

## EFEITO DA TEMPERATURA DE ENVELHECIMENTO E TEMPO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX 2205 DE GRÃO ULTRAFINO APÓS LAMINAÇÃO A FRIO\*

Graziele Gianini Braga Maria <sup>1</sup>  
Nayara Aparecida Lopes Viana <sup>2</sup>  
Lóren Kelly de Paula Inácio <sup>2</sup>  
Renata de Oliveira Melo <sup>2</sup>  
Witor Wolf <sup>3</sup>  
Dagoberto Brandão Santos <sup>4</sup>

### Resumo

Os aços inoxidáveis duplex combinam as propriedades mecânicas da ferrita com a resistência à corrosão da austenita. Quando submetido a tratamentos térmicos, pode haver precipitação de fases secundárias que prejudicam a resistência mecânica e à corrosão. O objetivo desse trabalho é avaliar a ocorrência de fases secundárias em um aço inoxidável duplex 2205 de grão ultrafino laminado a frio e submetido a temperaturas de recozimento de 600°C a 950°C por diferentes tempos (300-86400 s). Para identificação e quantificação das fases, foram utilizados microscopia eletrônica de varredura, difração de elétrons retroespalhados e difração de raios-x. As propriedades mecânicas foram avaliadas através de ensaios de tração e teste de microdureza Vickers. A presença de fase  $\sigma$  e  $\chi$  foi observada junto ao carboneto de cromo,  $M_{23}C_6$ . A fase  $\sigma$  foi confirmada apenas depois do tratamento à 800°C. De modo geral, o aumento do tempo de recozimento leva à uma maior precipitação das fases secundárias. À medida que a precipitação ocorreu, houve aumento da fração volumétrica de austenita e redução da fração de ferrita. Embora a resistência mecânica tenha aumentado, no geral, as propriedades mecânicas, como ductilidade, são prejudicadas pela precipitação.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável duplex; Fase sigma; Recozimento; Textura.

### EFFECT OF AGEING TEMPERATURE AND TIME ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES IN AN ULTRAFINE GRAINED 2205 DUPLEX STAINLESS STEEL AFTER COLD ROLLING

#### Abstract

Duplex stainless steels combine the mechanical properties of ferrite with the corrosion resistance of austenite. When this material is subjected to heat treatments, secondary phases may precipitate, resulting in severe deterioration of corrosion and mechanical properties. The goal of this work was to evaluate the occurrence of secondary phases in a cold rolled 2205 duplex stainless steel with an ultrafine grain after aging at temperatures ranging from 600°C to 950°C for different times (300-86400 s). Scanning electron microscopy (SEM) coupled with electron backscattered diffraction (EBSD) and x-ray diffraction (XRD) were used for phase identification and quantification. Mechanical properties were evaluated using tensile and Vickers microhardness tests. The presence of  $\sigma$  and  $\chi$  phases was observed together chromium carbide,  $M_{23}C_6$ , and  $\sigma$  were confirmed only after 800°C ageing treatment. In a general way, an increase in the aging time led to a greater precipitation of the secondary phases. As precipitation occurred, there was an increase in the austenite and a decrease in the ferrite volume fractions. Although mechanical strength has increased, the overall mechanical properties, such as ductility, were impoverished as the precipitation proceeded.

**Keywords:** Duplex; stainless steel; Sigma phase; Aging; Texture.

<sup>1</sup> Doutora em Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) – Belo Horizonte – MG – Brasil.

<sup>2</sup> Graduando em Engenharia Metalúrgica, Depto. Eng. Metalúrgica e de Materiais, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>3</sup> Professor Adjunto, Dr., Depto. Eng. Metalúrgica e de Materiais, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

<sup>4</sup> Professor Titular, Dr., Depto. Eng. Metalúrgica e de Materiais, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (AID) são aços bifásicos, formados por ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ) dispostos em lamelas paralelas [1]. Suas propriedades resultam da combinação das características de ambas as fases, a resistência mecânica da ferrita combinada com a resistência à corrosão da austenita. Seu desempenho mecânico e corrosivo permite que essa classe de aços seja aplicada nas indústrias petroquímica, química, óleo e gás, papel e celulose, naval e nuclear [2].

AID são processados por laminação à quente e tratamento de solubilização, seguido de laminação à frio e recozimento de recristalização para igualar a fração volumétrica entre as fases [2]. A razão entre as fases ( $\alpha + \gamma$ ) pode variar entre 30% a 70% de ferrita, mas a razão usual é próxima de 50% de  $\alpha$  e 50% de  $\gamma$  [1].

Quando exposto a temperaturas entre 600°C a 1000°C, fases deletérias, como fases intermetálicas, carbonetos e nitretos, podem precipitar [3,4]. É difícil prevenir a precipitação da fase  $\sigma$  em certo nível de Cromo no aço (20% em peso aproximadamente) [5]. Essas fases apresentam alta cinética de precipitação, resultando em severa deterioração da ductilidade, tenacidade, soldabilidade e resistência à corrosão [6] desses aços, que é causada pela depleção de Cr e Mo na matriz e sua acumulação nas fases secundárias [7]. Apenas uma fração volumétrica (Vv) de 1% de fase sigma causa redução significativa de tenacidade, enquanto 10% leva à completa fragilização do aço [3,4,6].

Diversos autores [3,8] mostraram que a fase  $\sigma$  e os carbonetos precipitavam nas interfaces  $\alpha/\gamma$  e nos grãos de ferrita. A fase sigma resulta de uma reação eutetóide ( $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ ) ou diretamente da ferrita ( $\alpha \rightarrow \sigma$ ) [9]. Embora vários estudos reportaram a quantificação, cinética e mecanismo de formação da fase  $\sigma$ , poucos trabalhos trataram dessa transformação depois de trabalho a quente ou a frio, e nessa direção, há muito menos pesquisas que tratam de AID de grão ultrafino (1-3  $\mu\text{m}$ ). Outro ponto importante foi o foco das pesquisas passadas somente na fase  $\sigma$ , não considerando a formação de outras fases deletérias, como a fase  $\chi$ , carbonetos e nitretos. O objetivo deste trabalho é identificar e quantificar as fases secundárias em um AID de grão ultrafino depois de trabalho a frio, submetido a recozimento isotérmico à 600, 800, 900 e 950°C por 1800 s, além de alguns intervalos de tempo específicos à 850°C, 300, 600, 1800 e 86400 s. A técnica usada para caracterização foi microscopia eletrônica de varredura (MEV). A quantificação de fases secundárias, que nucleiam durante o aquecimento e crescem ao longo de tempo de encharque, assim como a caracterização dos precipitados, foi abordada. Os resultados de fração volumétrica das fases deletérias, assim como caracterização microestrutural dos aços recozidos são apresentados no presente trabalho. Embora a condição usada aqui não seja aplicada em processos industriais, durante procedimentos de manufatura ou soldagem, essa condição pode ser indesejavelmente atingida. Assim, para obter conhecimento tecnológico e científico reprodutível, as condições aqui apresentadas são pertinentes.

## 2 DESENVOLVIMENTO

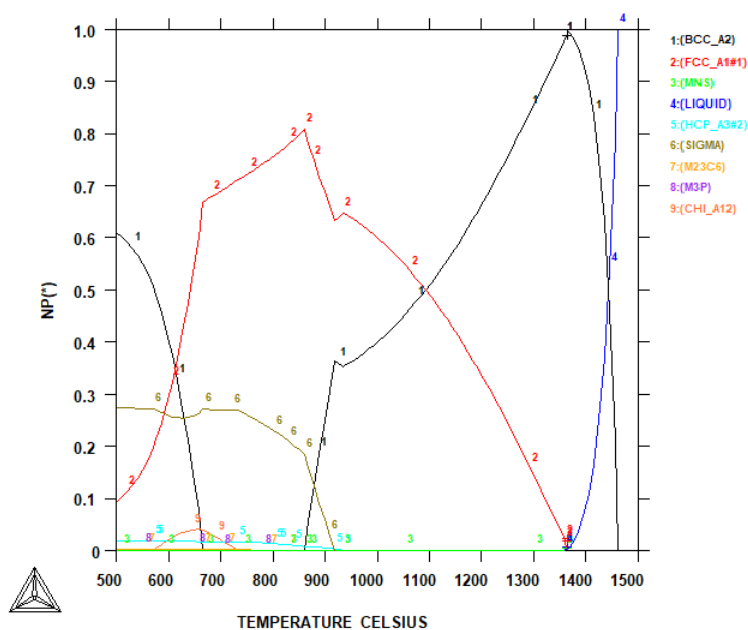
### 2.1 MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho utilizou uma chapa de aço duplex com 4.2mm de espessura, de procedência industrial, que foi laminada a quente e submetida a tratamento de solubilização a 1050°C por 300s. Sua composição química é dada pela tabela 1:

Tabela 1. Composição química do AID 2205

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo	Cu	N
Wt%	0.013	1.81	0.38	22.45	5.31	0.02	0.0005	2.63	0.24	0.15

Foi calculada a fração volumétrica de cada fase em função da temperatura usando o software Thermo-Calc, data base TCFE5. O atual trabalho apresenta a evolução microestrutural de precipitados intermetálicos indicados pelos números 6: SIGMA, 7: ( $M_{23}C_6$ ), representando o carboneto, e 9 (CHI), apresentada na Fig.1. Também foi estudada a evolução de 1: (BCC\_A2), relacionada com a fase alfa, e 2: (FCC\_A1#1) relacionada a fase gama.



**Figura 1:** Fração das fases em função da temperatura calculada usando o software Thermo-Calc para o aço duplex 2205.

As amostras foram resfriadas em laboratório à temperatura ambiente numa velocidade de  $6,25 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$ . Depois de nove passes, houve uma redução de 60% em sua espessura, atingindo 1,64 mm de espessura final. As amostras do AID foram em seguida tratadas sob diferentes condições, catalogadas na tabela 2. A temperatura foi escolhida em função do início e fim da faixa de precipitação da fase secundária, de  $600^\circ\text{C}$  a  $950^\circ\text{C}$ . O tempo de 1800 s foi escolhido para atingir a precipitação na temperatura dada.

**Tabela 2.** Condições de recozimento aplicadas após o resfriamento

Temperatura ( $^\circ\text{C}$ )	Tempo (s)
600, 700, 800	1800
850	300; 600; 1800; 86400
900, 950	1800

Para caracterizar e identificar a microestrutura foram utilizadas análises de microscopia de varredura (MEV). As amostras para o MEV foram preparadas de acordo com o procedimento metalográfico padrão, seguido por ataque com uma solução de Behara.

A difração de raios X (DRX) também foi utilizada para identificação e qualificação de fases. Os experimentos da difração foram feitos no Pan Analytical Empyrean, difratrômetro com um step size de  $0,02^\circ$  por 1 s e um intervalo angular  $2\theta$  de  $30^\circ$ – $120^\circ$ . Obteve-se a quantificação da fase usando o software OriginPro. As integrais das áreas abaixo dos picos de difração foram usadas pra calcular a fração volumétrica de cada fase. O método de comparação direta foi usado para calcular a quantidade de cada fase. [10]

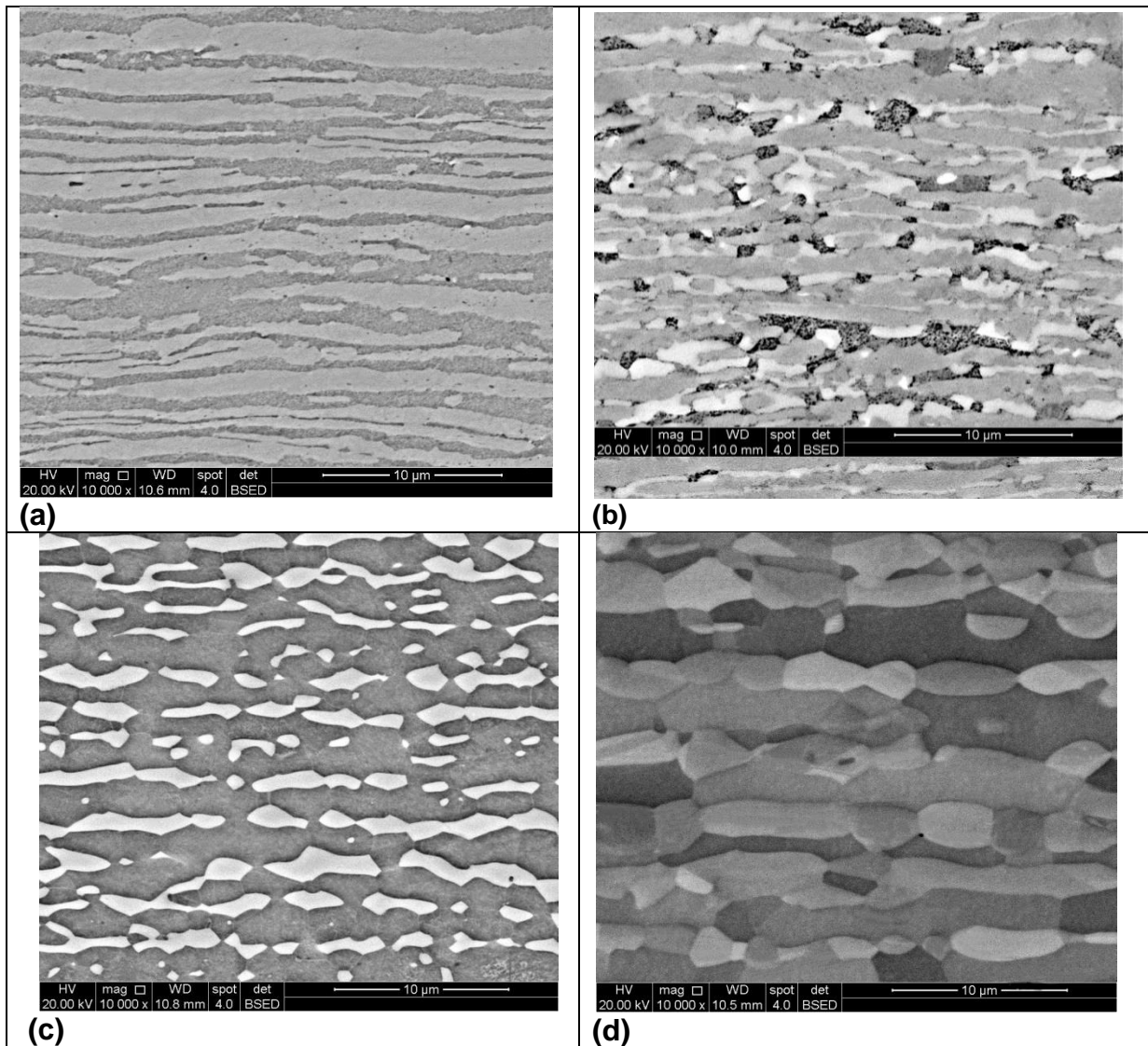
Os testes de tensão foram feitos à temperatura ambiente de acordo com o padrão ASTM 8, com taxa inicial de deformação de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . As amostras submetidas aos testes estavam nas condições como recebido, laminado a frio, recozida a  $600^\circ\text{C}$  por 1800 s e a  $850^\circ\text{C}$  por 300 s, 1800s e 86400 s.

A microestrutura foi caracterizada por difração de elétrons retroespalhados (EBSD). As amostras para EBSD foram preparadas pelo procedimento convencional como para MEV no plano ND-RD do centro do lado de espessura, e polida automaticamente em sílica coloidal de  $0,04 \mu\text{m}$  por 5400 s usando uma máquina automática Buehler Minimet 1000®. Obteve-se os dados usando uma FEI Inspect™ S50 SEM por aceleração da voltagem de 15 kV e usando uma distância aproximada de 20 mm. Foi usado um tamanho de passe de  $0,2 \mu\text{m}$  para varrer uma área de aproximadamente  $45 \times 120 \mu\text{m}$  com um intervalo de confiança de 0,1. As análises de microtextura e tamanho de grão das fases no EBSD foram calculadas quantitativamente pelo software OIM-TSL™.

## 2.2 RESULTADOS

Nas amostras recozidas a  $600^\circ\text{C}$ ,  $700^\circ\text{C}$  e  $950^\circ\text{C}$  por 1800 s, a presença de fases secundárias, que são identificadas por suas diferenças morfológicas e contraste na microestrutura [11], não foi observada. A fase  $\sigma$  foi observada em todas as outras condições. Essa fase frequentemente se forma nas interfaces  $\alpha/\gamma$ , regiões de alta energia, através de um processo de nucleação heterogênea [3]. A nucleação também é acentuada em estruturas de pequeno tamanho de grão [6], uma vez que a fase  $\sigma$  se forma mais facilmente em contornos de grãos e interfaces. Em geral, os elementos estabilizadores de ferrita, como o Mo, favorecem a formação da fase  $\sigma$ . A fase  $\chi$  foi observada após recozimento a  $800^\circ\text{C}$  durante 1800 s e a  $850^\circ\text{C}$  para todos os tempos usados (Fig. 2). Eles podem ser observados como pequenos pontos de cor mais clara próximo ao contorno de grão  $\alpha / \gamma$ .

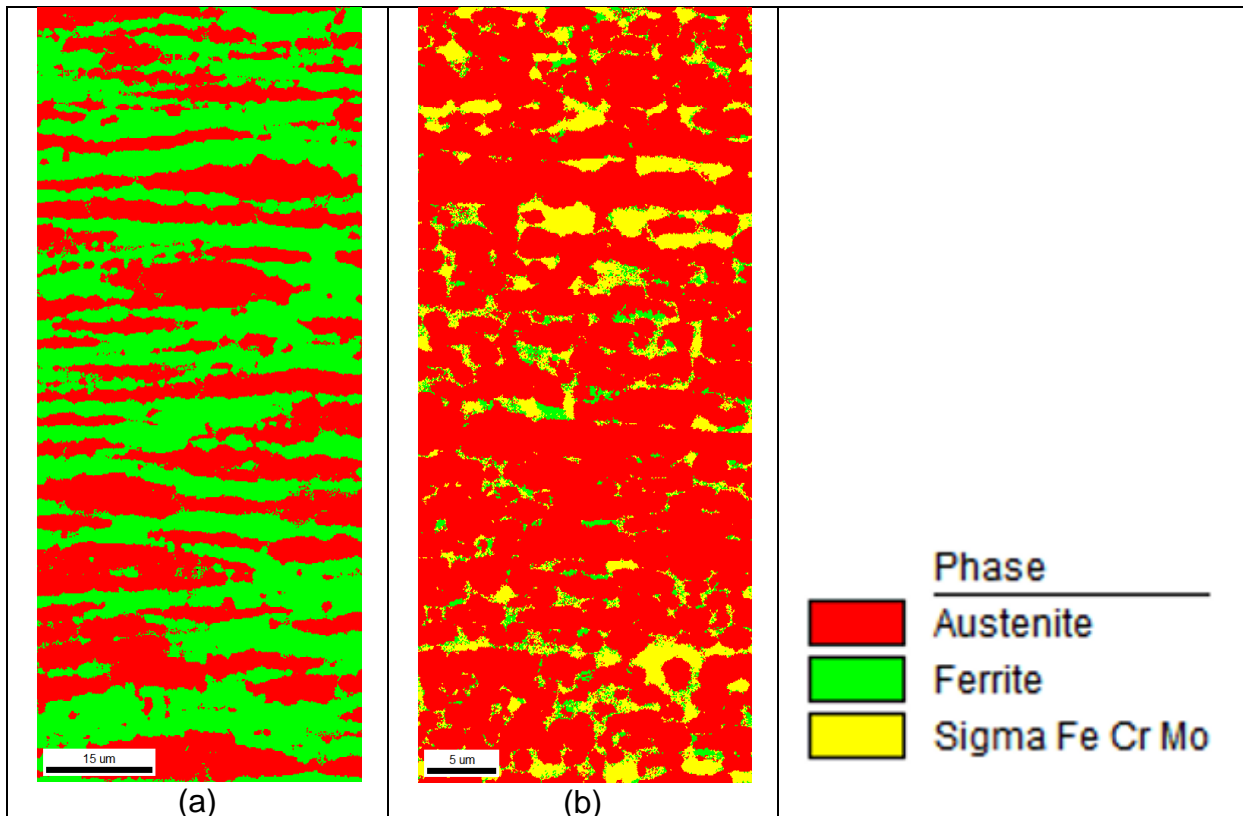
A fase  $\sigma$  cresce consumindo a ferrita e ao mesmo tempo é conduzida a um processo de coalescimento com a eliminação de fronteiras entre grãos vizinhos. Por sua vez, a fase  $\chi$  caminha no sentido da esferoidização visando a redução da energia de superfície das partículas, como destacado na figura 2(c). A matriz na cor cinza escuro é austenítica.



**Figura 2:** Microscopia de varredura nas condições recozida a (a) 700°C por 1800s, (b) 850°C por 1800s, (c) 850°C por 86400s e (d) 950°C por 1800s.

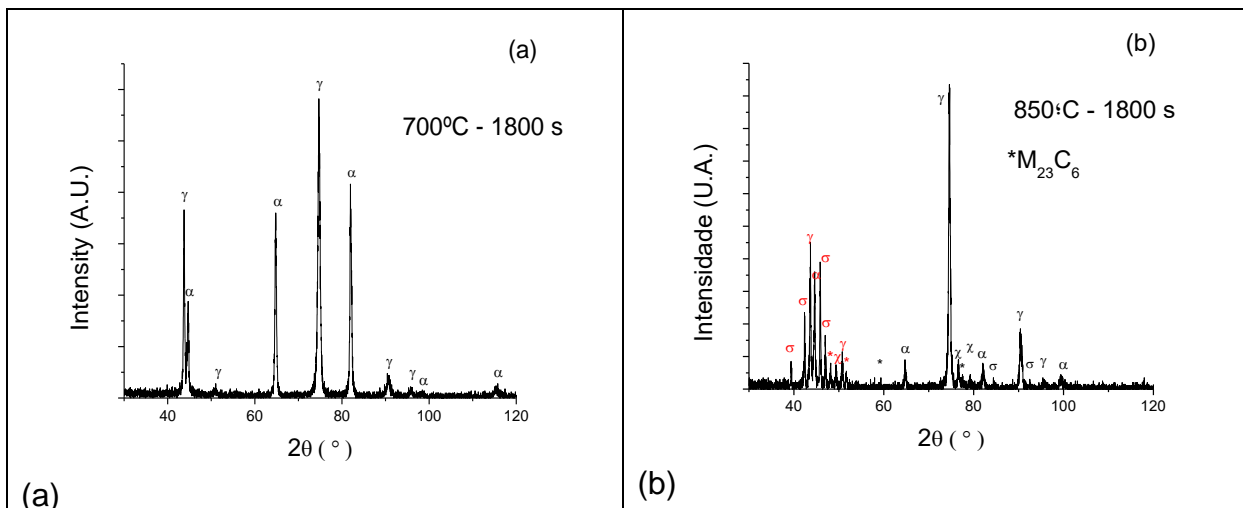
No mapa de fases da figura 3, a cor vermelha representa a austenita, o verde representa a ferrita e o amarelo representa a fase sigma. Pode-se notar a redução da fração de ferrita e aumento das fases sigma e austenita após o envelhecimento, como esperado.

O tamanho médio de grão obtido através do EBSD OIM™ software foi de 2,6 µm.



**Figura 3:** Mapa de fases das amostras a) Como recebida e b) recozida a 850°C por 86400s.

De acordo com os difratogramas, não há precipitação de fases deletérias à 700°C no tempo empregado. A 850°C, pode-se identificar a presença de  $\sigma$ ,  $\chi$  e carboneto.



**Figura 4:** Detalhes do difratograma do AID 2205 recozido à (a) 700°C e (b) 850°C por 1800s.

Os resultados dos padrões de difração de raios X permitiram a identificação de fases secundárias que não foram visualizadas nas micrografias de MEV. Além das fases  $\sigma$  e  $\chi$ , o carboneto de cromo M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> também foi identificado. A quantificação das fases para cada condição de processamento adotada no presente trabalho é apresentada graficamente na Figura 5, onde para melhor visualização,

apenas as fases secundárias são mostradas. Para as amostras envelhecidas a 850 °C, à medida que o tempo de envelhecimento aumentou, a quantidade de fases  $\sigma$  e  $\chi$  aumentou e a quantidade de fase  $\alpha$  diminuiu. Nas amostras como recebidas, laminadas a frio e envelhecidas a 600°C, 700°C e 950°C, as fases secundárias não foram observadas para o tempo de envelhecimento de 1800 s nos padrões de difração.

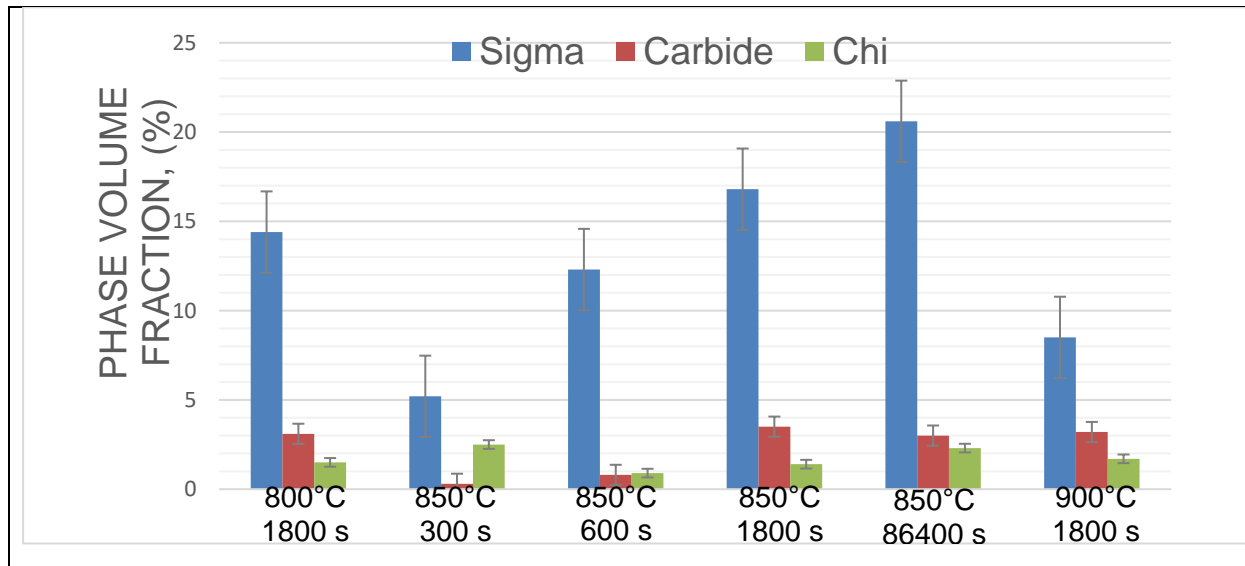


Figura 5: Fração volumétrica das fases.

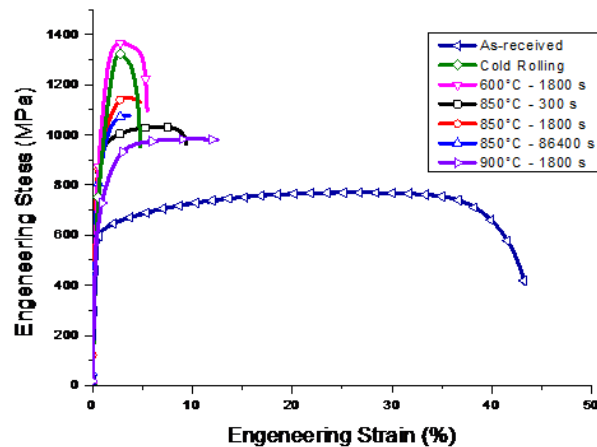


Figura 6: Ensaio de tração

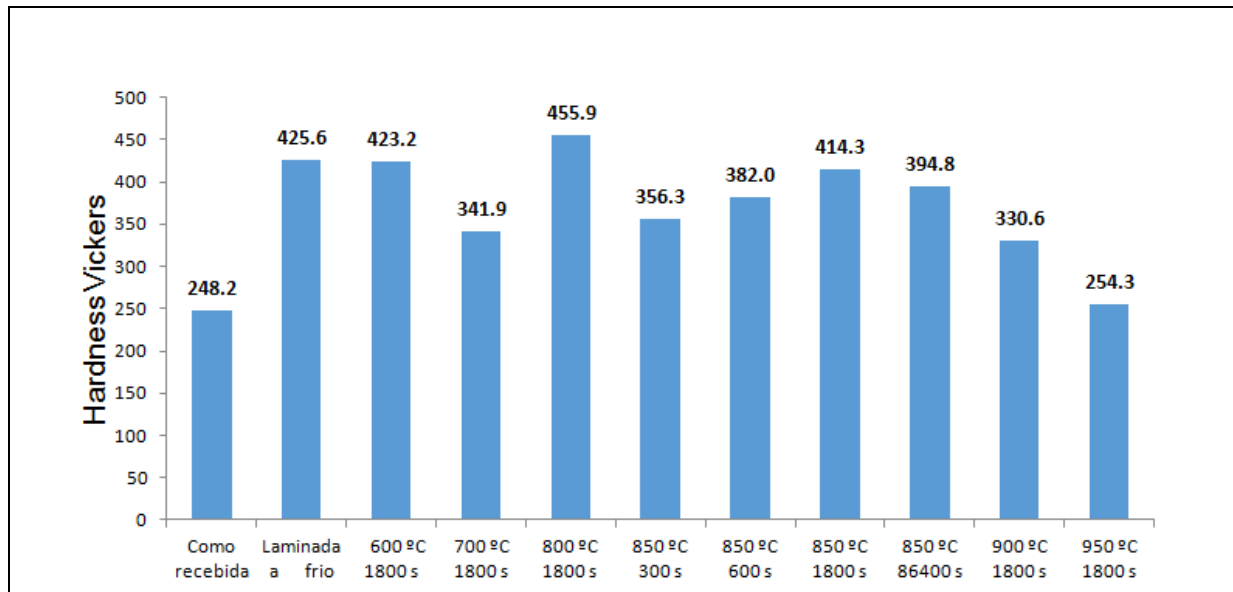


Figura 7: Microdureza Vickers

## 2.3 DISCUSSÃO

Embora se esperasse que as amostras recozidas a 600 ° C, 700 ° C e 950 ° C por 1800 s formassem precipitados [5,9], as fases secundárias não foram identificadas em sua microestrutura no tempo de recozimento empregado. Levava um tempo de envelhecimento mais longo para ocorrer a precipitação. Além disso, a 950°C, a força motriz para nucleação de  $\sigma$  é reduzida porque Cr e Mo, elementos que promovem a formação da fase  $\sigma$ , são homogeneizados em solução sólida na austenita e ferrita [5].

Após o envelhecimento a 850 ° C por 86400 s, a presença da fase  $\sigma$  é dominante, concordando com outros autores, Llorca-Isern et al. [11] O tempo longo e a temperatura de envelhecimento intensificaram a decomposição ferrítica eutetóide de acordo com a reação  $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$  [12]. A austenita neste caso é denotada como  $\gamma_2$ , chamada austenita secundária, porque possui composição química diferente da austenita primária ( $\gamma_1$ ). A fase  $\chi$  ainda foi observada na amostra envelhecida a 850 ° C por 86400 s, o que contraria o esperado pelo thermoCalc. A nucleação de  $\chi$ , assim como de  $\sigma$ , ocorreu preferencialmente nas interfaces  $\alpha/\alpha$  e  $\alpha/\gamma$ . A precipitação da fase sigma é acentuada pela deformação. Depois da redução de 60% por trabalho a frio, a precipitação ocorre a 850°C mesmo em tempos muito curtos, como 300 s. Isso mostra que a fase  $\sigma$  começa a precipitar antes da recuperação da matriz [13].

A cinética de precipitação dessas fases, que é muito lenta na austenita [13], é aumentada na faixa de temperatura entre 800°C e 850°C [14]. O aumento da fração volumétrica de austenita é explicado pela formação de austenita secundária. Para envelhecimento a 800°C e 850°C por 1800 s, formou-se 14% e 17% de fração volumétrica da fase  $\sigma$ , respectivamente, indicando uma redução considerável no desempenho mecânico do material.

Após o recozimento, a fração volumétrica de ferrita diminui novamente, indicando que o  $\sigma$  formado vem de uma precipitação direta da ferrita,  $\alpha \rightarrow \sigma$ . Entretanto, como a ferrita se transforma em fase sigma, a ferrita ao redor torna-se pobre em Cr e Mo, o que permite que esta fase seja atacada por reagentes metalográficos com intensa formação de pite, figura 2(b).



A nucleação da fase  $\chi$  é facilitada nos AID, devido a similaridade entre essa fase e a ferrita. Ambas apresentam estrutura cúbica, com baixa diferença entre os parâmetros de rede. A nucleação da fase  $\chi$  é energeticamente mais favorável e mais rápida do que a da fase  $\sigma$ , de estrutura tetragonal, levando a menor distorção da rede. Isso explica o fato da fase  $\chi$  ser precursora da fase  $\sigma$  [15].

A fase  $\chi$  formada no estágio inicial do envelhecimento, de acordo com vários autores, decompõe-se na fase  $\sigma$  de acordo com a reação  $\alpha \rightarrow \chi \rightarrow \sigma$  [7,14]. Para o tempo de 86400 s, a quantidade de fase  $\chi$  aumentou, além de uma fração maior de ferrita decomposta na fase  $\sigma$  e  $\gamma_2$ . O restante da ferrita, ainda não transformada, coexiste na liga do sistema. A fase  $\chi$  permanece estável mesmo após 24 h de envelhecimento isotérmico. Esta observação é contrária à literatura, que afirmava a decomposição da fase  $\chi$  para  $\sigma$ .

A quantidade de carboneto formado durante o recozimento é explicada pelo fato de que a cinética de precipitação não ser máxima nas temperaturas selecionadas. Devido a isso, maior quantidade de carboneto foi formada com tempos mais longos. O carboneto pode ser formado pela reação eutetóide  $\alpha \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma_2$  [7]. A precipitação ocorre preferencialmente na interface  $\alpha / \gamma$ .

Devido ao alto teor de Cr no carboneto  $M_{23}C_6$ , a precipitação na interface  $\alpha / \gamma$  diminui o conteúdo de Cr nessa região. Esta variação do teor de Cr atua como força motriz para o crescimento do carboneto dentro da ferrita, e para a formação de austenita secundária [14], que é facilitada pela menor concentração de Cr em regiões próximas aos carbonetos [7]. O aumento na quantidade de carboneto dentro da ferrita é favorecido devido à alta difusividade do Cr nesta fase.

O alongamento total após os testes de tração é ilustrado na Fig. 6. A figura 6a mostra para a amostra como recebida, isto é, laminada a quente e homogeneizada a 1050 ° C durante 3 min, um alongamento total da ordem de 40%. Por outro lado, quando o aço é laminado a frio e/ou recozido por um curto intervalo de tempo, sua resistência mecânica é consideravelmente aumentada, com uma conseqüente diminuição no alongamento total. Isto significa valores de resistência à tração de 1300 MPa e alongamento total da ordem de 5%. A recuperação no envelhecimento à 600° não é suficiente para reduzir a resistência do aço. Para o envelhecimento realizado a 850° C a resistência mecânica é reduzida para valores entre 1000 e 1100 MPa e são obtidos alongamentos ainda menores, cerca de 5%. A diminuição nos valores de resistência à tração está ligada à iniciação da recristalização do aço e a redução da ductilidade é devida à precipitação das fases secundárias. Os 9% de alongamento total para a amostra envelhecida durante 300 s a 850°C corroboram o fato de que a quantidade de fases deletérias precipitadas ainda é pequena, menos de 8%. A precipitação das fases secundárias causou deterioração severa nas propriedades mecânicas do AID 2205 . Nas condições envelhecidas a 850°C durante 1800 s 86400 s, a redução de ductilidade foi mais intensa devido à precipitação mais intensa de fases secundárias,  $\sigma$ ,  $\chi$  e carbonetos.

A microdureza da amostra é aumentada após laminação a frio. Após recozimento a 600°C, não há recuperação suficiente para reduzir a resistência. A redução da dureza a 700°C pode ser atribuída ao início da recristalização. A 800°C, 850°C e 900°C, o aumento da dureza se deve à precipitação de fases secundárias, o que comprova o esperado de que as fases deletérias fragilizam o aço. A 950°C, sem a precipitação de fases e com recristalização, há redução da dureza, como esperado.

### 3 CONCLUSÕES

A evolução microestrutural do AID 2205 de grão ultrafino produzidos por laminação a frio com redução de 60% de espessura e envelhecimento isotérmico de 600 ° C a 950 ° C em diferentes tempos foi investigada e as seguintes conclusões foram obtidas:

- Amostras envelhecidas a 600°C, 700°C e 950°C, não apresentaram precipitação de fases secundárias para tratamento térmico isotérmico por 1800 s.
- A 800°C e 850°C, as fases  $\chi$ , carboneto e  $\sigma$  formaram-se muito rapidamente. Com o aumento do tempo de envelhecimento, a fase  $\chi$  não se transformou e permaneceu na microestrutura. A precipitação de carboneto e fases intermetálicas aumentou com o aumento do tempo de envelhecimento. A 900°C, a precipitação dessas fases ocorreu com menor intensidade.
- A intensa precipitação de fases secundárias das amostras envelhecidas a 850°C por diferentes tempos foi traduzida em um comportamento mecânico frágil do AID 2205, o que significa alta resistência à tração, mas com alongamento total muito reduzido.

### Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES-PROEX-PPGEM/UFMG (Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais; ao CNPq e a FAPEMIG pelo suporte financeiro.

### REFERÊNCIAS

- 1 Alvarez-Armas I. Duplex stainless steels: Brief history and some recent alloys. Recent Patents Mech Eng 2008;1:51–57
- 2 Badji R. Bouabdallah M. Bacroix B. Kahloun C. Belkessa B. Maza H. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. Mater. Charac. 2008;59:447-453.
- 3 Calliari I. Zanesco M. Ramous. E. Influence of isothermal aging on secondary phases precipitation and toughness of duplex stainless steel SAF 2205. J. Mater. Sci. 2006;41:7643-7649
- 4 Badji R, Bouabdallah M, Bacroix B, Kahloun C, Belkessa B, Maza H. Phase transformation and mechanical behavior in annealed 2205 duplex stainless steel welds. Mater Charac 2007;59:3–9.
- 5 Hsieh C-C. Wu W. Overview of intermetallic sigma phase precipitation in stainless steels. ISRN Metall 2012;1–16. Korea.
- 6 V.A. Hosseini. L. Karlsson. S. Wessman. N. Fuertes. Effect of sigma phase morphology on the degradation of properties in a super duplex stainless steel. Materials (MDPI). 2018;11:1-20.
- 7 Escriba DM. Materna-Morris E. Plaut RL. Padilha AF. Chi-phase precipitation in a duplex stainless steel. Mater Charact 2009;60:1214–1219.
- 8 Michalska, J. Sozańska, M. Qualitative and quantitative analysis of  $\sigma$  and  $\chi$  phases in 2205 duplex stainless steel. Mater. Charac. 2006;56:355–362.
- 9 Rosso M. Peter I. Suani D. About heat treatment and properties of duplex stainless steels. J. Achiev. Mater. Manuf. Eng. 2013;59:26–36.
- 10 De AK, Murdock DC, Mataya MC, Speer JG, Matlock DK. Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction. Scr Mater 2004;50:1445–1449.

- 11 Llorca-Isern N. López-Luque H. López-Jiménez I. Biezma MV. Identification of sigma and chi phases in duplex stainless steels. Mater. Charact. 2016;112:20–29.
- 12 Cho H.S. Lee. K. Effect of cold working and isothermal aging on the precipitation of sigma phase in 2205 duplex stainless steel. Mater. Charact. 2013;75:29–34.
- 13 Y. Maehara. N. Fujino. T. Kunitake. Effects of Plastic Deformation and Thermal History on  $\sigma$  Phase Precipitation in Duplex Phase Stainless Steels. Trans. Iron Steel Inst. Japan. 2011;23:247–255.
- 14 T.H. Chen, K.L. Weng, J.R. Yang, The effect of high-temperature exposure on the microstructural stability and toughness property in a 2205 duplex stainless steel, Mater. Sci. Eng. A. 2002;338:259–270.
- 15 Nilsson, J.-O.; Kangas, P.; Wilson, A.; Karlsson, T. Mechanical properties, microstructural stability and kinetics of  $\sigma$ -phase formation in 29Cr-6Ni-2Mo-0.38 N superduplex stainless steel. Metall. Mater. Trans. A 2000, 31, 35–45.