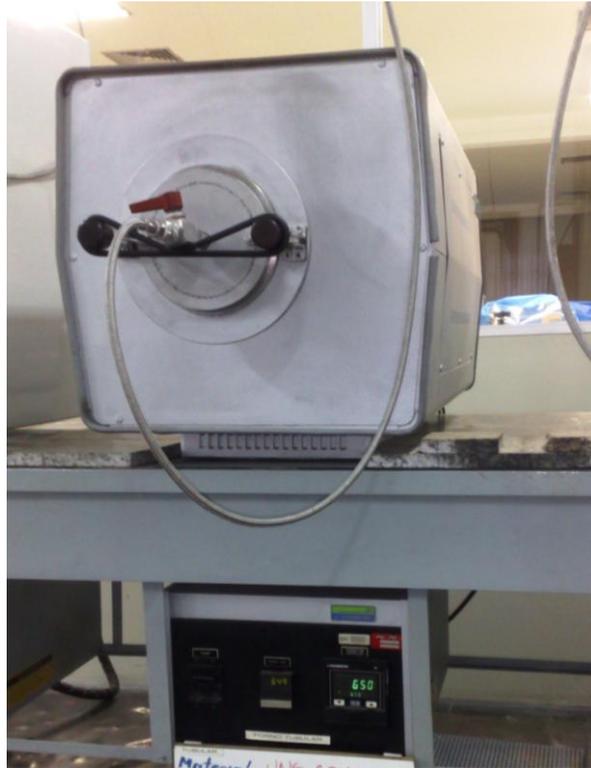


Figura 9. Forno tubular Lindberg, com atmosfera controlada. CDMatM-FEI.

De cada uma das 12 amostras apenas 1/4 foi embutido em resina termofixa de cura a quente (baquelite), gerando corpos-de-prova metalográficos como o mostrado na Figura 10, sendo que a seção de observação corresponde à seção longitudinal da barra original.



Figura 10. Amostra do aço (UNS S32750) cortado na longitudinal e embutido em resina termofixa de cura a quente (baquelite).

Os corpos-de-prova metalográficos foram embutidos na seção longitudinal, e sofreram lixamento até 600 mesh, para em seguida serem polidos utilizando pasta de diamante de granulação 6 μm , 3 μm e finalmente 1 μm , sempre utilizando como lubrificante das etapas de polimento álcool etílico, em equipamento de polimento semi-automático Struers Abramin (Figura 11) do CDMatM-FEI.



Figura 11. Equipamento de polimento semi-automático Struers Abramin. CDMatM-FEI

Para a revelação da microestrutura foi utilizado o reativo de Behara modificado, cuja composição é 20 ml de ácido clorídrico, 80 ml de água destilada e deionizada e 1 g de metabissulfito de potássio; a esta solução de estoque, são adicionados 2 g de bifluoreto de amônio, e o ataque pôde então ser conduzido durante até dois minutos de imersão. O ataque foi interrompido com água, e a superfície de observação seca através da evaporação de álcool etílico, auxiliada por jato de ar.

Para a identificação de fase sigma foi utilizado ataque eletrolítico seletivo com solução 10% de hidróxido de potássio, a 2 Vcc de diferença de potencial durante 30 segundos, realizado no equipamento para ataque eletrolítico STRUERS LECTROPOL-5 (Figura 12). Todas as amostras preparadas metalograficamente foram observadas num microscópio LEICA DMLM (Figura 13) do CDMatM-FEI. A formação de fase sigma nas amostras foi também acompanhada indiretamente pela medição de microdureza Vickers das amostras, em

microdurômetro Shimadzu HMV-2 (Figura 14) do CDMatM-FEI. Foram realizadas 20 medições por amostra, utilizando carga de 0,5 kgf.



Figura 12. Equipamento para ataque eletrolítico STRUERS LECTROPOL-5. CDMatM-FEI.



Figura 13. Microscópio LEICA DMLM. CDMatM-FEI.



Figura 14. Microdurômetro Shimadzu HMV-2. CDMatM-FEI.

A fração volumétrica de ferrita (α) foi obtida com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER modelo MP30 (Figura 15) do CDMatM-FEI, calibrado com o auxílio de padrões, tendo como limite de detecção 0,1% de ferrita. Vinte medições foram realizadas em cada uma das séries de amostras. Já a fração volumétrica de fase sigma (σ) foi determinada por estereologia quantitativa: as amostras, após o ataque eletrolítico em hidróxido de potássio já descrito, foram submetidas a análise de imagens através do software QMetals, parte integrante do sistema de análise de imagens LEICA Q500/W, conectado ao microscópio LEICA DMLM anteriormente citado, também pertencente ao CDMatM-FEI. Foram analisados 30 campos por amostra, colhidos aleatoriamente.



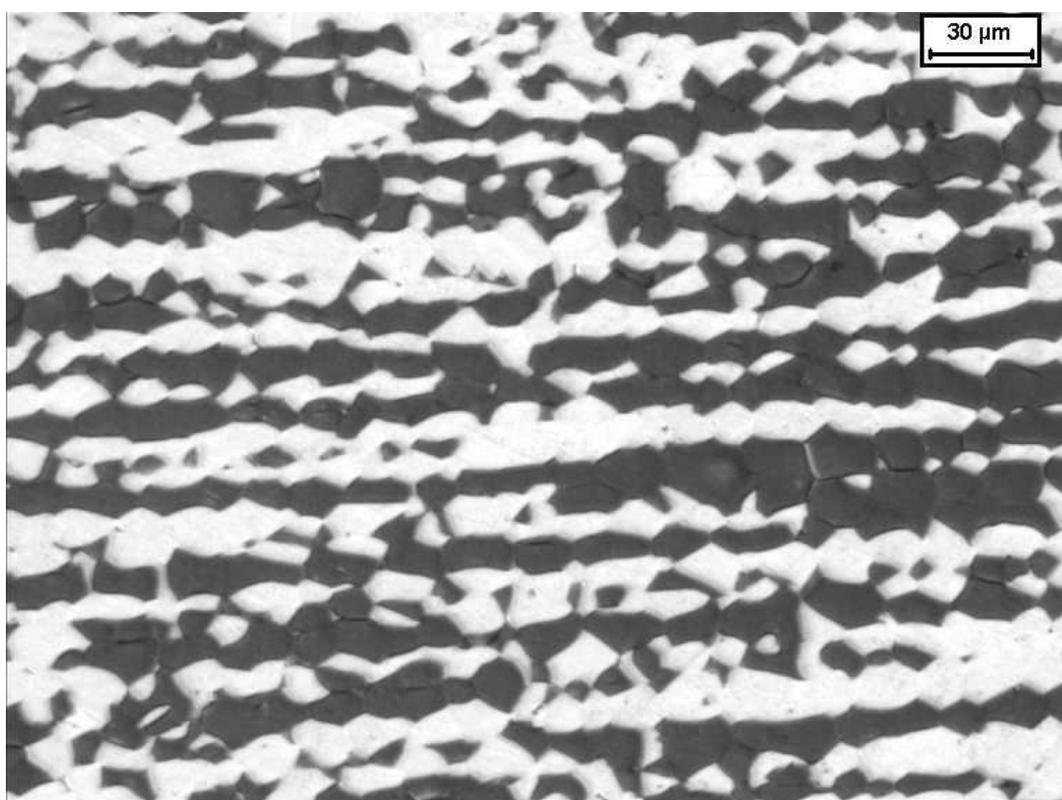
Figura 15. Ferritoscópio FISCHER modelo MP30. CDMatM-FEI.

A fração volumétrica de austenita foi calculada a partir da equação $\% \gamma = 100 - \% \alpha - \% \sigma$ onde $\% \gamma$, $\% \alpha$ e $\% \sigma$ são respectivamente as frações volumétricas de austenita, ferrita e sigma, assumindo que apenas estas três fases estão presentes na microestrutura.

4 RESULTADOS

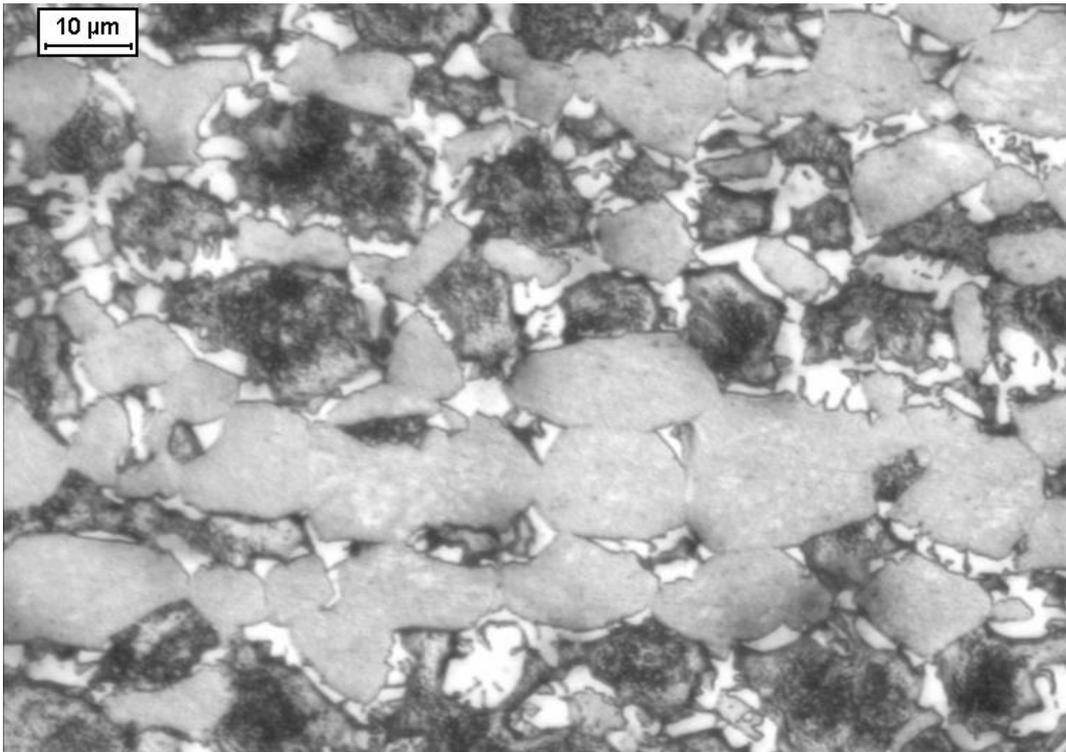
4.1 Caracterização microestrutural.

Após preparação metalográfica e ataque em solução de Behara modificado foi observada na amostra solubilizada a presença apenas das fases ferrita (mais escura) e austenita (mais clara), orientadas no sentido da laminação, como mostra a micrografia 1.



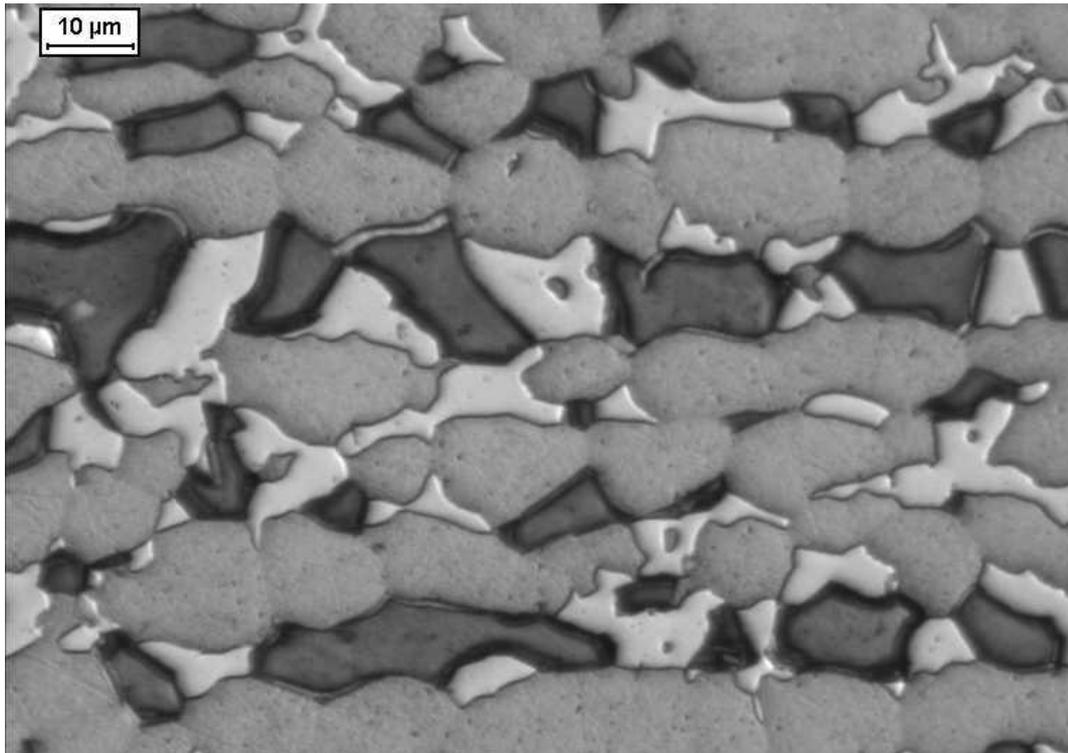
Micrografia 1: amostras solubilizada do aço (UNS S32750), atacada com Behara modificado, aumento 200x.

Como observa-se na micrografia 1, não há presença da fase sigma na amostra solubilizada atacada com Behara modificado, observa-se uma fase mais clara sendo a austenita e outra mais escura sendo a ferrita. Já as amostras envelhecidas a 950°C, atacadas com Behara modificado, apresentam sigma logo nos primeiros minutos de envelhecimento, como visto na micrografia 2, onde a fase cinza é a austenita, a fase preta é a ferrita, e nota-se o começo de formação de sigma, como a fase em branco; percebe-se também como esta fase se origina nas interfaces ferrita/ferrita e ferrita/austenita comprovando o que diz a literatura sobre a fase sigma.

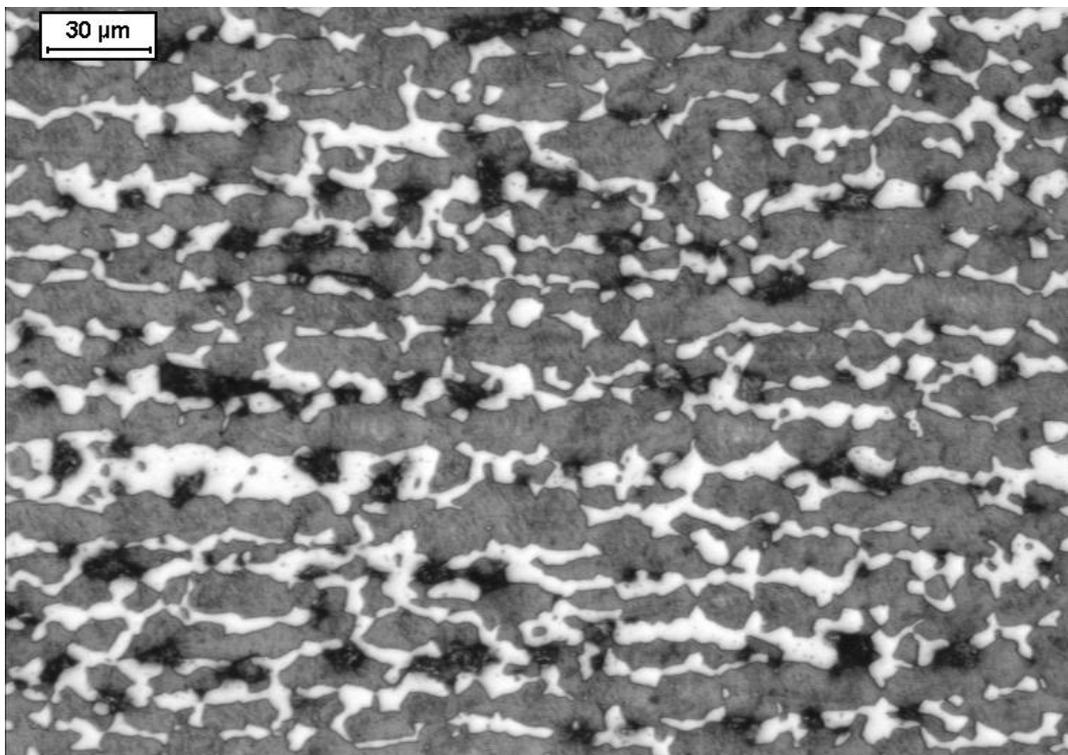


Micrografia 2: amostra envelhecida a 950°C por 10 minutos, atacada com Behara modificado, aumento 500x.

Pela micrografia 3 e 4, amostras envelhecidas a 950°C por 4 e 24 horas, respectivamente, observa-se claramente que a fase sigma (branca) inicia-se sempre nos contornos ferrita/ferrita ou ferrita/austenita e em seguida cresce sobre a ferrita (preta), sempre na forma maciça, assim, nota-se o visível aumento da fração volumétrica de sigma e a diminuição da fração volumétrica de ferrita; contudo aparentemente a austenita (cinza) continua inalterada.

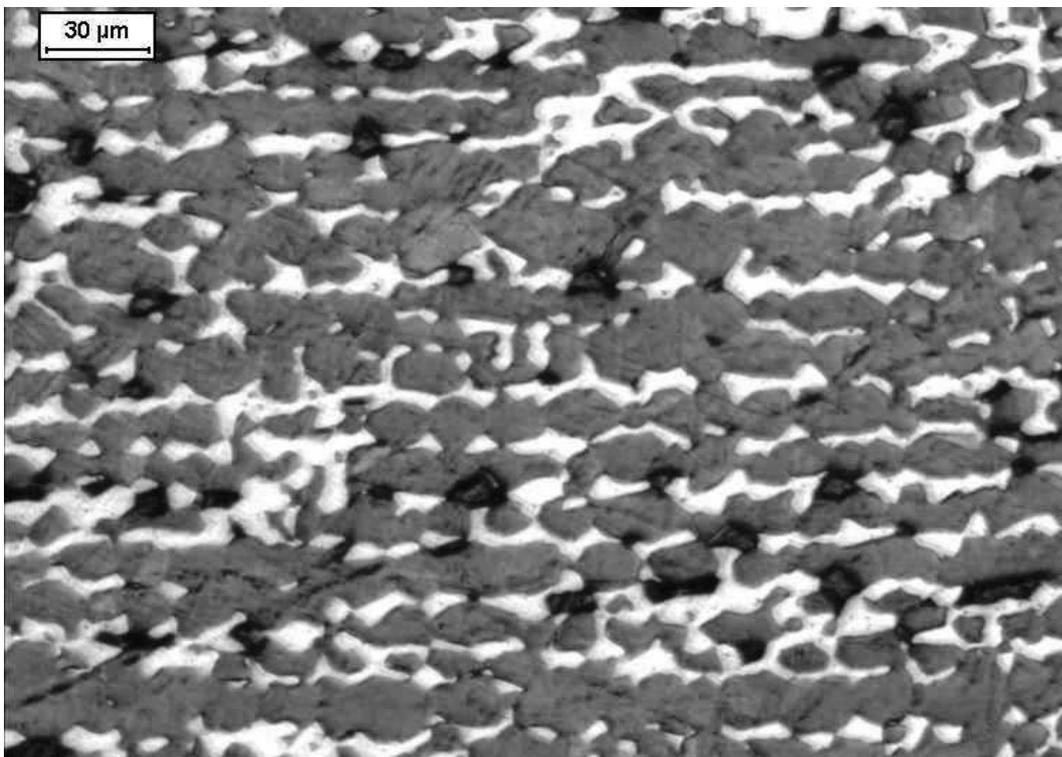


Micrografia 3: amostra envelhecida a 950°C por 4 horas, atacada com Behara modificado, aumento 500x.

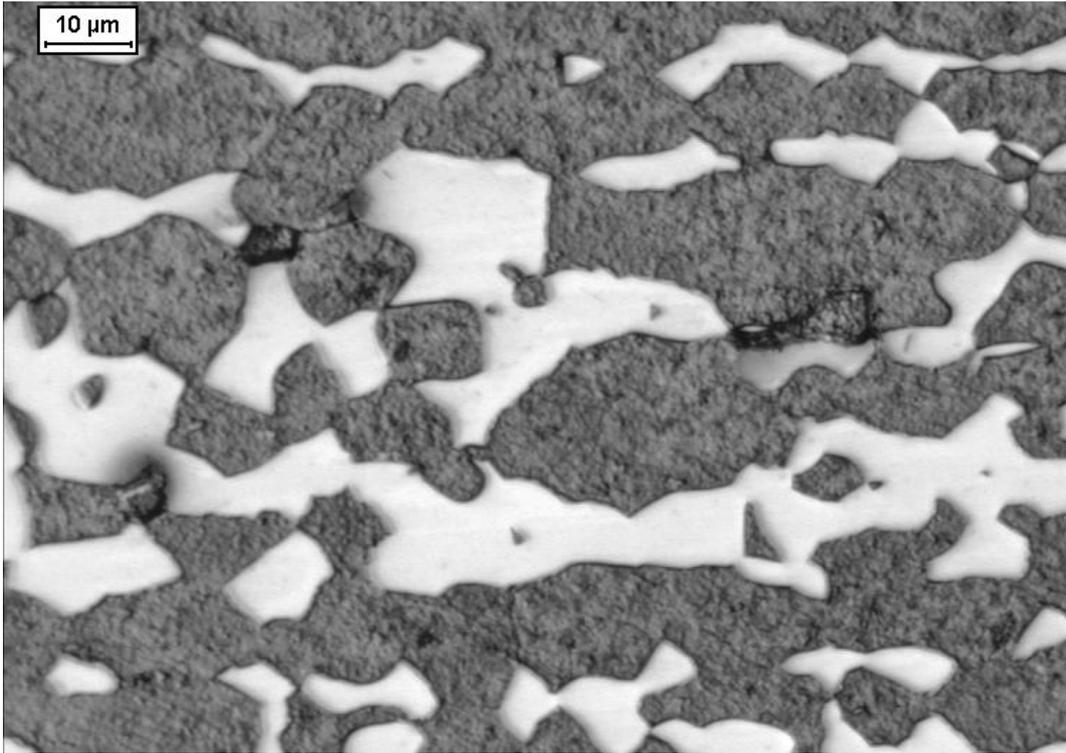


Micrografia 4: amostra envelhecida a 950°C por 24 horas, atacada com Behara modificado, aumento 200x.

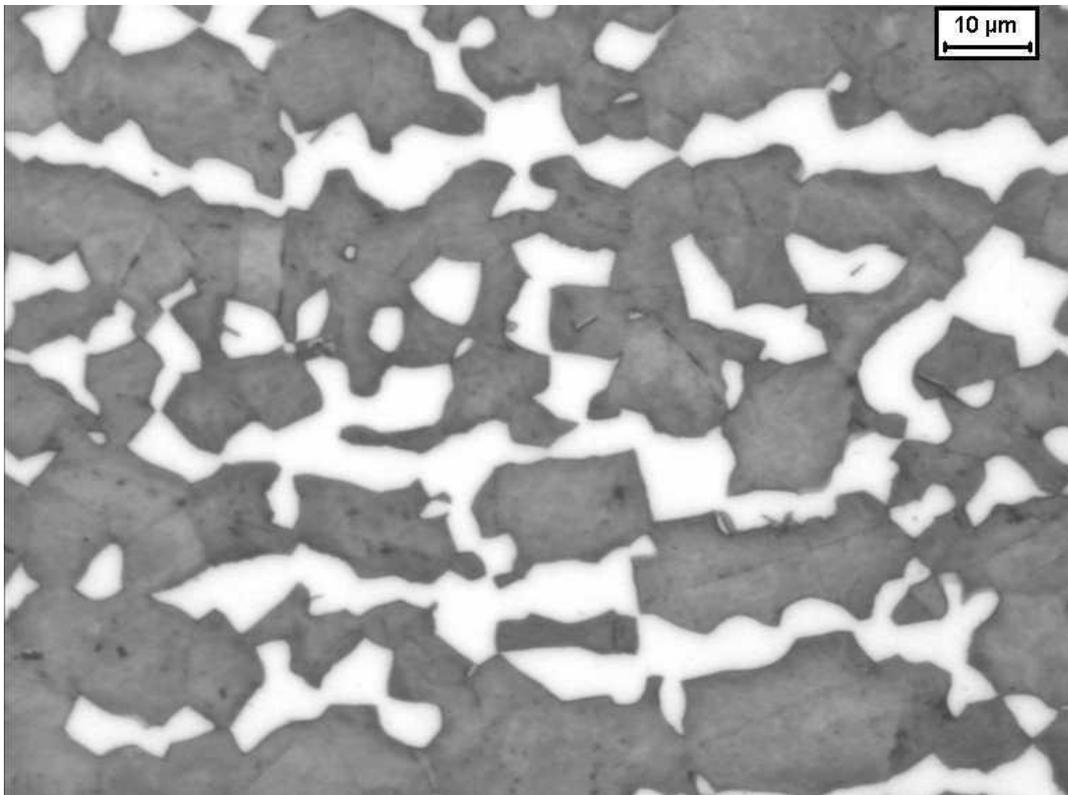
Com a micrografia 5, amostra envelhecida a 950°C por 96 horas, continua-se a observar que a fase ferrita (preta) segue diminuindo enquanto aumenta a fase sigma (branca). Nas micrografias 6 e 7, amostras envelhecidas a 950°C por 240 e 480 horas, respectivamente, pode-se observar na primeira que a fração volumétrica de ferrita (preta) é praticamente nula; o que comprova o fato de que para formação de sigma a ferrita é consumida primeiramente; na última, além de não se notar a fase ferrita, observa-se o aumento de fase sigma, apontando o surgimento de sigma a partir da austenita. Além disso, nota-se que nessa temperatura de envelhecimento (950°C), sigma apresentou somente morfologia maciça, nunca lamelar.



Micrografia 5: amostra envelhecida a 950°C por 96 horas, atacada com Behara modificado, aumento 200x.



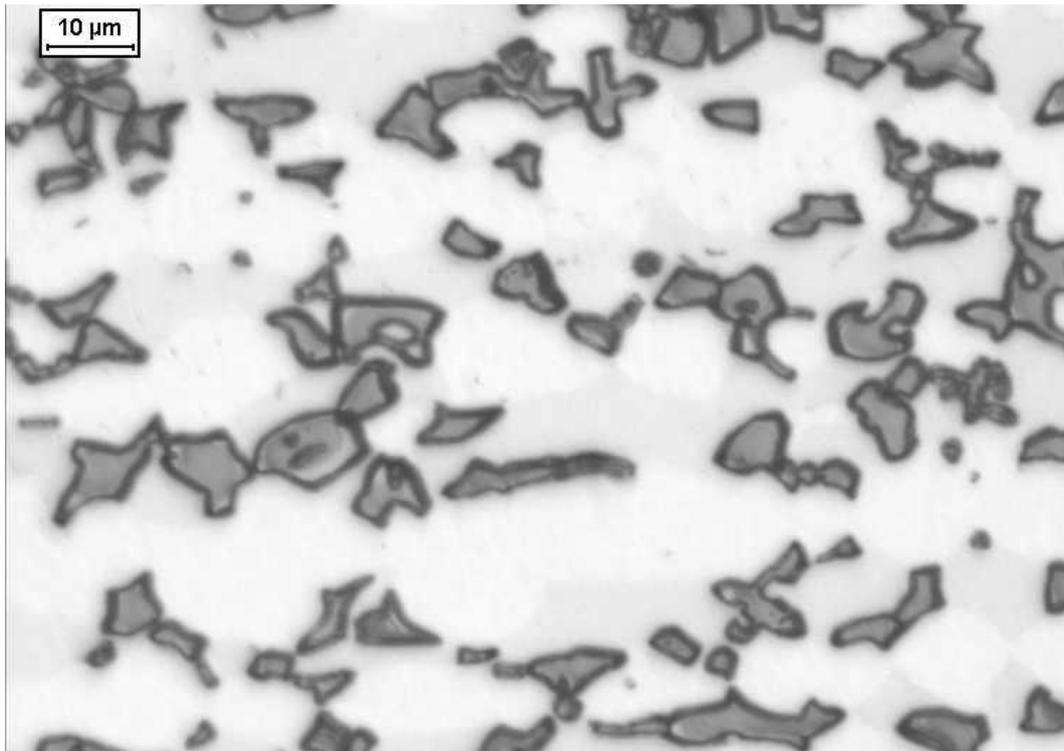
Micrografia 6: amostra envelhecida a 950°C por 240 horas, atacada com Behara modificado, aumento 500x.



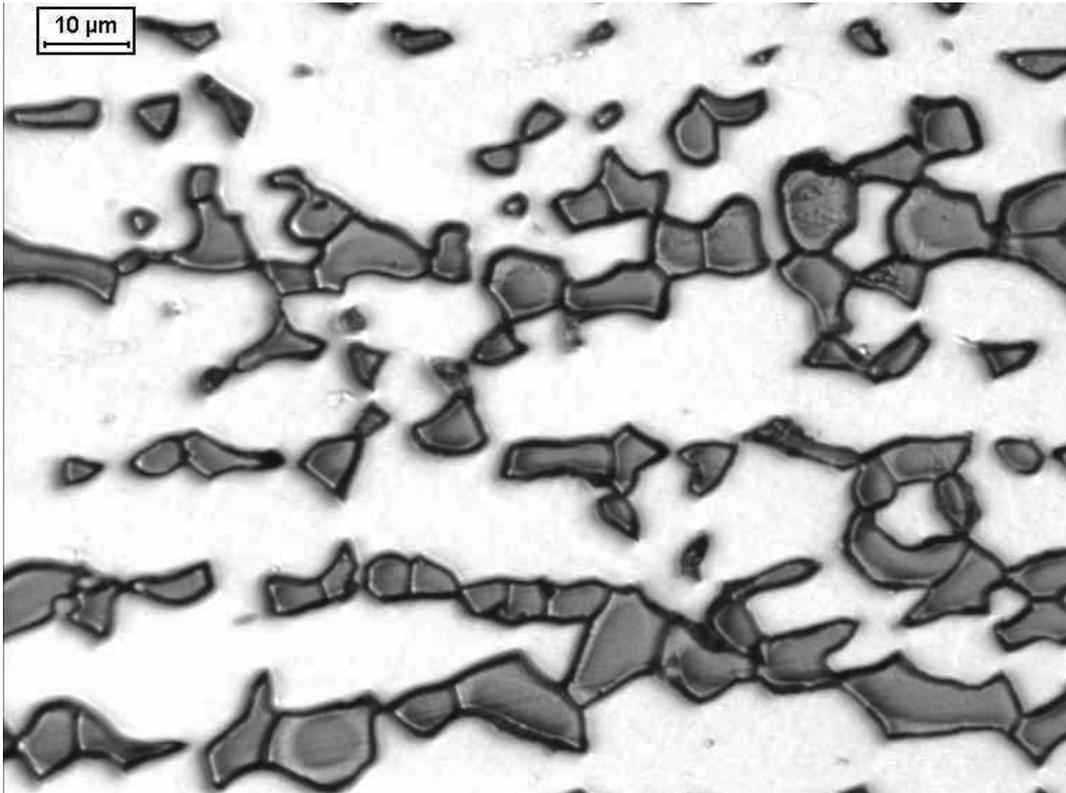
Micrografia 7: amostra envelhecida a 950°C por 480 horas, atacada com Behara modificado, aumento 500x.

4.2 Identificação da fase sigma.

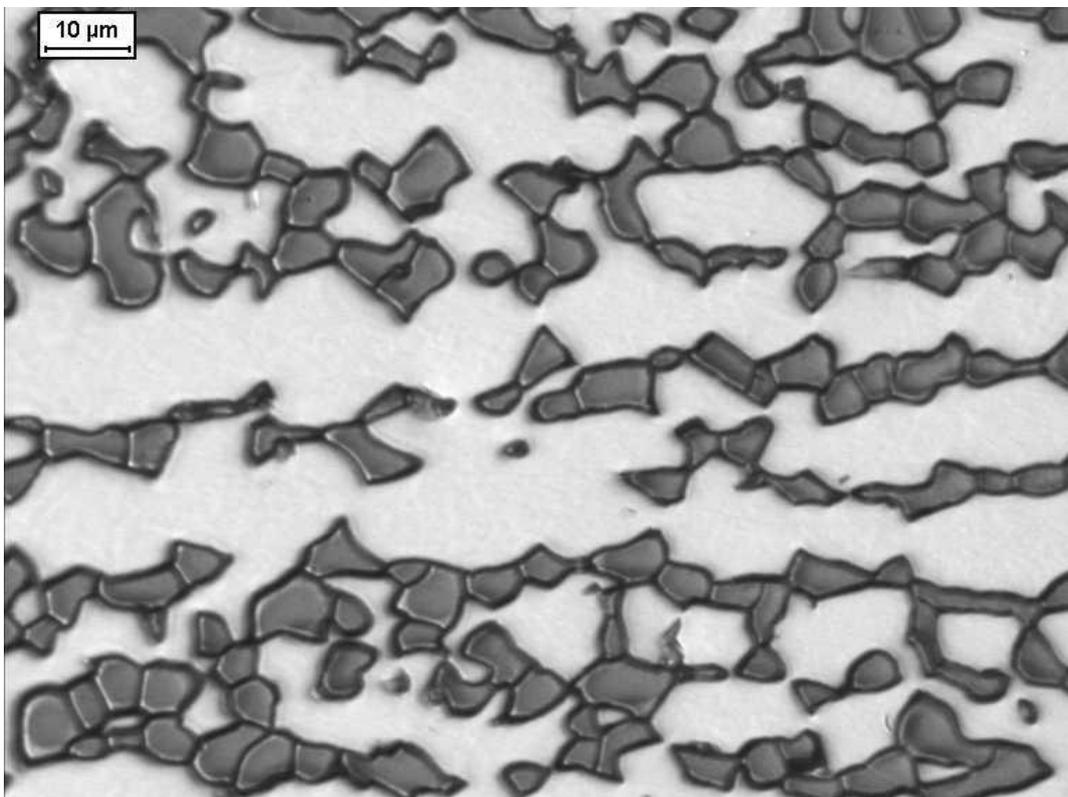
A identificação da fase sigma foi feita a partir do ataque eletrolítico a 2 Vcc com solução 10% de hidróxido de potássio. Assim pode-se observar como a quantidade de fase sigma aumentou conforme o tempo de envelhecimento, como demonstram as micrografias 8, 9 e 10 a seguir, onde sigma é a fase mais escura e maciça (preta).



Micrografia 8: amostra envelhecida a 950°C por uma hora, atacada com 10% KOH, onde sigma é a fase mais escura, aumento 500x.



Micrografia 9: amostra envelhecida a 950°C por 96 horas, atacada com 10% KOH, onde sigma é a fase mais escura, aumento 500x.



Micrografia 10: amostra envelhecida a 950°C por 1032 horas, atacada com 10% KOH, onde sigma é a fase mais escura, aumento 500x.

Também a partir desse ataque pode-se determinar a fração volumétrica de sigma, por estereologia quantitativa através do software Qmetals. Foram obtidas as frações volumétricas de fase sigma, que geraram a Figura 16, que mostra o comportamento da fase sigma conforme o tempo de envelhecimento do aço UNS S32750.

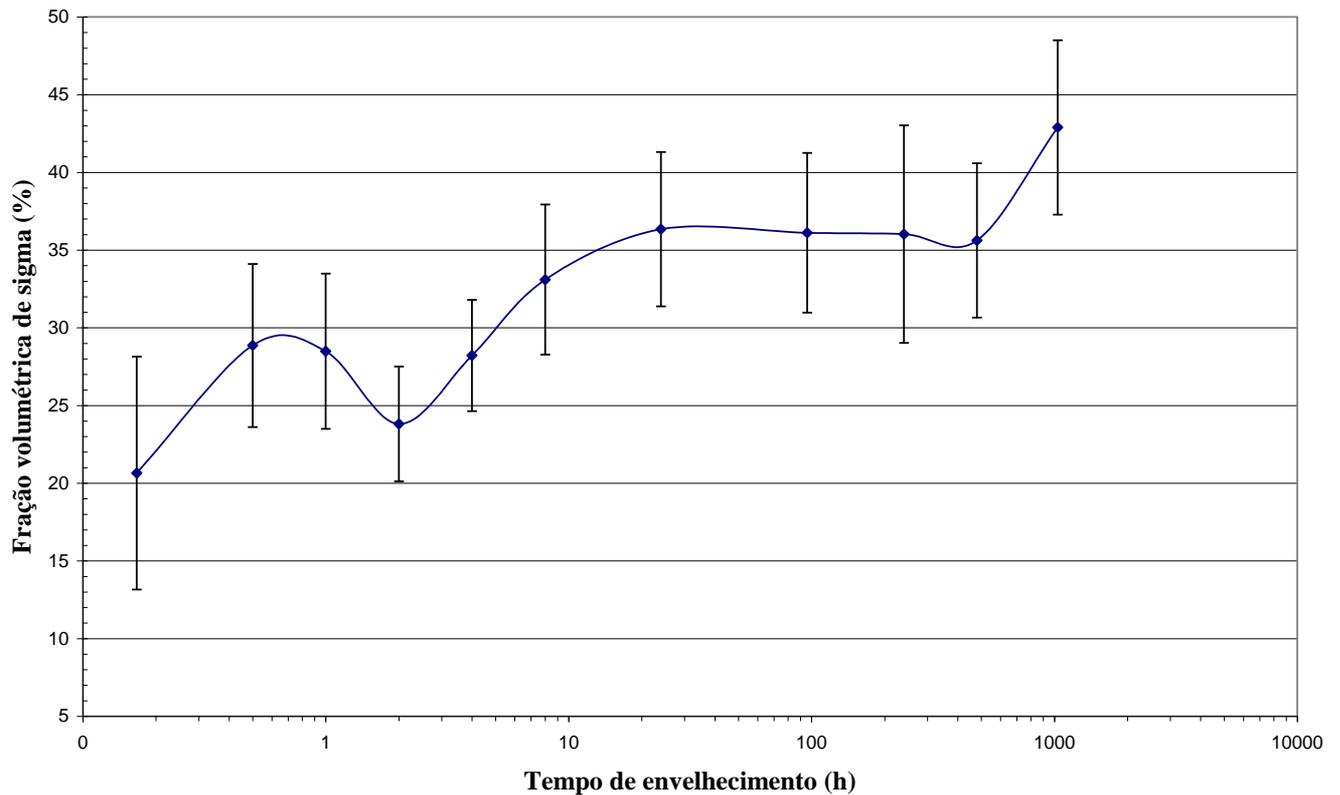


Figura 16. Fração volumétrica da fase sigma (determinada por metalografia quantitativa) em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).

A partir deste gráfico nota-se que o surgimento de sigma em 10 minutos de envelhecimento foi bastante significativo e fica evidente o aumento da fração volumétrica desta fase, que não se dá de forma linear, mas num geral aumenta conforme o tempo.

4.3 Quantificação da fase ferrita

A fração volumétrica de ferrita foi obtida com o auxílio de um ferritoscópio FISCHER, onde foram realizadas 20 medições em campos diferentes em cada uma das amostras envelhecidas. Através dessas medições foram obtidas as porcentagens de ferrita, a partir das quais foi gerada a Figura 17, onde se observa o decréscimo de ferrita ao longo do tempo. Observa-se que o decréscimo da fase ferrita se deu de forma acentuada desde o início e já a partir de 480 horas a fração volumétrica de ferrita é zero, o que comprova o total consumo de desta fase para gerar a fase sigma.

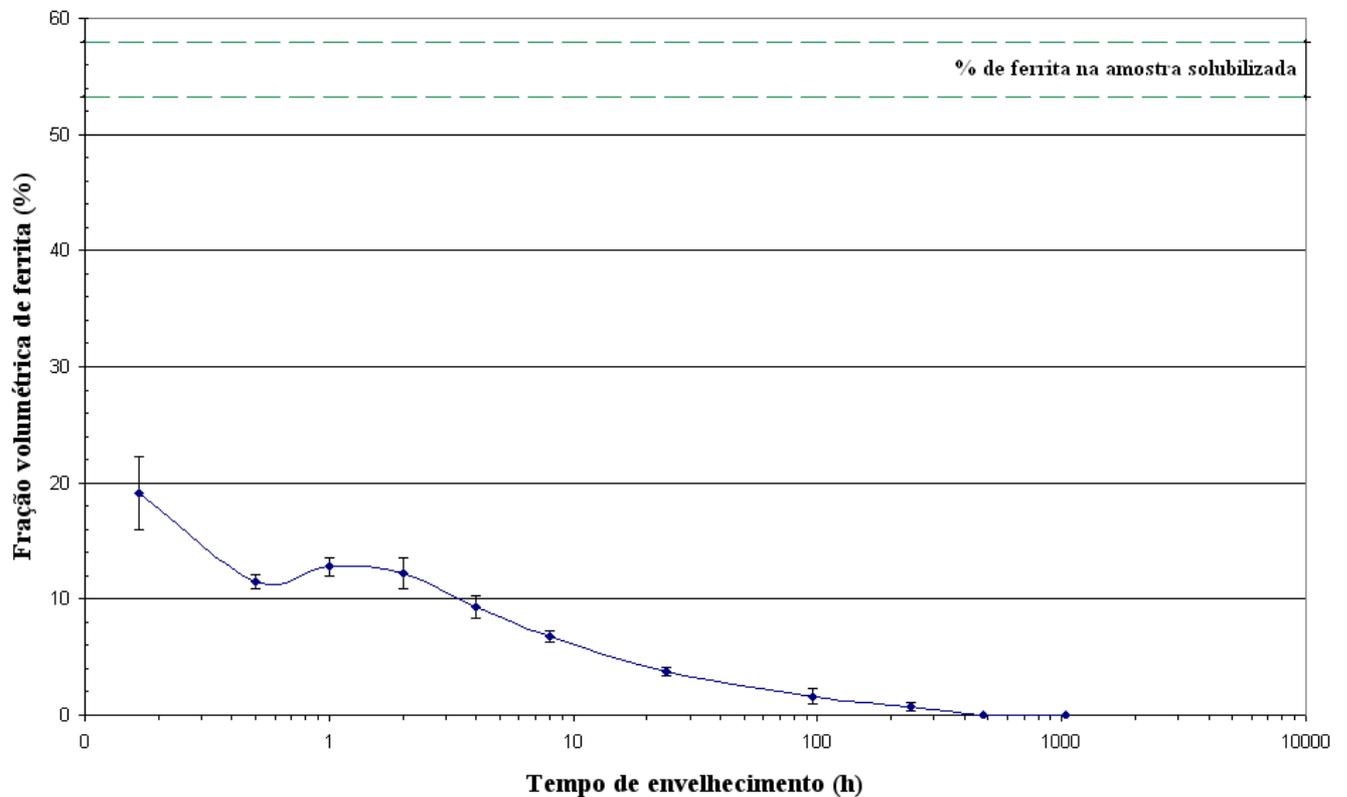


Figura 17. Fração volumétrica da fase ferrita em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).

4.4 Quantificação de austenita.

A fração volumétrica de austenita foi obtida através da equação $\% \gamma = 100 - \% \alpha - \% \sigma$ onde $\% \gamma$, $\% \alpha$ e $\% \sigma$ são respectivamente as frações volumétricas de austenita, ferrita e sigma, já que o exame metalográfico mostrou que apenas estas três fases podem estar presentes nas amostras estudadas. A partir fração volumétrica de austenita em função do tempo de envelhecimento a 950°C obteve-se a Figura 18, que mostra como no geral o volume de austenita aumentou, dando a entender que com o surgimento de sigma a partir da ferrita, por decomposição eutetóide, formou-se também austenita secundária.

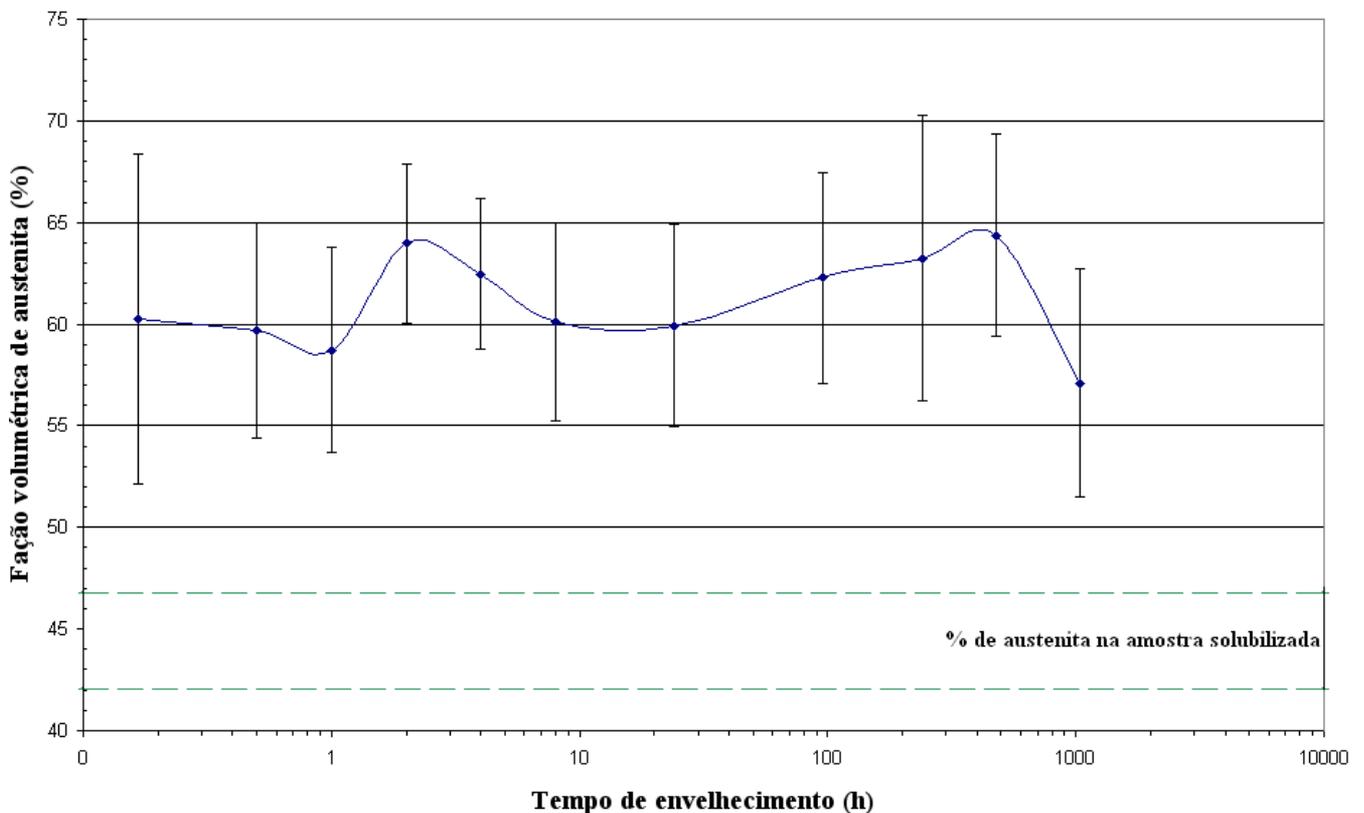


Figura 18. Fração volumétrica da fase austenita (obtida através da equação $\% \gamma = 100 - \% \alpha - \% \sigma$) em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).

4.5 Determinação da microdureza

A microdureza Vickers do aço UNS 32750 foi determinada através do microdurômetro Shimadzu HMV-2, onde foram realizadas 20 medições na diagonal de cada uma das amostras envelhecidas, a fim de se evitar que fossem medidos os mesmos campos de

ferrita, austenita, ou sigma. A partir das medições obteve-se o gráfico da figura 19, da microdureza Vickers 0,5 HV por tempo de envelhecimento, onde se nota um claro aumento da microdureza conforme o aumento do tempo, isso se dá pelo aumento da fração volumétrica de sigma, como já mostrado anteriormente, pela fase sigma ter uma dureza maior que as demais fases que compõem este aço.

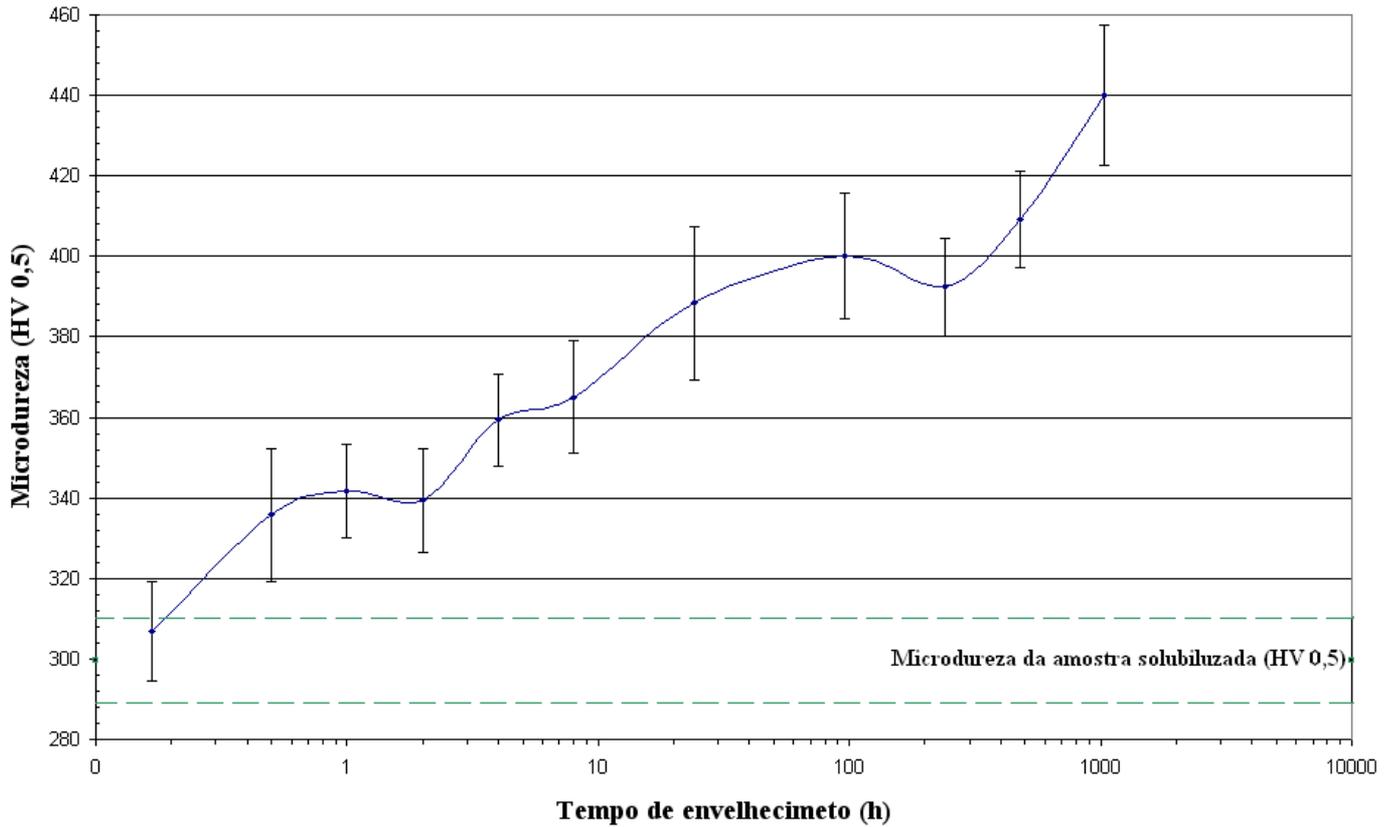


Figura 19. Microdureza (HV 0,5) em função do tempo de envelhecimento, do aço UNS S32750 (SAF2507).

5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Após o envelhecimento isotérmico a 950°C do aço UNS32750, em diferentes tempos, foi constatado que quanto maior o tempo de envelhecimento maior é a fração volumétrica da fase sigma. Constatou-se também que a fase sigma foi formada a partir da fase ferrita e da fase austenita.

Primeiramente sigma se formou a partir da ferrita, pois a fração volumétrica desta fase caiu rapidamente logo após os primeiros minutos de envelhecimento e continuou decrescendo até sua porcentagem chegar a zero (Figura 17). Assim, o mecanismo de formação de sigma mais provável seja o de decomposição eutetóide da ferrita gerando sigma e austenita secundária, aumentando a fração volumétrica desta, uma vez que, a amostra solubilizada continha $44,40 \pm 2,38$ em fração volumétrica de austenita e após 10 minutos de envelhecimento subiu para $60,23 \pm 8,11$; esse aumento também pode ter ocorrido pelo reequilíbrio entre a ferrita e a austenita, que acontece porque na temperatura de solubilização o volume de austenita é menor em relação ao volume de equilíbrio na temperatura de envelhecimento; desta forma, no início do envelhecimento haveria uma redução no volume de ferrita e um aumento na de austenita, buscando um reequilíbrio entre as fases. Contudo a partir de certo ponto a fase sigma também é gerada a partir da austenita, o que a faz diminuir, como se percebe no intervalo entre 2 e 4 horas, em que a sigma aumentou em por volta de 4,5 pontos percentuais (Figura 16) enquanto a fração volumétrica de ferrita (Figura 17) e austenita (Figura 18) diminuíram aproximadamente 3 e 1,5 pontos percentuais respectivamente.

Com o fim da ferrita, sigma é gerada somente a partir da austenita o que a levou a um significativo decréscimo desta fase, visto que, em 480 horas de envelhecimento a fração volumétrica de austenita era de $64,38 \pm 4,97$ e em 1032h de envelhecimento caiu para $57,11 \pm 5,61$, como pode se ver no gráfico da figura 18.

Nota-se que na temperatura de 950°C a morfologia predominante de sigma foi a maciça, como se pode notar nas micrografias 3, 4 e 5. Percebe-se também, que sigma originou-se na interface ferrita/ferrita e ferrita/austenita, como se vê na micrografia 2 e cresce no sentido da ferrita, como se pode ver na micrografia 3. Deste modo, a ocorrência de decomposição eutetóide divorciada é a mais provável, já que se notou aumento da fração de sigma maciça, com aumento de fração de austenita. Todavia, não se pode desprezar a ocorrência de nucleação e crescimento a partir da ferrita, como precipitação contínua, já que

esta também causaria redução da fração de ferrita, e morfologia maciça.

A formação de sigma também foi acompanhada através da microdureza das amostras, onde a microdureza Vickers aumentou conforme o avanço do tempo de envelhecimento das amostras, comprovando o crescimento da fração volumétrica de sigma, pois a fase sigma é muito mais dura que as demais fases presentes neste tipo de aço. Para demonstrar tal afirmação, foi gerada a figura 20, de microdureza (HV 0,5) em função da fração volumétrica de sigma do aço em estudo, onde se vê claramente, que com o aumento da fração volumétrica de sigma aumenta também o valor da microdureza Vickers.

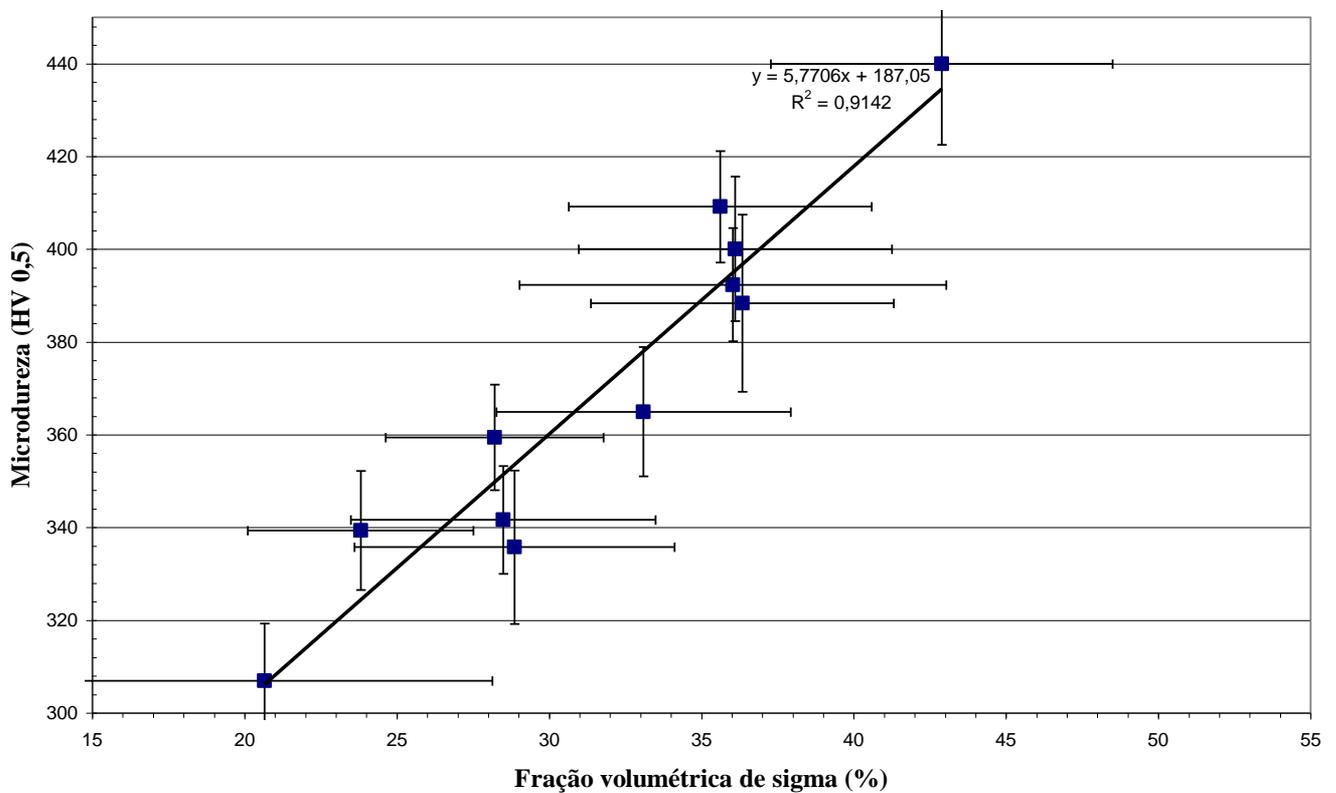


Figura 20. microdureza (HV 0,5) em função da fração volumétrica da fase austenita, do aço UNS S32750 (SAF2507).

6 CONCLUSÃO

Conclui-se que o envelhecimento isotérmico a 950°C do aço inoxidável dúplex UNS S32750 provoca a precipitação de sigma, que pode ser gerada tanto a partir da ferrita quanto da austenita.

A fase sigma é gerada preferencialmente a partir da ferrita, uma vez que seus elementos estabilizadores são os mesmos elementos formadores de sigma; visto que logo aos 10 minutos de envelhecimento há uma queda considerável no volume de ferrita e após 240 horas esse volume já é praticamente nulo. Porém a partir de certo momento sigma é formada a partir da austenita.

A morfologia de sigma vista nesta temperatura de envelhecimento foi predominantemente maciça; e seus mecanismos de formação foram os seguintes: decomposição eutetóide divorciada, precipitação contínua e formação e crescimento a partir da ferrita e austenita; podendo ocorrer mais de um mecanismo ao mesmo tempo.

Comprovou-se também que a dureza das amostras envelhecidas é diretamente proporcional a fração volumétrica de sigma, ou seja, quanto maior o volume de sigma, maior será a dureza da amostra, uma vez que sigma é a fase mais dura presente no material estudado.

REFERÊNCIAS

AGARWAL, D. C. Duplex stainless steels – The cost effective answer to corrosion problems of major industries. Key Eng. Mater. n. 2 v. 20-28 1988 p. 1677-92.

BARBOSA, et al. Formação de Fase Sigma em Aço Inoxidável Austenítico Ferrítico. Metalurgia-ABM, v. 32, n. 227, p.669-673, out. 1976.

BRANDI S. D.; PADILHA, A. F. Precipitação de fase sigma em aços inoxidáveis ferríticos-austeníticos com microestrutura duplex. INOX'90 (seminário), p. 135- 52, 1990.

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, 2006, p. 2577-2591.

DOS SANTOS, D. C. Corrosão por pite em solução 0,6m de cloreto de sódio do aço UNS S31803 em função do tempo de envelhecimento entre 700°C e 900°C, Exame de qualificação de Mestrado em Engenharia Mecânica com Ênfase em Materiais e Processos - Centro Universitário da FEI, São Bernardo do Campo, 2009, 155 p.

ECKENROD, J. J. PINNOW, K. E. Effects of chemical composition and thermal history on the properties of alloy 2205 duplex stainless steel. In: New developments in stainless steel technology. Detroit 1984 p.77-87.

FLOREEN, S. HAYDEN, H. W. The influence of austenite and ferrite on the mechanical properties of two-phase stainless steels having microduplex structures. Trans. ASM v. 61 1968 p. 489-99.

GILMAN, J. J. Hardening of high-chromium steels by sigma phase formation. Transaction of the ASM, vol. 43, 1951.

LAGNEBORG, R. The physical metallurgy of stainless steels. Proceedings of international conference on stainless steels, 1991, Chiba, Japan jun. 1991. p. 11-24

MAGNABOSCO, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205), Tese (doutorado em engenharia), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2001, 181 p.

MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIROS, N. Efeito de rápido envelhecimento a 850 C na resistência a corrosão por pite do aço SAF 2205 (UNS S31803). In: 7ª COTEQ - Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos, 2003, Florianópolis. 7ª COTEQ - Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos. Rio de Janeiro: ABRACO, 2003. v. CD-Rom.

MAGNABOSCO, R. Donato, G.H.B; Gerzely, R.D.P; changes in volumetric fraction of ferrite and sigma phases after isothermal aging between 700°C and 900°C of uns s31803 (saf 2205) duplex stainless steel, São Bernado do Campo, 2003 , 7 p.

MAGNABOSCO, R; OIYE, L. E; SUTTO, C. K. Microhardness of uns s31803 (saf 2205) duplex stainless steel after isothermal aging between 700°C and 900°C, São Bernardo do Campo, 2003 , 7 p.

MAGNABOSCO, R. Formação de fase sigma no aço inoxidável dúplex UNS S31803 durante envelhecimento isotérmico entre 700°C e 900°C. In: 60º Congresso Internacional Anual da ABM, 2005, BELO HORIZONTE. 60º Congresso Internacional Anual da ABM -anais. São Paulo: ABM, 2005.

MAGNABOSCO, R; ALONSO-FALLEIROS, Neusa . Pit Morphology and its Relation to Microstructure of 850 C Aged UNS S31803 Duplex Stainless Steel. Corrosion (Houston), Houston, TX, v. 61, n. 2, p. 130-136, 2005.

MAGNABOSCO, R. Formação de fase sigma no aço inoxidável dúplex UNS S31803 durante envelhecimento isotérmico entre 700 C e 900 C. In: 60º Congresso Internacional Anual da ABM, 2005, BELO HORIZONTE. 60º Congresso Internacional Anual da ABM - anais. São Paulo: ABM, 2005.

MAGNABOSCO, R. Kinetics of Sigma phase formation in a duplex stainless steel. Materials Research, n. 3, 2009.

MARTINS, M., CASTELETTI, L.C. Sigma phase morphologies in cast and aged super duplex stainless steel. Material Characterization 60, 2009.

NILSSON, J. O. Super duplex stainless steels. Materials science and technology ago. 1992 v. 8 p. 685-700.

NILSSON, J. O. WILSON, A. Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of super duplex stainless steel SAF 2507. Materials science and technology jul. 1993 v. 9 p. 545-54.

NILSSON, J. O. KANGAS, P. KARLSSON, T. WILSON, A. Mechanical properties, microstructural stability and kinetics of σ -phase formation in 29Cr-6Ni-2Mo-0,38N superduplex stainless steel. Metallurgical and materials transactions A. v. 31A, p. 35-45, jan. 2000.

PARK, C. J; SHANKAR-RAO, V; KWON, H. S. Effects of Sigma Phase on the initiation and Propagation of Pitting Corrosion of Duplex Stainless Steel. Corrosion (Houston), Houston, TX, 2005, v. 61, n. 1, p. 76-83.

POTGIETER, J. H. CORTIE, M. B. Determination of the microstructure and alloy element distribution in experimental duplex stainless steels. Materials characterization v. 26 1991 p. 155-65.

ROMANA, R. Cinética de formação de fase sigma entre 700°C e 900°C no aço inoxidável superduplex UNS S32750 (SAF 2507)- Dissertação de Mestrado apresentada ao Centro Universitário da FEI , São Bernardo do Campo 2009, 79p.

SEDRICKS, A. J. Corrosion of stainless steels. John Wiley : NY 1996 2. ed. p. 1-4.

SOLOMON, H. D. DEVINE Jr., T. M. Duplex stainless steels – a tale of two phases. In: Duplex stainless steels – conference proceedings. ASM Metals Park : Ohio 1982 p. 693-756.

THORVALDSSON, T. ERIKSSON, H. KUTKA, J. SALWÉN, A. Influence of microstructure on mechanical properties of a duplex stainless steel. Stainless steels`84 Conf. Proceedings The Institute of Metals, London, 1985 p. 101-5.

TURNBULL, A; FRANCIS, P. E; RYAN, M. P; ORKNEY, L. P; GRIFFITHS, A. J; HAWKINS, B. A Novel Approach to Characterizing the Corrosion Resistance of Super Duplex Stainless Steel Welds. Corrosion (Houston), Houston, TX, 2002 ,. 58, n. 12, p. 1039-1048.

WAGNER, G. H. ZWILLING, G. On the characterization of sensitized high alloy chromium nickel steels by potentiostatic etching in the active region. Pract. Metallogr. v. 21 1984 p.190-9.