

INTERAÇÃO DO HIDROGÊNIO NO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX 2205 ENVELHECIDO APÓS LAMINAÇÃO A FRIO*

Loyslene Rabelo Fernandes¹

Davi Silva Alves¹

Lisa Claeys²

Tom Depover²

Kim Verbeken²

Dagoberto Brandão Santos¹

Resumo

Os aços inoxidáveis duplex (AID) possuem boas propriedades mecânicas da ferrita com a resistência a corrosão da austenita. São bastante empregados na indústria petroquímica, de papéis e nuclear. Porém, são suscetíveis à fragilização por hidrogênio (H_2). Amostras de AID 2205 foram recebidas na condição de recozimento de homogeneização (1100°C por 300 s e resfriamento em água). Em seguida, foram laminadas a frio e recozidas a 1100°C por 2 h e a 850°C por 24 h. Foram então carregadas com H_2 . Análises de extração por fusão foram aplicadas para quantificar o hidrogênio no aço. Testes de tração in situ com carregamento de H_2 simultâneo foram usados para avaliar a fragilização provocado por esse elemento. Completando as análises de H_2 , foram construídos espectros de dessorção térmica. A microestrutura foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura, difração de elétrons retroespalhados (EBSD), difração de raios-x e microscopia eletrônica de transmissão. Na condição envelhecida o foram identificadas as fases sigma, chi e carboneto. O AID apresentou uma redução de ductilidade considerável, alcançando 5% de alongamento já no estado envelhecido. O carregamento de hidrogênio não alterou essa condição. A extração por fusão revelou um teor de hidrogênio na microestrutura de até 50 wppm para a condição recozida, enquanto para a amostra envelhecida foi de 10 wppm. Apesar da alta fração volumétrica de fases intermetálicas e carregamento com H_2 , as superfícies de fratura foram caracterizadas como microcavidades e intergranulares.

Palavras-chave: Aço inoxidável duplex; fragilização por hidrogênio; absorção de hidrogênio; difusividade do hidrogênio, fratura frágil.

HYDROGEN INTERACTION IN STAINLESS STEEL DUPLEX 2205 AGED AFTER COLD ROLLING

Abstract

Duplex stainless steels (DSS) possess good mechanical properties of ferrite with the corrosion resistance of austenite. They are heavily employed in the petrochemical, paper and nuclear industries. However, they are susceptible to hydrogen embrittlement (H_2). Samples of DSS 2205 type were received in the condition of homogenization annealing (1100°C for 300 s and cooling in water). They were cold rolled and annealing at 1100°C for 2 h and 850°C for 24 h. They were then loaded with H_2 . Melt extraction analyses were applied to quantify the hydrogen in the steel. In situ tensile tests with simultaneous H_2 loading were used to evaluate the embrittlement caused by this element. Completing the H_2 analysis, thermal desorption spectra were constructed. The microstructure was characterized by scanning electron microscopy, back scatter electron diffraction (EBSD), X-ray diffraction and transmission electron microscopy. In the aged condition the sigma, chi and carbide phases were identified. The DSS presented a considerable reduction of ductility, reaching 5% of elongation already in the aged state. The hydrogen charging has not altered this condition. Fusion Extraction revealed hydrogen content in the microstructure of up to 50 wppm for the annealed condition, while for the aged sample was 10 wppm. Despite the high volume fraction of intermetallic phases and loading with H_2 , the fracture surfaces were characterized as microvoids coalescence and intergranular.

Keywords: Duplex stainless steel; hydrogen embrittlement; hydrogen absorption; hydrogen diffusivity; brittle fracture

¹Metallurgical and Materials Engineering Department, Universidade Federal de Minas Gerais, Av. Antonio Carlos, 6627 - Campus Pampulha, Belo Horizonte, MG 31270-901 – Brazil

²Ghent University - Technologiepark 903, 9052 Zwijnaarde, Belgium

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex DDS fazem parte de uma classe de materiais com microestrutura bifásica, composta por uma matriz ferrítica e com ilhas de austenita, possuindo frações volumétricas aproximadamente iguais, 50% para cada fase [1-4].

A presença de ambas as fases proporciona um bom equilíbrio entre as propriedades mecânicas e resistência a corrosão, tornando o aço inoxidável de grande interesse para sua aplicação, sendo utilizado cada vez mais em ambientes agressivos, como usinas nucleares, indústria química e petroquímica e de papel [1,3,4].

Geralmente, esses aços quando são submetidos à deformação, podem passar de austenita para martensita. A formação de martensita está associada com a estabilidade da austenita, onde é relacionada com a energia de falha de empilhamento, dependente da composição da liga e temperatura [5,6]. Quando o AID é exposto a temperaturas variando de 600 a 1000°C, fases deletérias podem precipitar, como fases intermetálicas, carbonetos e nitretos [7]. Essas fases apresentam alta cinética de precipitação, resultando em severa deterioração da ductilidade, dureza e resistência à corrosão [8-10] desses aços, que é causada pela depleção de Cr e Mo na matriz e seu acúmulo nas fases secundárias [9,10].

Devido o aço inoxidável ter se tornado de grande interesse ao mercado, torna-se importante conhecer seu comportamento mecânico e resistência a corrosão quando combinado com hidrogênio. Os esforços mecânicos podem levar a sua fragilização. A análise da suscetibilidade à fragilização por hidrogênio no aço inoxidável é complexa, devido a sua natureza de fases multiconstituída, uma vez que ambas as fases se comportam de forma não semelhantes em relação ao desempenho relacionado ao hidrogênio. A ferrita mostra uma baixa solubilidade de hidrogênio, enquanto a austenita mostra uma alta solubilização de hidrogênio e baixa difusividade do mesmo [11-13].

Presente na microestrutura do aço, o hidrogênio leva uma redução em sua tenacidade e ductilidade, e, em muitos casos, relaciona-se à resistência a tração do aço, ou seja, quanto maior a sua resistência, mais suscetível à fragilização por hidrogênio [11-14]. A interação do hidrogênio com os tipos de aços com estrutura cristalina ccc já foram observados, mostrando que papel do hidrogênio difusível era essencial para o grau de fragilização. Apesar da quantidade, também a difusividade do hidrogênio desempenha uma função importante. Portanto, materiais cfc que possuem um baixo teor de hidrogênio, com propriedades de baixa difusividade, foram considerados resistentes à fragilização por hidrogênio. Esse fenômeno indesejado pode no final ter efeito desfavorável nas propriedades mecânicas, com consequências bastante prejudiciais devido a exposição a um ambiente contendo hidrogênio [14-17].

Este artigo trata da determinação de certas particularidades dos efeitos do hidrogênio no AID envelhecido após laminação a frio. Foi investigada a quantidade de hidrogênio presente e seu aprisionamento no material, a degradação de suas

propriedades mecânicas causadas pelo envelhecimento com a formação de fases deletérias, bem como pelo carregamento com hidrogênio. A justificativa para esse trabalho vem da suscetibilidade a fragilização por hidrogênio em aços inoxidáveis duplex e a sua ampla aplicação em diversos setores industriais. O aço estudado foi fornecido na condição de homogeneização, i.e. recozimento após laminação a quente e resfriamento em água. Por sua vez, o estudo ou avaliação do comportamento mecânico (fragilização por H₂) resultante da aplicação de dois mecanismos de fragilização simultaneamente não foram abordados de forma intensiva na literatura. Apenas referência [17] foi encontrada pelos presentes autores.

2 DESENVOLVIMENTO

O material utilizado nesse trabalho foi o aço inoxidável duplex tipo 2205, com uma espessura de 4,1 mm, cuja composição química é determinada na Tabela 1 abaixo.

Tabela 1. Composição química do aço inoxidável 2205

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Mo	Cu
Peso %	0,013	1,81	0,38	22,45	5,31	0,02	0,0005	2,63	0,24

O aço inoxidável utilizado nesse trabalho tem a predisposição para se formar α' -martensita devido a deformação a frio. Para assegurar que o aço estivesse livre de α' -martensita, um recozimento foi executado a temperatura de 1100°C durante 2 h. Por outro lado, aços inoxidáveis duplex tem forte propensão para formação de fases deletérias, como fase σ , χ , carbonetos e nitretos. Essa formação ocorre entre 600 a 950°C; sendo a faixa de temperatura entre 800 a 850°C a que apresenta uma cinética mais rápida [7]. Foi identificada e caracterizada a microestrutura, utilizando a microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e microscopia de eletrônica de transmissão (MET). As amostras foram preparadas de acordo com o procedimento padrão de metalografia com lixamento e polimento sucessivos e ataque químico com reativo de Behara. O polimento final com sílica coloidal 0,04 μ m foi empregado para exames e análises no MEV e EBSD. Um MEV com filamento de W foi utilizado com uma tensão de aceleração de 20 kV e um diâmetro de sonda de 200 nm. A amostra foi inclinada em um ângulo de 70° e usado a um passo de 0,1 μ m com formação de imagem em uma grade hexagonal. O software OIM™ (*Orientation Imaging Microscopy*) foi utilizado para coletar e analisar os padrões do EBSD. O microscópio eletrônico de varredura (MEV) também foi usado para o reconhecimento da superfície de fratura.

Foram preparadas folhas finas para análise por MET por jato de eletropolimento em solução 5% de HClO₄ (ácido perclórico) e 95% de metanol a uma temperatura de aproximadamente -30°C e tensão de 20 V. As lâminas foram examinadas usando um microscópio eletrônico de transmissão FEI, Sistema Tecnai G2-20, operado a 200 kV.

A difração de raios-X foi utilizada para a identificação e quantificação das fases. Essa foi realizada em um difratômetro PANalytical Empyrean com tamanho de passo de 0,02 por 1 s e um intervalo angular, 2 θ , de 30-120°.

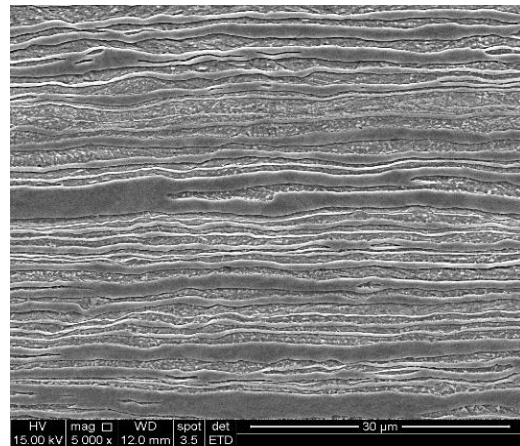
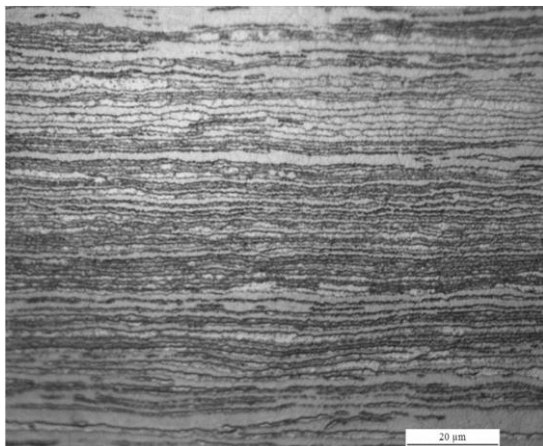
2.1 Caracterização da interação hidrogênio/aço

A extração por fusão foi utilizada para definir a concentração total de hidrogênio no aço. A largura e o comprimento das amostras foram 6 e 8 mm, respectivamente. A redução da espessura foi para 1,5 mm, alcançada por esmerilhamento. O hidrogênio foi carregado nas amostras por meio de carga eletroquímica em uma solução de 0,5 M H₂SO₄ com 1 g/L de tiouréia CH₄N₂S a uma densidade de corrente de 0,8 mA/cm². Análise de H₂ foi realizada a uma temperatura de 1550°C, em que amostra pré-pesada é colocada em um forno de pulso para aquecimento. A amostra aquecida libera H como H₂ gasoso, que é absorvido por um fluxo de N₂. Essa mistura é então conduzida a uma célula de medição de condutividade térmica. Baseado na variação da condutividade térmica entre o N₂ e a mistura de H₂ e N₂, o cálculo da quantidade de hidrogênio é realizado pelo software. A degradação mecânica induzida pelo hidrogênio foi avaliada em testes de tração nas amostras sem (ao ar) e com carregamento de hidrogênio por 24 horas com carga contínua de hidrogênio durante o teste de tração (*in situ*) para evitar a fuga desse. Os testes de tração foram feitos a uma taxa de deformação de 0,001 s⁻¹. O alongamento foi definido em mm, uma vez que a determinação da tensão não foi possível devido à requisitos experimentais para realizar o carregamento de H₂ e o teste *in situ*. As amostras de tração, com uma seção de 75x10x1.5 mm, foram carregadas com hidrogênio da mesma maneira que para a extração por fusão [15].

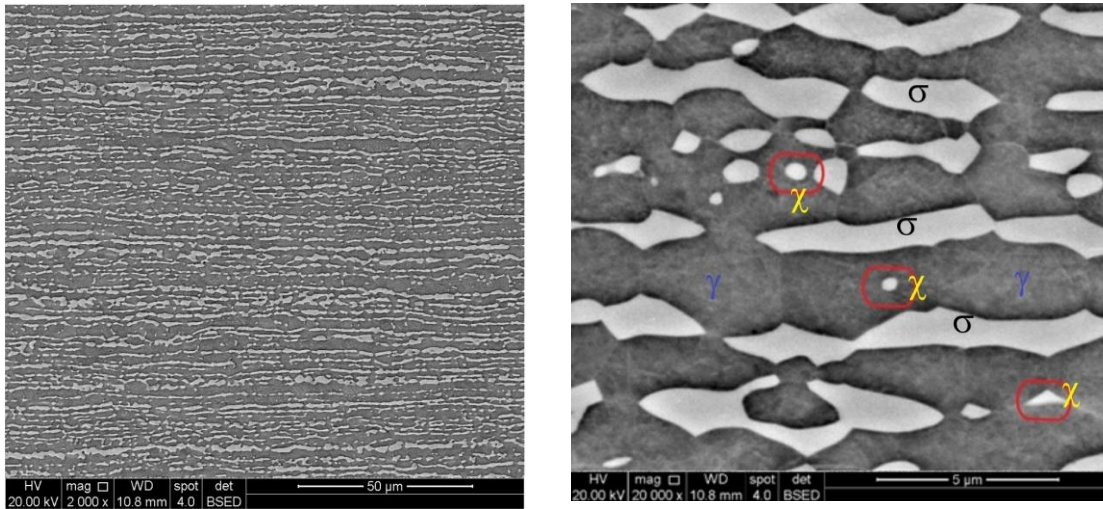
3. Resultados e Discussão

Na figura 1 é possível observar uma imagem obtida por microscopia óptica e por microscopia eletrônica da microestrutura do material laminado; onde fica evidente a presença de duas fases, sendo a mais clara austenítica (γ) e a mais escura a ferrítica (α) distribuídas em lamelas.

Na Figura 2 é ilustrada a microestrutura do AID 2205 laminado a frio com 60% de redução de espessura e envelhecido a 850°C por 86400 s (24 h). Na Figura 2(b) são identificadas as fases austenita, σ e χ . Os grãos intercalados entre ferrita e austenita, alongados na direção de laminação são uma característica dos aços inoxidáveis duplex. Na Figura 3(a) observa-se a micrografia obtida por MET referente ao material tratado a 850°C por 24 h, bem como a figura de difração de elétrons, Figura 3(b). A matriz é constituída pela fase α , coloração cinza escura, fase γ , coloração cinza claro e fase sigma, regiões totalmente escuras. Na imagem obtida por MET pode-se observar uma macla de recozimento na austenita, Figura. 3(a).



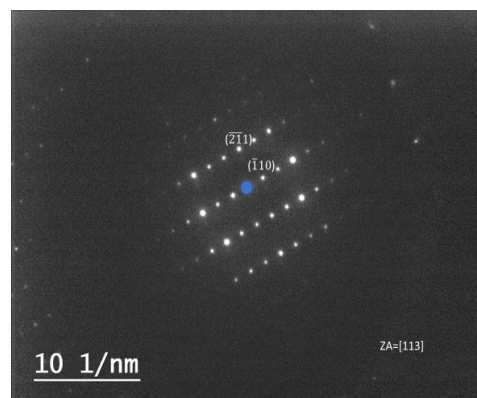
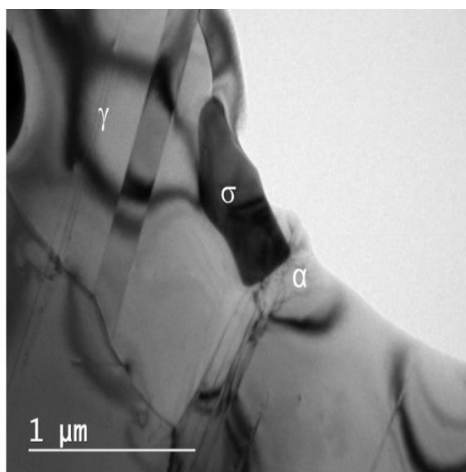
(a) (b)
 Figura 1. (a) Microscopia óptica (MO) e (b) eletrônica de varredura (MEV) do AID 2205 laminada a frio com 60% de redução de espessura.



(a) (b)
 Figura 2. (a,b) Microscopia eletrônica de varredura do AID 2205 laminado a frio com 60% de redução de espessura e envelhecido a 850°C por 86400 s (24 h).

A medição da fração volumétrica das fases foi feita por difração de raios-X, mostrada na Figura 4, onde tem-se a proporção de 48% de austenita e 52% de ferrita, juntamente com martensita devido a deformação sofrida na laminação. Na figura 5 tem-se o difratograma da amostra envelhecida

Após o tratamento térmico houve o aparecimento de fases deletérias (σ , χ e carbonetos). Dentre elas, a de maior quantidade foi a σ , a qual geralmente nucleia na interface austenita-ferrita e cresce consumindo a ferrita [8-10]. As proporções de cada fase foram calculadas tanto pela difração de raios-X, usando o método de integração dos picos principais, quanto por EBSD. Essas podem ser comparadas na Tabela 2. As diferenças se devem a resolução da fase σ e α , e não inclusão de carboneto e nitreto na técnica de EBSD.



(b)

(a)

Figura 3. (a) Imagens obtida no MET de campo claro feita no plano de laminação do AID 2205 laminado a frio e envelhecido por 24 h a 850°C. Em (b) descreve-se a figura de difração de elétrons em área selecionada (SAD).

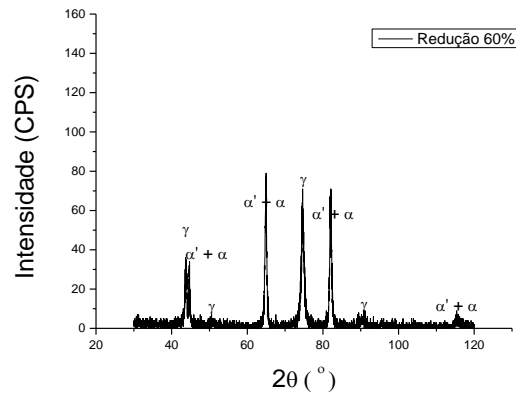


Figura 4. Difratograma do AID 2205 após laminação a frio com redução de 60% na espessura.

Na Figura 6 são ilustradas as fases identificadas por EBSD e as respectivas frações volumétricas. Os resultados obtidos pelo método extração por fusão podem ser observados na Figura 7, onde têm-se uma baixa saturação de hidrogênio, em torno de 11 wppm, no material. Em estudos realizados no mesmo aço obteve-se uma maior concentração de hidrogênio, porém após recozimento a 1100°C, quando não se observou a presença das fases σ e χ [15].

Tabela 2. Fração volumétrica das fases do aço envelhecido a 850°C durante 24 h

Fases	DRX (%)	EBSD (%)
Austenita	59,9	83,3
Ferrita	20,6	4,3
Sigma	13,5	12,4
M ₂₃ C ₆ + χ	6	-
Total	100	100

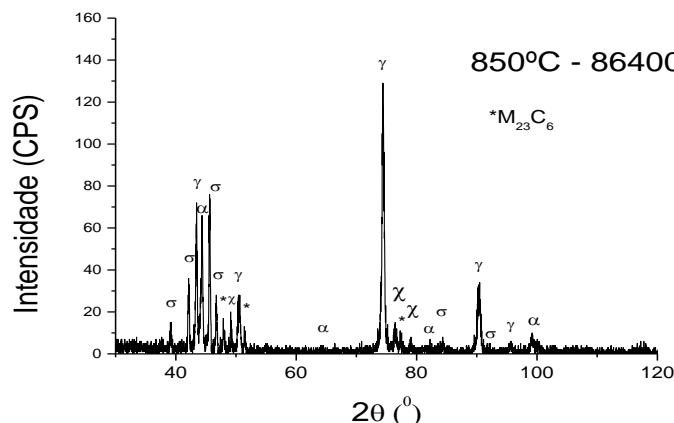
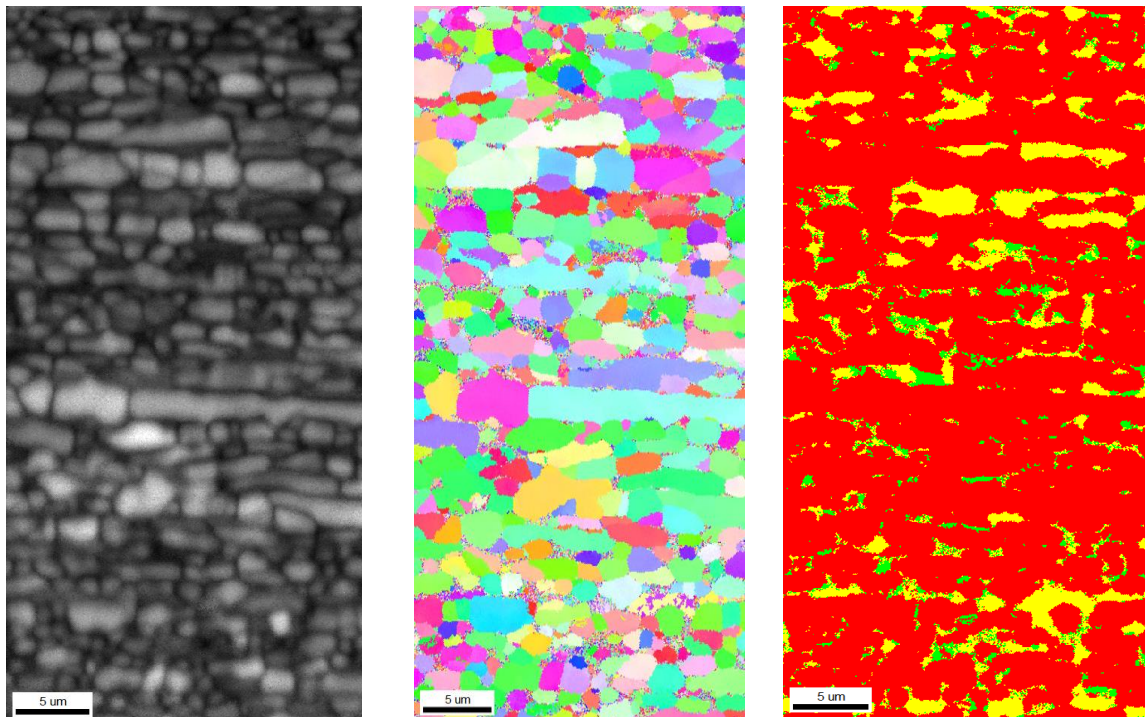


Figura 5. Difratograma do AID 2205 laminado a frio com 60% de redução e envelhecido por 24 h a 850°C.

Na Figura 8 são plotados os conteúdos de H₂ (wppm) em função da temperatura de aquecimento (espectro TDS) após carregamento de H₂ até 24 h em amostras do aço inoxidável duplex 2205 laminadas a frio com 60% de redução e recozidas a 1100°C por 2 h e a 850°C por 24 h.

O método de espectrometria de dessorção térmica (TDS) funciona de forma eficaz para a identificação de diferentes locais de encapsulamento e para a medição da energia e densidade vinculadas a esses sítios [18]. Uma análise da liberação completa (dessorção) permite que o hidrogênio difusível dissolvido na matriz do aço e o hidrogênio aprisionado sejam diferenciados. O hidrogênio aprisionado consistiu principalmente daquele dissolvido na fase austenita e interfaces (contorno de grão e fases precipitadas-matriz) [17]. Com os resultados obtidos pelo ensaio de TDS, observa-se uma menor liberação de hidrogênio no material envelhecido em comparação ao estado inicial, o que já era esperado pela baixa concentração de hidrogênio na mesma. Mas pode-se analisar também que não houve alteração no pico de liberação de hidrogênio, mostrando que a presença da fase sigma não interferiu nas armadilhas de H₂ presentes no material.

A amostra recozida contém mais hidrogênio em comparação com a amostra envelhecida. Esse fato está ligado à quantidade de austenita alcançada em 24 h de envelhecimento. O AID envelhecido contém mais austenita, V_v = 60%, (Tab. 2) em comparação com o aço recozido em alta temperatura, 1100°C por 7200 s (2 h) (V_v = 50%, [15]). A difusão de hidrogênio é mais lenta na austenita, significa menor carga de H₂. Além disso, a difusão é mais rápida na ferrita (condição recozida) [12,19,20]. Na amostra envelhecida, a ferrita se transforma em grande parte para a fase sigma [7].



(a) Imagem de qualidade (IQ)

(b) Mapa IPF

(c) Mapa das fases (MF)

Figura 6. Quantificação da fração volumétrica das fases via EBSD. (a) Mapa de qualidade (IQ), (b) figura de polo inversa e (c) mapa das fases (PM) com as respectivas frações volumétricas.

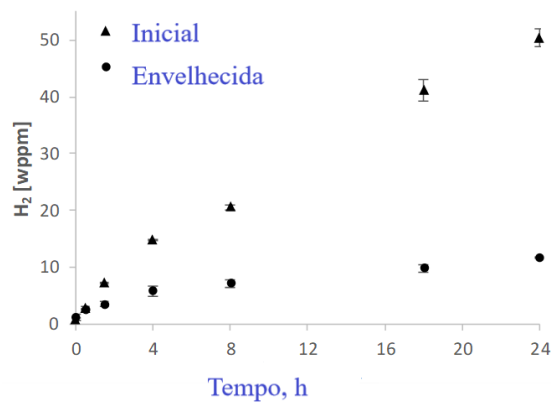


Figura 7. Influência do tempo de carregamento na concentração de H₂ para amostras do aço inoxidável duplex 2205 laminadas a frio com 60% de redução de espessura e recozidas a 1100°C por 2 h e a 850°C por 24 h.

Os resultados dos ensaios de tração podem ser observados na Figura 9, onde a curva de cor escura é referente ao material sem carregamento com hidrogênio, e a curva vermelha do material carregado com hidrogênio. Não foi observado nenhuma variação das propriedades entre as duas condições, tendo em vista o material sem hidrogênio já estar fragilizado devido a precipitação das fases deletérias.

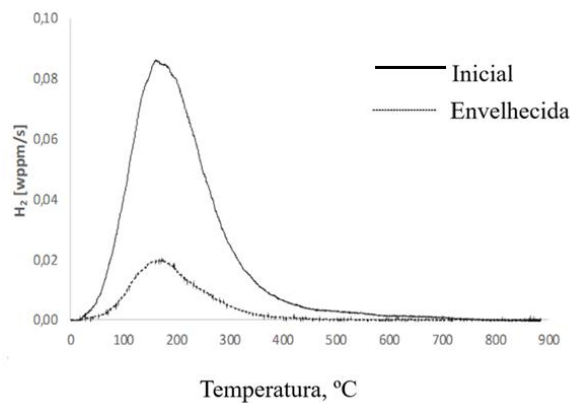


Figura 8. Conteúdo de hidrogênio (wppm) em função da temperatura de aquecimento (espectro TDS) após carregamento de H₂ durante 24 h em amostras do aço inoxidável duplex 2205 laminadas a frio com 60% de redução e recozidas a 1100°C por 2 h e a 850°C por 24 h.

Com o objetivo de adquirir mais informações sobre os mecanismos de fratura, foram analisadas no MEV as superfícies de fratura da amostra envelhecida e daquela envelhecida e carregada. A aparência da fratura se caracteriza por uma mistura de microcavidades e intergranular, com tamanho muito reduzido dessas microcavidades. Isso se deve ao tamanho de grão que foi produzido no processo de laminação a frio e recozimento em baixa temperatura (850°C-Fig. 6). A característica intergranular se deve à presença de fases deletérias, tipicamente as fases σ e χ .

Deve-se considerar também a presença de carbonetos e nitretos, como foi revelada na difração de raios X, Figuras 4 e 5.

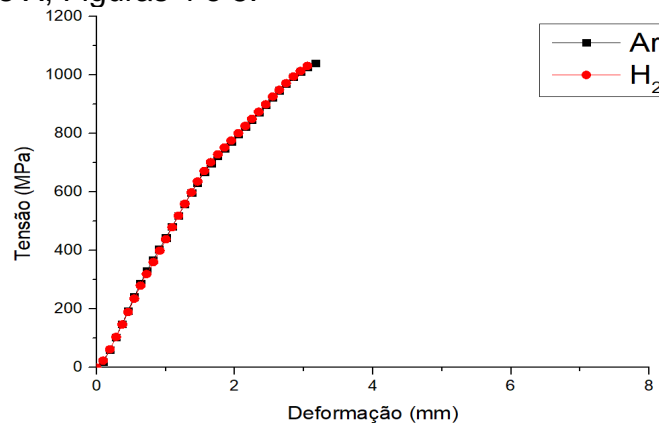


Figura 9. Curva de tração convencional para as condições de laminação a frio com 60% de redução, seguida de envelhecimento a 850°C por 24 h; e após carregamento com H₂.

Na superfície de fratura do corpo de prova de tração do material sem o carregamento com hidrogênio, Figura 10(b), nota-se uma aparência mais irregular com formação de degraus, comparando-a com a fratura do material carregado com hidrogênio, mostrada na Figura 11, superfície mais lisa. Uma possível explicação para essa diferença é a concentração de hidrogênio na interface das fases sigma-austenita que assistem a ruptura frágil do aço [17]. Microtrincas secundárias e muitas partículas nas paredes dos contornos dos grãos podem ser vistas na Figura 10(c), diferentemente da Figura 11(c).

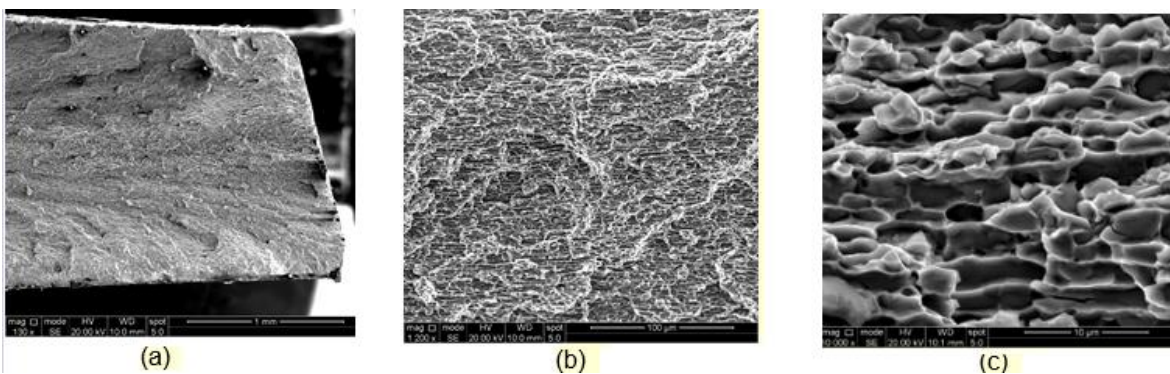


Figura 10. Fractografias do AID envelhecido sem carregamento com hidrogênio.

3 CONCLUSÃO

Amostra do AID 2205 laminada a frio e envelhecida a 850°C durante o tempo de 24 h foi submetida ao carregamento com H₂. Na condição envelhecida foram identificadas as fases σ , χ carboneto (M₂₃C₆). Ensaios de tração com carregamento de hidrogênio *in situ* demonstraram uma perda de ductilidade considerável. Tanto na amostra envelhecida, quanto na amostra envelhecida e carregada com H₂, alcançando cerca de 5% de alongamento total. Foi observada também uma mistura de fratura dúctil indicada por microcavidades (*dimples*) e intergranular. O carregamento de hidrogênio não alterou essa condição. A extração por fusão revelou um teor de hidrogênio na microestrutura de até 50 wppm para a condição

recozida, enquanto para a amostra envelhecida foi de 10 wppm. Os espectros de TDS indicam que o H₂ estava dissolvido de forma intersticial na fase austenita.

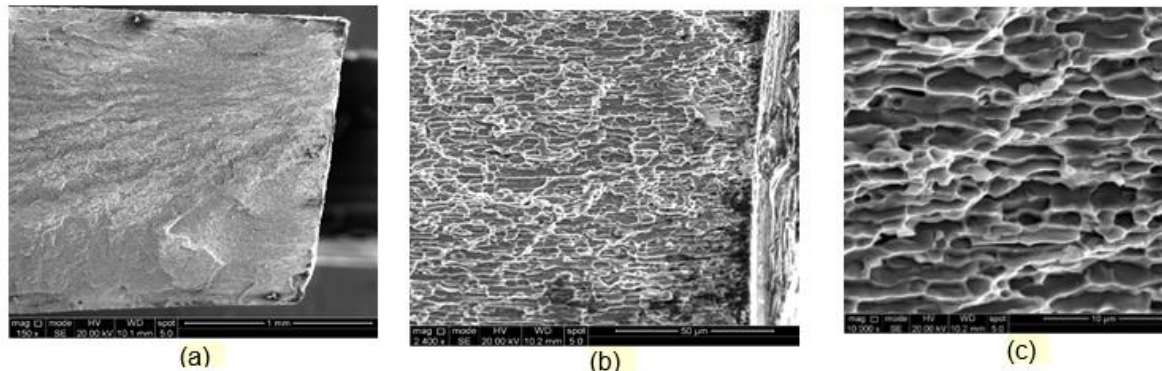


Figura 11. Fractografias do AID 2205 envelhecido após carregamento de hidrogênio.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES-PROEX, à FAPEMIG e ao CNPq pelas bolsas de pesquisa disponibilizadas aos alunos e pelo apoio financeiro. Os autores também reconhecem o apoio do FWO (colega de doutorado do SB número 1S16618N) e do fundo especial de pesquisa (BOF) da Universidade de Ghent referente o equipamento usado (concessão BOF15/BAS/ 062) e uma bolsa de pós-doutorado (concessão BOF01P03516). Agradecimentos são expressos ao Centro de Microscopia da UFMG por fornecer ótimo suporte científico. Agradecemos também à empresa Aperam South America S/A pelo fornecimento de amostras do aço inoxidável duplex.

Referências

1. Gunn R. Duplex Stainless steels: Microstructure, properties and applications. 1st. Ed. Cambridge: Abington Publishing. 1997.
2. Fargas G, Akdut N, Anglada M, Mateo A. Microstructural Evolution during Industrial Rolling of a Duplex, ISIJ Intern. 2008; 48 :1596-1602.
3. Lo KH, Shek CH, Lai JKL. Recent developments in stainless steels. Mater Sci Eng E. 2009; 65:39-104.
4. Alvarez-Armas I. Duplex Stainless Steels: Brief History and Some Recent Alloys. Recent Patents on Mechanical Engineering. 2008; 1: 51-57.
5. Djaziri S, Li Y, Nematollahi GA, Grabowski B, Goto S, Kirchlechner C, et al. A New Paradigm for Exceptional Steels. Adv Mater. 2016; 28 :7753-7757.
6. Rosso M, Peter I, Suani D. About heat treatment and properties of duplex stainless steels. J Achiev Mater Manuf Eng. 2013; 59: 26-36.
7. Hsieh C-C, Wu W. Overview of intermetallic sigma phase precipitation in stainless steels. ISRN Metall. 2012; 66: 1-16.
8. 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.

9. 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.
10. Hosseini VA, Karlsson L, Wesmann S, Fuertes N. Effect of sigma phase morphology on the degradation of properties in a super duplex stainless steel. *Materials (MDPI).* 2018; 11: 1-20.
11. Papula S, Sarikka T, Antilla S, Talonen J, Virkkunen I, Hanninen H. Hydrogen-induced delayed cracking in TRIP-Aided lean-alloyed ferritic-austenitic stainless steels. *Materials.* 2017; 10: 1-11.
12. Silverstein R, Sobol O, Boellinghaus T, Unger W, Eliezer D. Hydrogen behavior in SAF 2205 duplex stainless steel. *J of Alloys and Comp.* 2017; 695: 2689-2695.
13. Zhang W. Evaluation of susceptibility to hydrogen embrittlement - A rising step load testing method. *Mater Sci and Applic.* 2016; 7: 389-95.
14. Robertson IM, Sofronis P, Nagao A, Martin ML, Wang S, Gross D, Nygren KE. Hydrogen Embrittlement Understood. *Metal and Mater Trans A: Physical Metallurgy and Materials Science.* 2015; 46: 2323-2341.
15. Maria GGB, Claeys, L, Depover T, Santos DB, Verbeken K. The Hydrogen Induced Mechanical Degradation of Duplex Stainless Steel. *Steel Res Intern.* 2019; 90: 1-6.
16. Luo H, Dong CF, Liu ZY, Maha MT, Li G. Characterization of hydrogen charging of 2205 duplex stainless steel and its correlation with hydrogen-induced cracking. *Materials and Corrosion.* 2013; 64: 26-33.
17. Iacoviello F, Habashi M, Avallini M. Hydrogen embrittlement in the duplex stainless steel Z2CND2205 hydrogen-charged at 200°C. *Materials Science and Engineering A.* 1997; 224: 116-124.
18. Escobar DP, Depover T, Duprez L, Verbeken K, Verhaege M. Combined thermal desorption spectroscopy, differential scanning calorimetry, scanning electron microscopy and X-ray diffraction study of hydrogen trapping in cold deformed TRIP steel. *Acta Mater.* 2012; 60: 2593-2605.
19. Silva BRS, Salvio F, Santos DS. Hydrogen induced stress cracking in UNS S32750 super duplex stainless steel tube weld joint. *International Journal of Hydrogen Energy.* 2015; 40: 17091-17101.
20. Dabah E, Lisitsyn V, Eliezer D. Performance of hydrogen trapping and phase transformation in hydrogenated duplex stainless steels. *Mater Sci and Eng A.* 2010; 527: 4851-4857.