

Copyright 2016, ABRACO

Trabalho apresentado durante o INTERCORR 2016, em Búzios/RJ no mês de maio de 2016.

As informações e opiniões contidas neste trabalho são de exclusiva responsabilidade do(s) autor(es).

Implementação de um método eletroquímico para a determinação de quantificação de fases deletérias no aço inoxidável duplex.

Hudson Loch Haskel^a, Luciana Schimidlin Sanches^b, Haroldo de Araújo Ponte^c

Abstract

Duplex Stainless Steels (DSSs) are widely used in the oil and gas industry. When the steel is subjected to a thermal gradient, as in welding (where the material is heated followed by cooling) may occur precipitation of intermetallic phases. Among these phases, there is the sigma phase, which even in small quantities reduces drastically the mechanical and corrosion resistance properties. As for the precipitation kinetics of this phase, there is a wide range of Time-Temperature and Transformation (TTTS) diagrams in which it appears that the increased kinetic precipitation occurs for temperature ranges between 800 and 900 °C. According to some studies in the literature, the limit amount of sigma phase present in steel in welded joints must be in a maximum volume fraction of 2,5%. In search to improve the detection sensitivity of the sigma phase, this paper presents results obtained by Linear Sweep Voltammetry in duplex stainless steel UNS S31803, as a Nondestructive Testing (NDT) because uses a reduced electrode area (0,0054 cm²), taking the currents on the order of microamperes and by using selective electrolytes which allows detection at very low sigma quantities and others deleterious phases.

Keywords: Deleterious Phases, Duplex stainless steel, Linear voltammetry, Sigma phase.

Resumo

Os aço inoxidáveis duplex (AID) são amplamente usados na indústria do petróleo e gás natural. Quando estes aços são sujeitos a um gradiente térmico, como na soldagem (onde o material é aquecido seguido de resfriamento) pode ocorrer a precipitação de fases intermetálicas. Entre essas fases, esta a fase sigma, que mesmo em pequenas quantidades reduz drasticamente as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Quanto a cinética de precipitação para esta fase, existe uma ampla gama de diagramas Tempo, Temperatura e Transformação (TTTs) nos quais aparece que o aumento na cinética de precipitação ocorre para faixas de temperaturas entre 800 e 900°C. De acordo com alguns estudos na literatura, a quantidade limite de fase sigma presente em juntas soldadas deve ser no máximo 2,5%. Em busca de melhorar a sensibilidade de detecção de fase sigma, este trabalho apresenta resultados obtidos por Voltametria de Varredura Linear no aço inoxidável duplex UNS

^a Estudante de doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais – UFPR.

^b PHD em Engenharia Mecânica – UFPR.

^c Doutor, professor associado – UFPR

S31803, como um Ensaio Não Destrutivo, pois utiliza um eletrodo de área reduzida (0,0054 cm²), tomando corrente na ordem de microampères e pelo uso de eletrólitos seletivos, o que possibilita a detecção de baixíssimos teores de fase sigma e de outras fases deletérias.

Palavras-chave: Fases Deletérias, Aço Inoxidável Duplex, Voltametria Linear, Fase Sigma.

Introdução

O efeito da presença de fases deletérias sobre as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão sobre a classe dos Aços Inoxidáveis Duplex (AID) é bem conhecido e alvo de estudo por inúmeros pesquisadores. (1,2,3,4)

Estas fases podem ser oriundas tanto do processo de conformação de chapas tal como passes de laminação a quente, da operação do componente em determinadas temperaturas críticas ou do processo de junção como a soldagem no caso de dutos, que constituem uma vasta aplicação dos AID. (5,6) Portanto, não só o conhecimento do efeito das fases intermetálicas sobre os AID como formas de monitorá-las fazem-se necessários.

Ataques eletrolíticos empregando hidróxidos foram desenvolvidos e atualmente são empregados para revelar metalograficamente a presença de fases intermetálica em aços inoxidáveis e apresentam como principal vantagem a possibilidade de um ataque seletivo a diferentes fases (7,8). Uma vez que a corrente elétrica anódica age como um agente oxidante, os oxidantes químicos empregados no ataque por imersão são desnecessários no ataque eletrolítico.

É de conhecimento que o filme formado sobre as fases nos aços inoxidáveis é composto por óxidos hidratados dos componentes metálicos de cada uma destas fases, de forma que os hidróxidos são os maiores constituintes destes filmes. (7, 9)

A técnica eletroquímica de voltametria linear foi recentemente avaliada como uma alternativa de ensaio para a quantificação de forma não destrutiva para monitorar a presença de fases intermetálicas no aço UNS S 31803 (10). No presente trabalho a técnica de voltametria linear foi reavaliada e seus parâmetros de processo foram otimizados de forma a aumentar a sensibilidade da técnica, possibilitando a análise qualitativa de fase sigma presente em amostras, em teores abaixo de 0,5%, por meio da avaliação da densidade de carga dos picos de densidade de corrente para a reação de oxidação da fase específica – Fase sigma.

Metodologia

O material utilizado foi um aço inoxidável duplex UNS S31803, cuja composição química foi obtida por análise química quantitativa utilizando diferentes métodos normatizados para a quantificação de cada elemento, após a dissolução da amostra por ataque ácido. Este aço foi fornecido em formato de chapas com dimensões de 27,5 cm x 10 cm x 0,5 cm e submetido ao tratamento térmico de envelhecimento cujas condições de aquecimento são mostradas na Tabela 1. A temperatura escolhida compreende aquela que corresponde à maior cinética de precipitação de fase sigma, ou seja, nesta temperatura a precipitação se dá de modo mais

rápido gerando a uma maior quantidade de precipitados desta fase em relação às demais temperaturas para um dado intervalo de tempo.

Tabela 1: Tratamentos térmicos os quais as amostras foram submetidas

AMOSTRAS	TRATAMENTO TÉRMICO
AMOSTRA 1	SOLUBILIZAÇÃO A 1050°C
AMOSTRA 2	870°C – 5 min.
AMOSTRA 3	870°C – 10 min.
AMOSTRA 4	870 °C – 15 min.
AMOSTRA 5	870 °C – 20 min.
AMOSTRA 6	870 °C – 25 min.
AMOSTRA 7	870 °C – 30 min.
AMOSTRA 8	870 °C – 60 min.

A voltametria linear foi realizada em uma célula de três eletrodos com capacidade de 10 mL de eletrólito, sendo o eletrodo de trabalho o aço UNS S31803, o eletrodo de referência de Calomelano Saturado e como contra eletrodo o fio de platina. Foram realizadas voltametrias em diferentes pontos das amostras, as dimensões do ponto de ataque, as mesmas da célula eletrolítica (0,0054 cm²). O ataque que ocorre sobre a área citada não modifica a estrutura do material ensaiado tratando-se, portanto, de um Ensaio Não Destrutivo.

Foram utilizadas soluções eletrolíticas de KOH, em diferentes concentrações sendo elas 0,3, 0,5, 1, 2 e 3 mol/L. Também foram empregadas diferentes taxas de varreduras, sendo estas varreduras realizadas de -0,7 V a +0,7 V numa temperatura mantida em 25°C. Para evitar o deslocamento de correntes no estagio inicial do experimento, antes da realização de cada medida de voltametria as amostras foram submetidas a um tempo de condicionamento de 8 segundos no potencial de -0,7V. Ao final de cada medida, foi realizada a troca do eletrólito e a mudança na posição do eletrodo de trabalho possibilitando a realização de medidas em diferentes pontos de ataque. Em cada amostra as medidas foram realizadas em triplicatas. O aparato experimental utilizado é mostrado na Figura 1. O equipamento utilizado para a realização da voltametria linear neste trabalho foi um potenciostato marca Gamry modelo Reference 600, Potentiostat/ Galvanostat/ ZRA.

Posteriormente ao tratamento térmico, foram retiradas das pastilhas as amostras para a realização de análise metalográficas. Estas amostras foram embutidas, lixadas até a granulometria de 1200 e polidas com solução de alumina até 0,25 micras. Para a observação da microestrutura foi realizado um ataque eletrolítico com uma solução de KOH 10%, submetendo a uma tensão de 2V em corrente contínua durante 60 segundos. A observação das imagens foi realizada em um microscópio óptico da marca OLYMPUS, MODELO BX-51M, e o tratamento destas imagens foi feito pelo software analySIS 5.0.

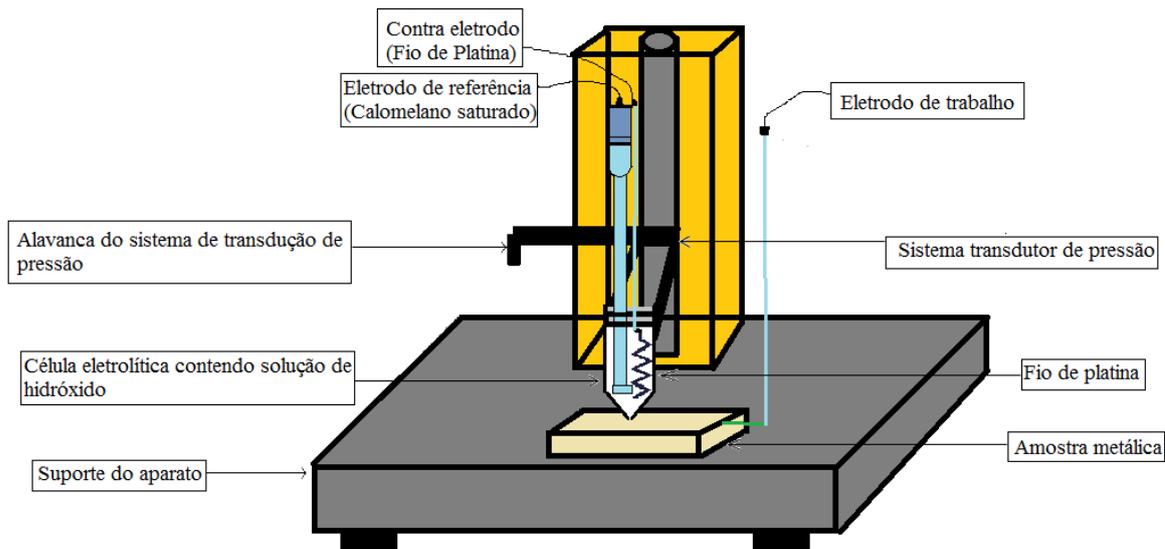


Figura 1 - Representação esquemática do aparato experimental utilizado para realização das análises de Voltametria Linear

Resultados e discussão

Analises Microestruturais

Muitos ataques eletrolíticos são encontrados na literatura para revelar seletivamente a presença de fases deletérias na estrutura dos aços inoxidáveis, entre esses ataques, os que empregam soluções alcalinas tem o maior destaque sendo o KOH reativo o mais utilizado e conhecido por revelar seletivamente a fase sigma (11). Soluções de NaOH são conhecidas pela possibilidade de revelar o contorno entre as fases austenítica e ferrítica (com leve ataque na ferrita) com a possibilidade de distinção entre sigma e chi empregando-se a correta escolha dos parâmetros de ataque. (12)

A figura 2 mostra as microestruturas do aço UNS S 31803 atacadas em solução de KOH. As imagens foram submetidas à análise quantitativa seguindo as recomendações da norma ASTM E1245-03, *Standard practice for determining the inclusion or second phase constituent content of metals by automatic image analysis* (13), para a determinação da porcentagem em área da quantidade de precipitados de fases intermetálicas, na superfície, em virtude do tratamento térmico, os resultados encontrados estão contidos na tabela 1.

Tabela 2: Porcentagem de fases intermetálicas precipitada em área

Amostra	Tempo de tratamento térmico	% em área precipitada
01	Solubilização a 1050°C	0.00
02	5 min.	0.00
03	10 min.	0,2 ± 0,0
04	15 min.	0,9 ± 0,1
05	20 min.	4,1 ± 0,2
06	25 min.	4,9 ± 0,2
07	30 min.	6,3 ± 0,9
08	60 min.	14,2 ± 1,0

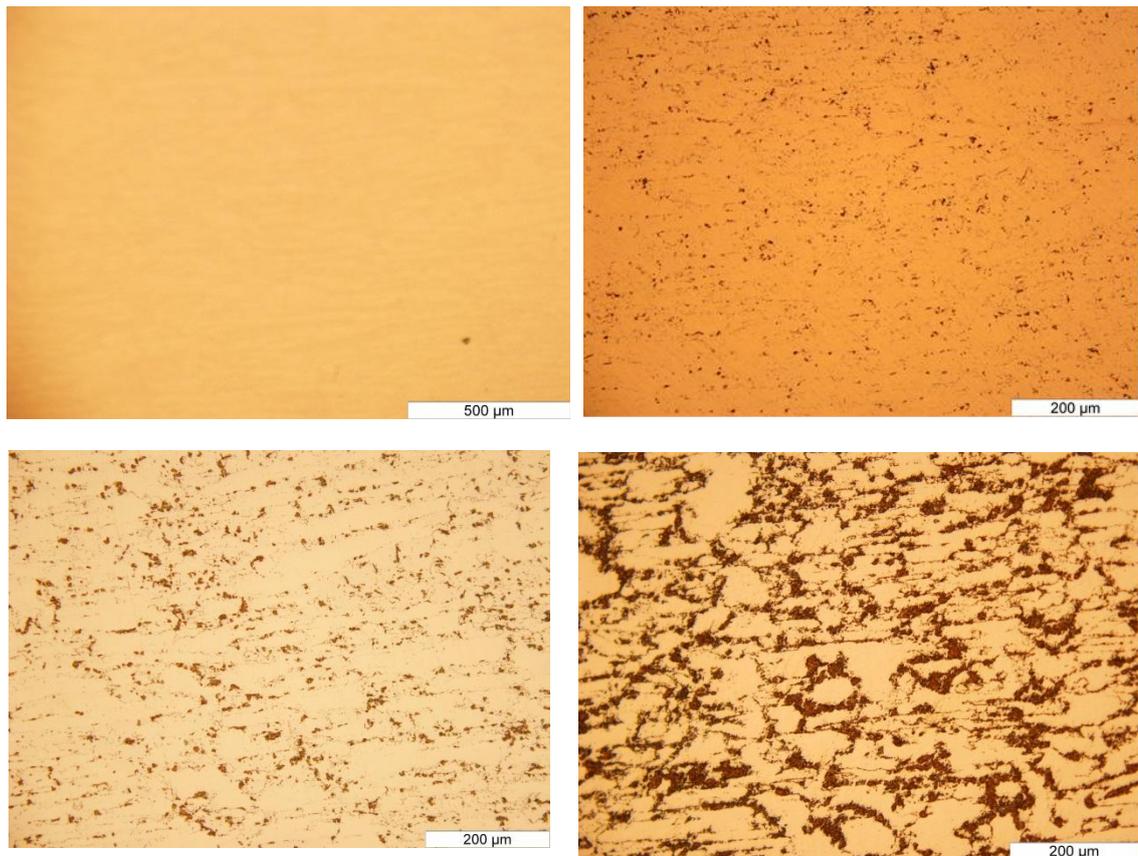
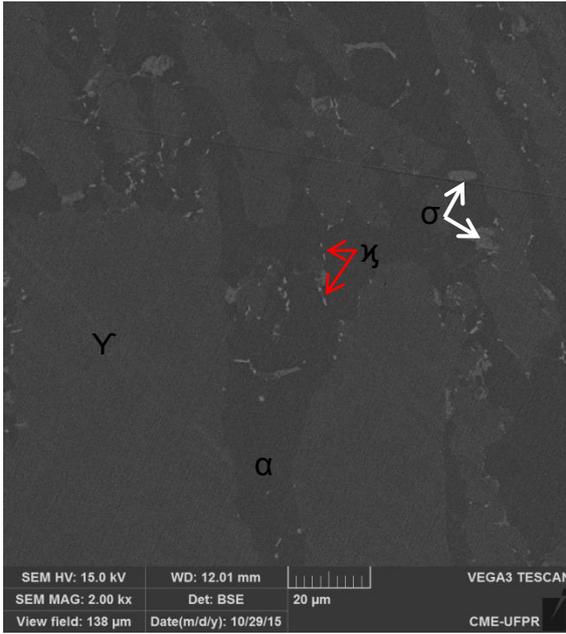


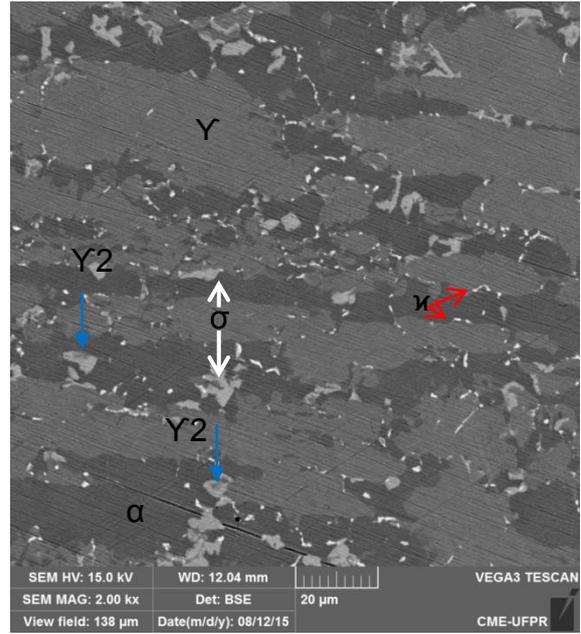
Figura 2 - Microestrutura do aço inoxidável duplex submetido a diferentes tempos de tratamento térmico. Ataque eletrolítico com KOH.

A microestrutura do aço UNS S 31803, com diferentes tempos de tratamento térmico, obtida por microscopia eletrônica de varredura, no modo elétrons retroespalhados, sem ataque é apresentado na figura 3. A partir da amostra 3 foi possível observar a presença de precipitados de sigma e chi, sendo as fases mais claras ricas em elementos de maior número atômico, tais como o Molibdênio. A fase chi é indicada pelas setas vermelhas, enquanto que a fase sigma é indicada pelas setas brancas. A precipitação de fase chi antecede da precipitação de fase sigma e posteriormente é reportada a transformação de chi em sigma, sendo, portanto, uma fase metaestável nos AID. A precipitação de fase chi incipiente à fase sigma é explicada devido a interface coerente entre a fase chi (estrutura cristalina CCC) e da fase ferrítica (também de estrutura CCC) que apresentam uma baixa energia, tornando favorável a precipitação de chi antes de sigma (cuja estrutura é tetragonal de corpo centrado).

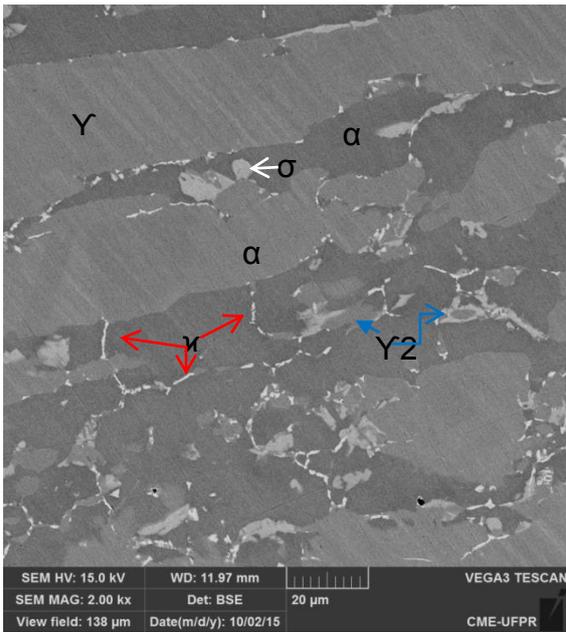
Além das fases intermetálicas a presença de austenita secundária (γ_2), também foi verificada na figura 3. Esta fase está indicada pelas setas azuis e é proveniente da reação eutetóide: ferrita \rightarrow sigma + austenita secundária ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$).



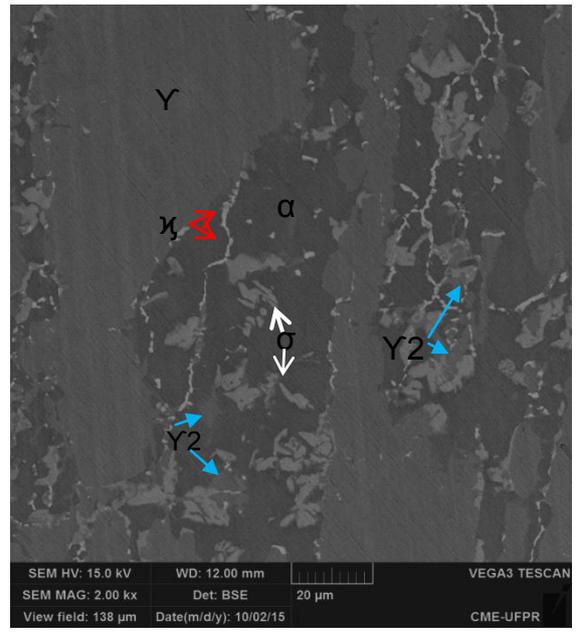
Amostra 3



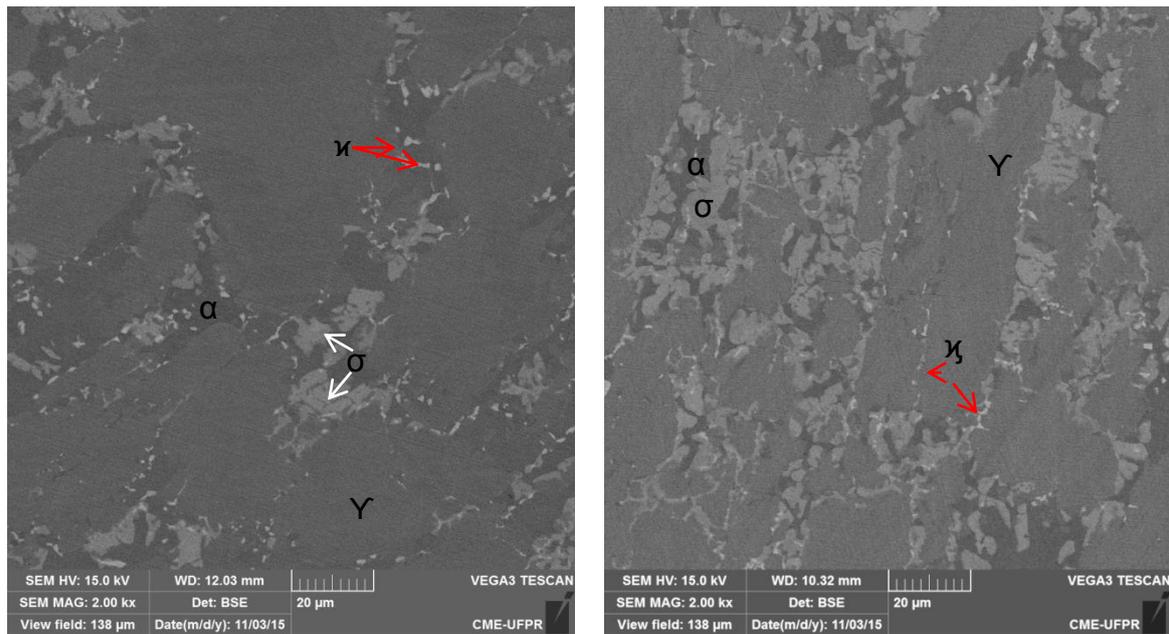
Amostra 4



Amostra 5



Amostra 6

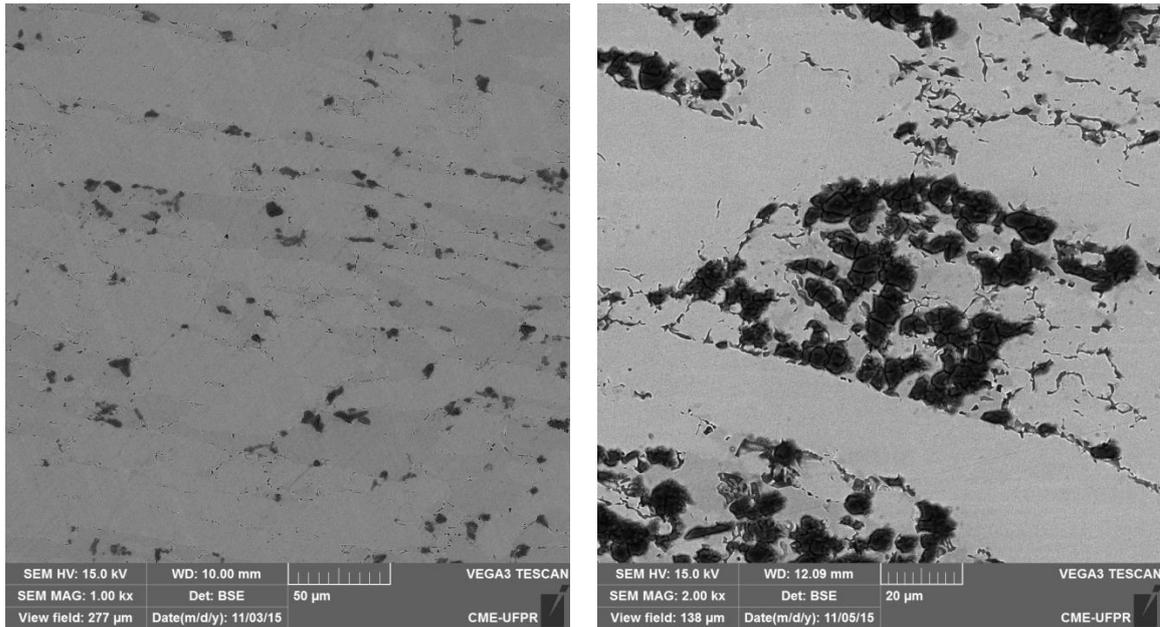


Amostra 7

Amostra 8

Figura 3 - Microestruturas do aço UNS S 31803 envelhecido isotermicamente a 870, imagens por elétrons retroespalhados fornecendo contraste por número atômico.

Ataques eletrolíticos empregando solução de hidróxido de potássio (KOH) e hidróxido de sódio (NaOH) frequentemente são encontrados na literatura para revelar a fase sigma, conforme foi feito no presente trabalho. Entretanto, não é cientificamente comprovado que somente a fase sigma é revelada durante este tipo de ataque. Estudos realizados na literatura que levam em consideração a comparação da fração de fase sigma obtida por metalografia quantitativa e simulações via *thermocalc* e *dictra* levam a conclusão que pode ocorrer a sobrestimação dos valores da fração obtida por metalografia (14). As microestruturas obtidas por microscopia eletrônica das amostras 5 e 8, após ataque eletrolítico com KOH 10% , 2V durante 60s, são mostradas na figura 4 onde em comparação com as imagens da figura 3 é possível notar que o ataque ocorre severamente em duas fases, na de maior tamanho (sigma) e na fase de estrutura mais refinada (chi). Logo, não só a fase sigma esta sendo atacada, mas também a fase chi e demais intermetálicos que estejam presentes, de forma que o percentual calculado por meio de análises ópticas, não refere-se somente a sigma e sim a sigma + chi.



Amostra 5

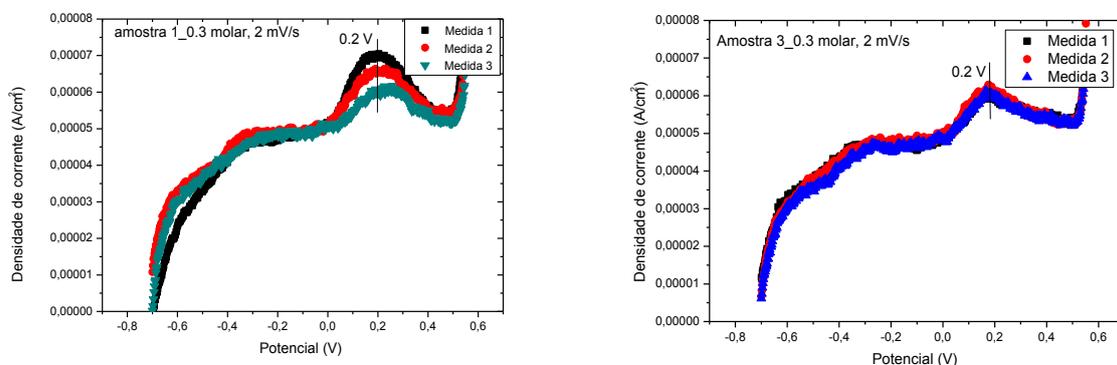
Amostra 8

Figura 4 - Microestrutura do aço UNS S 31803 e diferentes condições de tratamento térmico por microscopia eletrônica de varredura. Ataque com KOH 10%, 2 V e 60 segundos.

Voltametria Linear em solução de Hidróxido de Potássio.

O potencial da técnica de voltametria linear para a detecção de fases intermetálicas nos AID já foi analisado em um trabalho anterior (10) e os melhores parâmetros de análise foram a densidade de corrente de pico e a densidade de carga, sendo este último possível de correlacionar diretamente com as propriedades mecânicas.

Com intuito de encontrar as condições otimizadas para os parâmetros de controle, foram realizadas voltametrias empregando diferentes concentrações do eletrólito KOH. Alguns voltamogramas do aço UNS S31803 sob diferentes condições de tratamento térmico em solução de KOH 0,3 mol/L podem ser visualizados na figura 5.



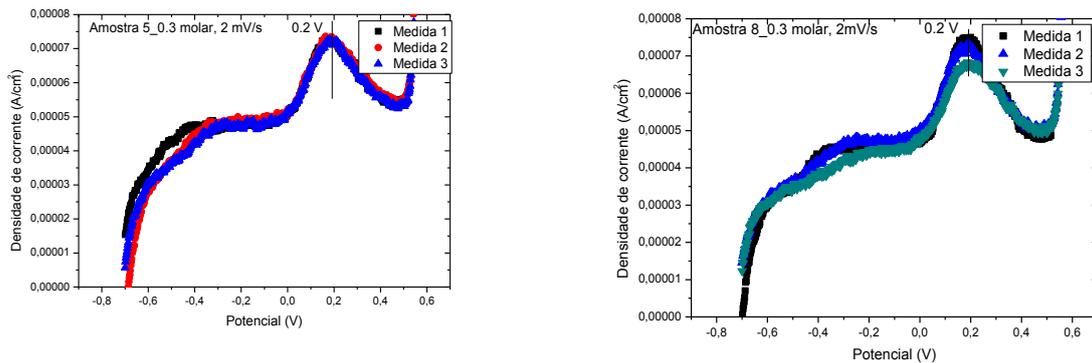


Figura 5 - Voltamogramas do aço UNS S 31803 para diferentes condições de tratamento térmico em solução de KOH 0,3 mol/L e 2 mV/s de varredura

Nestes voltamogramas foi possível notar a presença de um pico, em aproximadamente 0,2 V, no entanto não há como afirmar ou fazer suposições acerca das fases que estão fornecendo a corrente obtida no ensaio de voltametria, pois o perfil voltamétrico obtido foi o mesmo para todas as amostras.

Para concentração do eletrólito de 3 mol/L, conforme mostra a figura 6, o perfil voltamétrico das amostras 1 e 2 foi o mesmo que para concentrações mais baixas tais como 0,3 mol/L, com maior pico de densidade de corrente em 0,07 V.

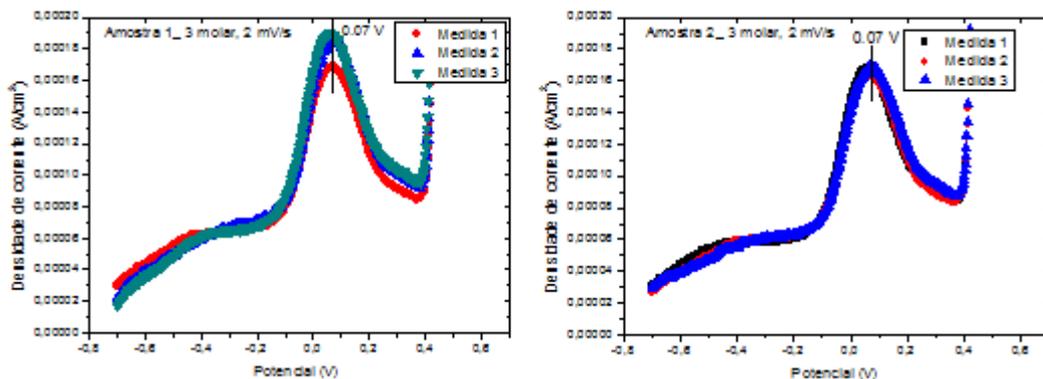


Figura 6 - Voltamogramas do aço UNS S 31803 para diferentes condições de tratamento térmico em solução de KOH 3 mol/L e 2 mV/s de varredura, apresentando um único pico em 0,07 V

A partir da amostra 3 (10 min. de tratamento térmico) onde inicia-se a precipitação de fases intermetálicas, foi possível observada a modificação no perfil voltamétrico obtido com início da formação de 3 picos, sendo em ordem de potencial o primeiro em 0,045 V, o segundo em 0,075 e o terceiro em 0,15 V, conforme mostra a figura 7.

Já a amostra 4 também apresentou 3 picos sendo eles aproximadamente na mesma faixa de potencial (0,045, 0,07 e 0,15 V, respectivamente), sendo o primeiro pico (em 0,045V) o que apresentou maior densidade de corrente. A amostra 5 apresentou os três picos na mesmas regiões de potencial, com os dois primeiros picos (0,045 e 0,07 V) ambos com densidade de corrente próximas. Comportamento semelhante foi observado para a amostra 6, no entanto com o segundo pico (0,07V) com maior densidade de corrente.

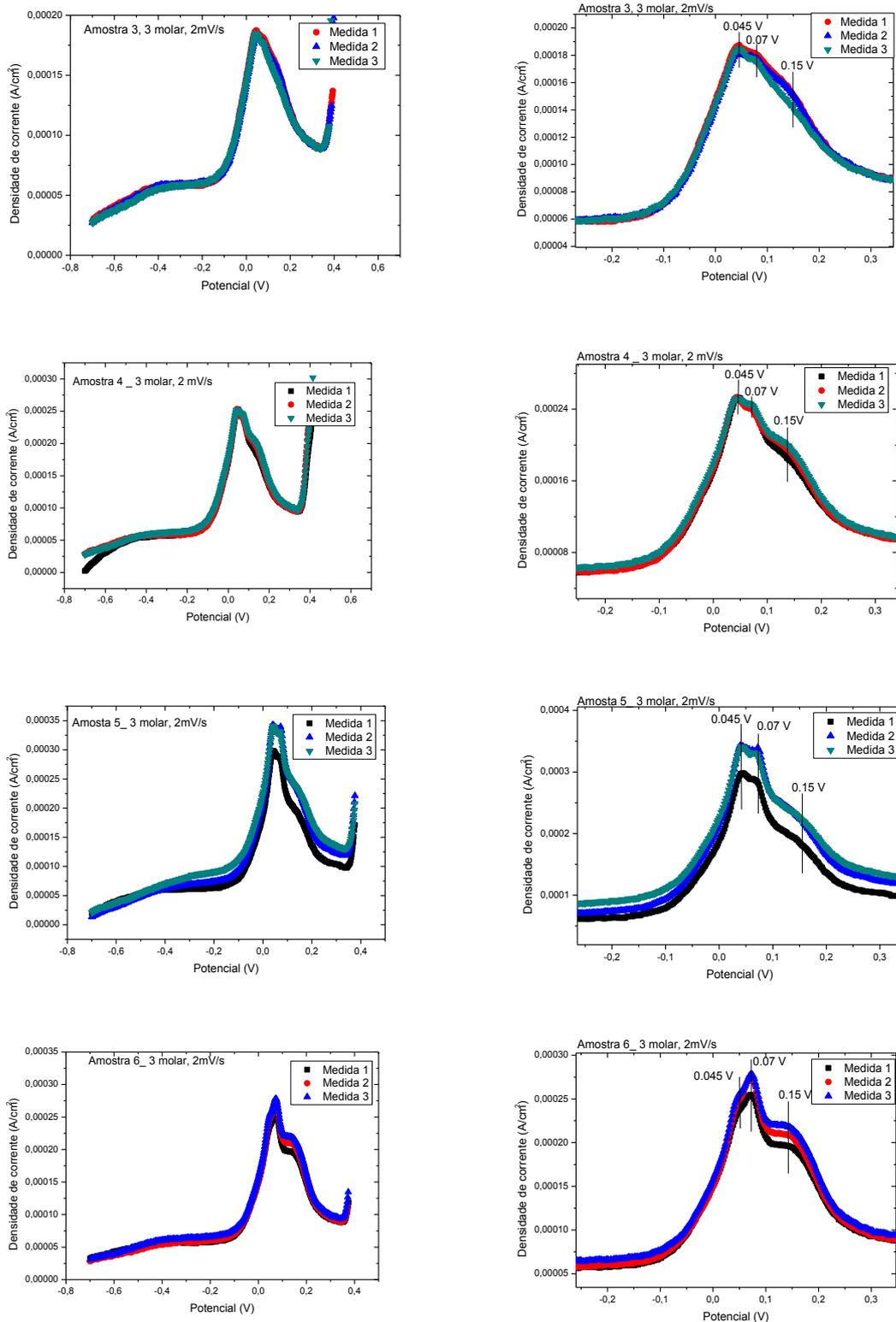


Figura 7 - Voltamogramas do aço UNS S 31803 para diferentes condições de tratamento térmico em solução de KOH 3 mol/L e 2 mV/s de varredura. A direita é apresentado o zoom da região onde ocorreram os picos de corrente em 0,045, 0,07 e 0,15 V.

Os voltamogramas obtidos para as amostras 7 e 8 (30 e 60 min. de tratamento térmico) são mostrados na figura 8. Estes voltamogramas apresentaram picos em aproximadamente 0,07 e 0,15 V, sendo o pico em 0,07 com maior densidade de corrente. No entanto o pico de potencial em 0,045 não foi observado, sendo um fenômeno temporário o que indica sua relação com alguma fase metaestável como a fase chi, que é uma fase metaestável dos AID (Ошибка! Залка не определена.), bem como o aparecimento do terceiro pico em 0,15 V deve estar relacionado a precipitação de fase sigma.

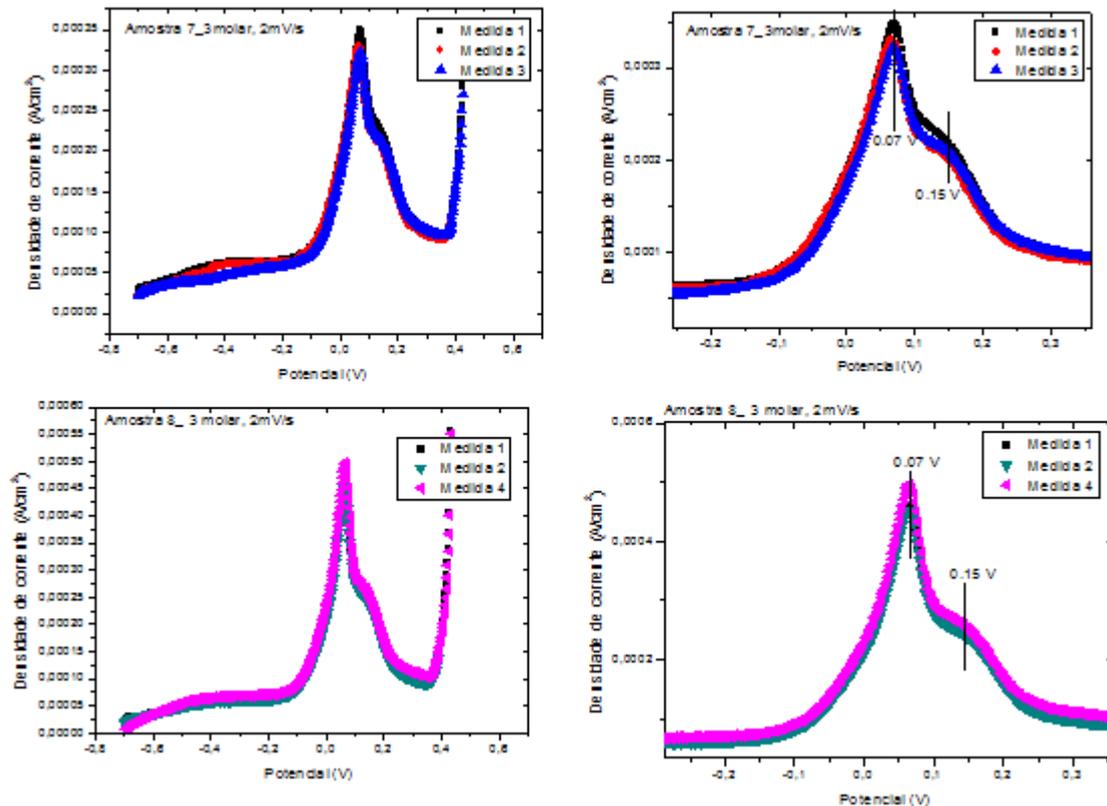


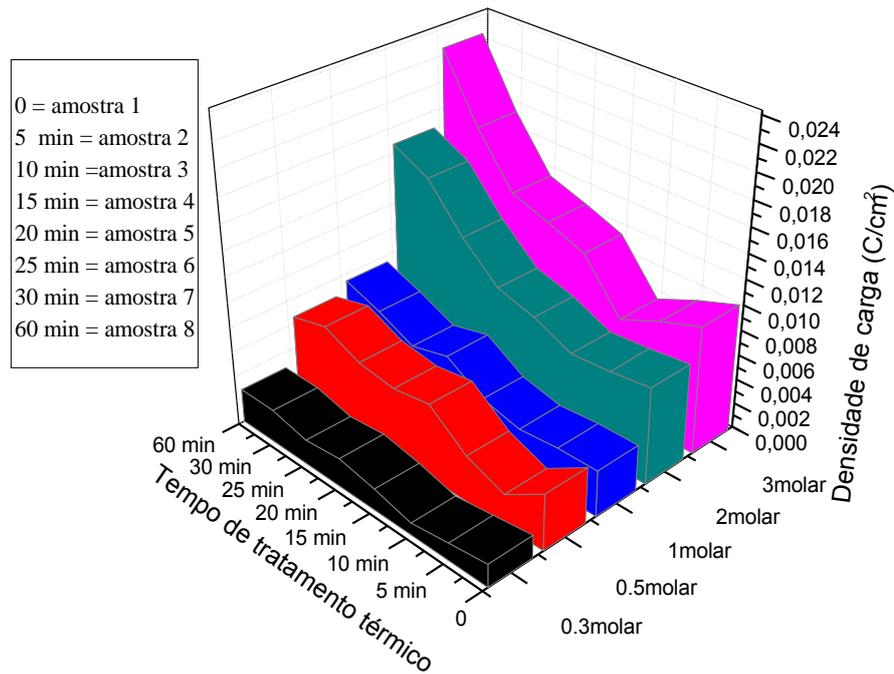
Figura 8 - Voltamogramas do aço UNS S 31803 para diferentes condições de tratamento térmico em solução de KOH 3 mol/L e 2 mV/s de varredura

Efeito da concentração do eletrólito sobre o perfil de densidade de carga.

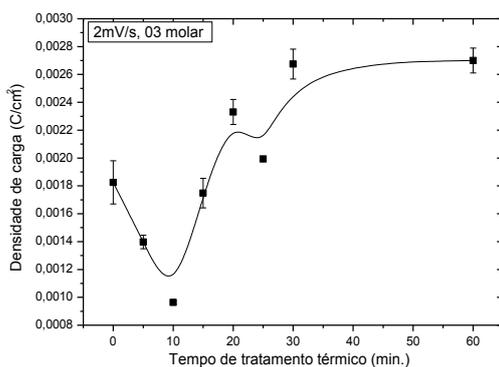
Conforme foi observado, ocorre uma mudança no perfil voltamétrico obtido para o aço UNS S31803 para as diferentes concentrações do reagente empregado, logo essa modificação deverá se refletir no parâmetro de análise densidade de carga. A figura 9 apresenta o perfil de densidade de carga obtido para diferentes concentrações de KOH com o intuito de detectar possíveis modificações neste perfil com o aumento da concentração. Cabe notar que para concentrações onde foi obtido apenas um pico, a densidade de carga foi calculada por meio da integral do meio pico para assegurar que apenas a carga de nucleação, coalescimento e crescimento do filme estivesse sendo calculada. Para concentrações onde três picos foram obtidos a densidade de carga foi calculada utilizando a área correspondente até o segundo pico de densidade de corrente.

Com base nestes resultados foi possível notar que ocorreu o aumento da densidade de carga para concentrações mais elevadas para todas as amostras em todas concentrações. Porém, nota-se a diminuição da densidade de carga para as amostras 1, 2 e 3. E para concentrações mais baixas, tais como 0,3 e 0,5 mol/L, ocorre a diminuição da densidade de carga para as amostras 7 e 8 (30 e 60 min.). Este comportamento não foi observado para concentrações mais elevadas, onde ocorre o aumento da densidade de carga para estas amostras.

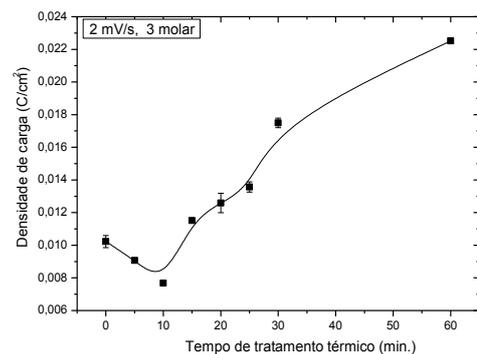
A diminuição da densidade de carga para as amostras 1 e 2, já foi discutida anteriormente e refere-se ao reequilíbrio entre as frações de ferrita e austenita na estrutura dos AID. (10)



a)



b)



c)

Figura 9 - Efeito da concentração do reagente KOH sobre o perfil de densidade de carga das amostras analisadas. a) Efeito sobre o perfil de densidade de carga para várias concentrações do eletrólito, b) e c) efeito para duas concentrações isoladas 0,3 e 3 molar, respectivamente. Velocidade de varredura empregada 2mV/s.

Tal diferença de comportamento pode ser visualizada observando-se os perfis de densidade de carga para a concentração de 0,3 e 2 mol/L isoladamente conforme apresentado na figura 9 b) e c).

Com base nestes dados foi possível notar que empregando maiores concentrações tais como 3 mol/L foi possível distinguir através da densidade de carga teores de fases deletérios muito baixos menores que 1 %, como é o caso da amostra 4 (0,9% de fase sigma).

Efeito da velocidade de varredura sobre o perfil de densidade de carga.

O efeito da velocidade de varredura sobre o perfil da densidade de carga é mostrado na figura 10 onde os valores de densidade de carga tendem a aumentar com a diminuição da velocidade de varredura e novamente ocorre a diminuição da densidade de carga das amostras 1, 2. No entanto para algumas condições ocorreu o aumento da densidade de carga para a amostra 3. A diferença de comportamento para o perfil de densidade de carga entre os extremos de velocidade de varredura analisados (10mV/s e 1 mV/s) é mostrada na figura 10 b) e c).

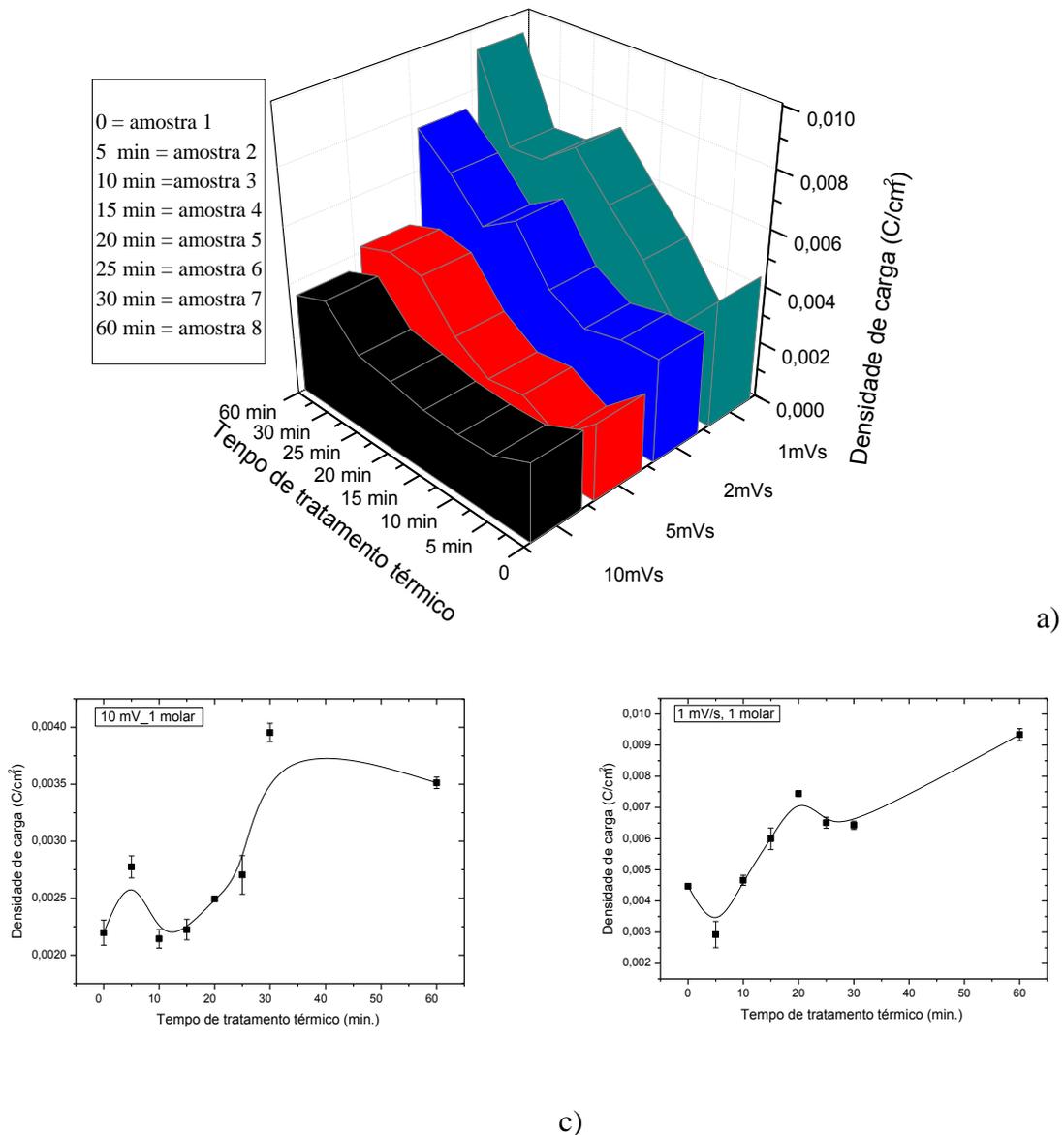


Figura 10 - Efeito da velocidade de varredura sobre o perfil de densidade de carga das amostras analisadas. a) Efeito sobre o perfil de densidade de carga para várias velocidades de varredura. b) e c) Para duas velocidades de varredura b) 10 mV/s e c) 1 mV/s.

Com base nas figuras 10 b) e c) é possível notar que velocidades de varreduras mais lentas fornecem uma melhor distinção entre amostras com menores teores de fases intermetálicas e fica evidente que com a velocidade de varredura de 1 mV/s é possível diferenciar teores de fase sigma a partir de 0,2% (amostra 3, 10 min. de tratamento térmico).

A figura 11 a) mostra a condição limite que foi atingida para a concentração de 3 mol/L 1 mV/s, na qual é possível notar que ocorre um expressivo aumento na densidade de carga da amostra 2 para a amostra 3 (0 para 0,2% de fases intermetálicas $\sigma+\chi$). Entretanto, a partir desta amostra ocorre a formação de um patamar onde a densidade de carga se mantém

constante. A figura 11 b) mostra que a densidade de carga não acompanha o aumento da densidade de corrente de pico.

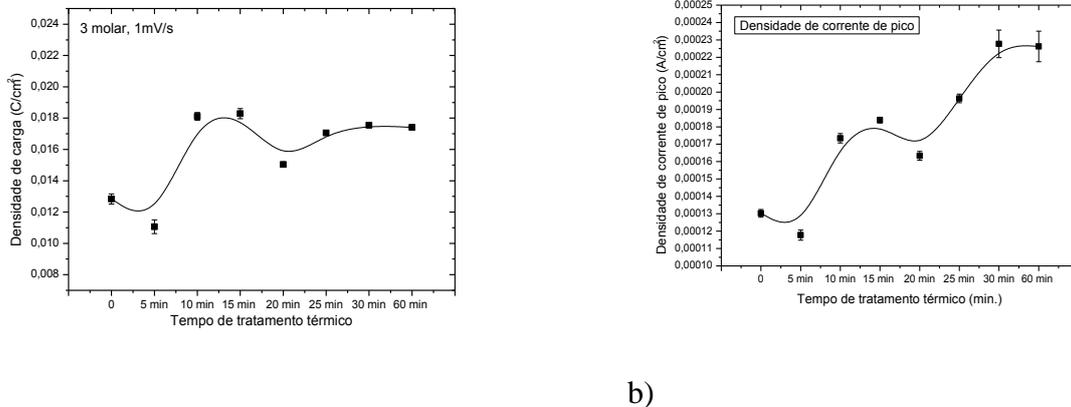


Figura 11 - a) perfil de densidade de carga para a condição de 3 mol/L e 1mV/s b) densidade de corrente de pico referente as medidas obtidas em a).

A densidade de carga em função do teor de fases deletérias obtida por metalografia quantitativa é mostrada na figura 12, onde é possível observar o aumento da densidade de carga com o aumento do teor de fases deletérias na figura 12 a) e a distinção entre amostras com teores menores que 0,9% e na figura 12 b) a distinção entre amostras com 0,2% de fases deletérias e a formação de um patamar com o aumento do teor de fases deletérias, mostrando que condições ótimas podem ser obtidas por meio da velocidade de varredura e concentração do eletrólito.

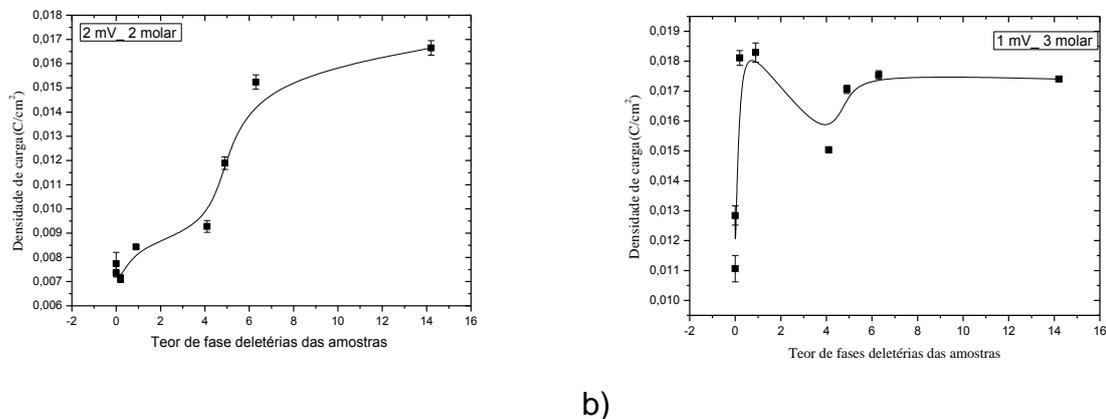


Figura 12: Densidade de carga em relação o teor de fases deletérias das amostras, obtida para as condições a) de 2 molar e 2 mV/s) b) 3 molar e 1 mV/s

Conclusões

A técnica de Voltametria Linear apresenta alta sensibilidade a presença de fases intermetálicas na estrutura dos aços inoxidáveis duplex, sendo possível otimizá-la por meio dos parâmetros de controle, velocidade de varredura e concentração do eletrólito.

A sensibilidade da técnica se deve a escolha do eletrólito e do emprego do eletrodo de trabalho com dimensões reduzidas que apresenta um comportamento distinto em relação aos eletrodos convencionais, sendo possível trata-lo como um microeletrodo.

A escolha de concentrações mais elevadas e de menores velocidades de varredura permitiu a detecção de teores de fases intermetálicas inferiores a 0,9 % e em alguns casos 0,2 %. Além disso, foi possível observar a presença de picos relacionados aos elementos cromo e molibdênio presentes nas fases intermetálicas.

* * *

¹ LOPEZ, N.; CID, M.; PUIGGALI, M. Influence of σ -phase on mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless. **Corrosion Science**. v. 41, p. 504-520, 1999.

² MOURA, V.S.; LIMA, L.D.; et al. Influence of microstructure on the corrosion resistance of the duplex stainless steel UNS S31803. **Materials Characterization**, v. 59, n. 8, p. 1127–1132, 2008.

³ CHANDRA, K.; SINGHAL, R.; KAIN, V.; RAJA, V.S. Low temperature embrittlement of duplex stainless steel: Correlation between mechanical and electrochemical behavior. **Materials Science and Engineering A**. v.527, p. 3904-3912, 2010.

⁴ CHEN, T.; WENG, K.; et al. The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 338, n. 1-2, p. 259–270, 2002.

⁵ BADJI, R.; BOUABDALLAH, M.; et al. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. **Materials Characterization**, v. 59, n. 4, p. 447–453, 2008.

⁶ SIEURIN, H.; SANDSTRÖM, R. Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205. **Materials Science and Engineering: A**, v. 444, n. 1-2, p. 271–276, 2007.

⁷ GILMAN, B. J. J. Electrolytic etching - the sigma phase steels. **Transactions of the A.S.M.** v.44, 1951, p. 566-600.

⁸ POTGIETER, J.H.; VISSER, P. Potentiostatic etching of duplex stainless steels and high chromium white cast irons. **Materials Science and Technology**. v. 9, n. April, p. 336–342, 1993.

⁹ C. GROSEBECK, "Metallographic Etching Reagents III--For Alloy Steels", **Scientific Papers of Bureau of Standards, No. oltS**, Vol. 1925, p. 527.

¹⁰ HASKEL, H.L.; SANCHES, L.S.; et al. Avaliação da Técnica de Voltametria Linear para Determinação Quantitativa de Fase Sigma no Aço Inoxidável Duplex UNS S31803, **Revista soldagem & inspeção**. v. 20, n. 3, p. 333–346, 2015.

¹¹ CHAN, K.W.; TJONG, S.C. Effect of Secondary Phase Precipitation on the Corrosion Behavior of Duplex Stainless Steels. **Materials** v.7, p. 5268–5304, 2014.

¹² JACKSON, E.M.L.E.M.; VISSER, P.E. DE; et al. Distinguishing Between Chi and Sigma Phases in Duplex Stainless Steels Using Potentiostatic Etching. **Materials characterization**, v. 190, p. 185–190, 1993.

¹³ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: **ASTM E1245-03**: Standard practice for determining the inclusion or second phase constituent content of metals by automatic image analysis: Estados Unidos, 2003.

¹⁴ M. SCHWIND, J. KÄLLQVIST, J.-O. NILSSON, J. ÅGREN, AND H.-O. Andrén: **Acta Materialia**, σ -phase precipitation in stabilized austenitic stainless steels 2000, vol. 48, p. 2473-81.