



# ESTUDO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X DO ENCRUAMENTO E DO RECOZIMENTO DO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX UNS S31803<sup>1</sup>

Denílson José Marcolino de Aguiar<sup>2</sup>  
Nelson Batista de Lima<sup>3</sup>  
Angelo Fernando Padilha<sup>4</sup>

## Resumo

No presente trabalho foram estudados os fenômenos de encruamento, formação e reversão da martensita alfa-linha (CCC, ferromagnética) induzida por deformação em um aço inoxidável dúplex UNS S31803. Inicialmente, a microestrutura do material na condição solubilizada foi caracterizada com auxílio de várias técnicas complementares de análise microestrutural. Foram determinadas fração volumétrica, estrutura cristalina, composição química, tamanho e morfologia das duas fases (ferrita e austenita). Os fenômenos de encruamento, formação e reversão de martensita induzida por deformação na austenita e recuperação da austenita e da ferrita foram estudados predominantemente por difratometria de raios X e usando o método de Rietveld.

**Palavras-chaves:** Aço inoxidável dúplex; Encruamento; Martensita induzida por deformação; Recuperação.

## X-RAY DIFFRACTION STUDY OF STRAIN HARDENING AND ANNEALING IN AN UNS S31803 DUPLEX STAINLESS STEEL

## Abstract

In the present work the phenomena of strain hardening, formation and reversion of the strain induced alpha-prime martensite ( $\alpha'$ , CCC, Ferromagnetic) in an UNS S31803 duplex stainless steel have been studied. Initially, the microstructure of the material in the solution annealed condition was characterized with aid of several complementary techniques of microstructural analysis. The volumetric fraction, crystalline structure, chemical composition, size and morphology of the two phases (ferrite and austenite) have been determined. The phenomena of strain hardening, formation and reversion of strain induced martensite in the austenite phase and recovery of austenite and ferrite phases have been studied, predominantly by using X-ray diffraction and the Rietveld method.

**Key words:** Duplex stainless steel; Strain hardening; Strain induced Martensite; Recovery.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 65<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro de Materiais, Mestre em Engenharia de Materiais, Doutorando do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP.

<sup>3</sup> Dr., Pesquisador Titular do Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais, IPEN-CNEN/SP.

<sup>4</sup> Dr.-Ing., Professor Titular do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, EPUSP.



## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis dúplex têm sido crescentemente utilizados em vários segmentos industriais, tais como indústrias química, petroquímica, nuclear e de papel.<sup>(1-3)</sup> Dentre as várias dezenas de composições de aços inoxidáveis dúplex disponíveis no mercado, o aço mais utilizado é o UNS S31803 (22Cr-5,5Ni-3Mo-0,15N), também conhecido como DIN 1.4462 (Werkstoff-Nummer), UR 45N ou ainda Avesta 2205.<sup>(4)</sup> Este aço é usado predominante na condição trabalhada, embora também possa ser utilizado em produtos fundidos. No caso de materiais trabalhados, aços inoxidáveis dúplex sofrem durante o seu processamento pelo menos uma vez os fenômenos de encruamento, recuperação e recristalização.

A primeira descrição detalhada de um aço inoxidável do sistema Fe-Cr-Ni apresentando microestrutura dúplex constituída de ferrita e de austenita, mais tarde denominados aços inoxidáveis dúplex, ocorreu em 1927.<sup>(5)</sup> O interesse por esses aços passou a ser importante, próximo aos anos 70, devido às melhorias nos processos de fabricação. Os aços inoxidáveis dúplex apresentam limite de escoamento aproximadamente duas vezes maior que os aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos mais comuns, além de alta resistência à corrosão em ambientes agressivos.<sup>(1-3,6)</sup>

As duas fases presentes na microestrutura dos aços inoxidáveis dúplex apresentam características e comportamentos muito diferentes entre si durante a deformação plástica. A ferrita apresenta numerosos sistemas de deslizamento, alta energia de defeito de empilhamento, não é susceptível a transformações de fases induzidas por deformação e sofre menor encruamento. A austenita tem um número bem menor de sistemas de deslizamento, baixa energia de defeito de empilhamento, é susceptível à formação de fases induzidas por deformação e sofre maior encruamento.<sup>(1-3)</sup>

Durante a deformação plástica ocorre intensa multiplicação de discordâncias nas duas fases. Como a mobilidade das discordâncias é menor na austenita, devido à menor energia de defeito de empilhamento e ao menor número de sistemas de deslizamento na estrutura CFC, para se obter deformações plásticas idênticas nas duas fases, a densidade de discordâncias na austenita deve ser maior. Além disto, ocorrem na austenita maclação mecânica e a formação de martensitas induzidas por deformação.<sup>(7-11)</sup> O tipo e a quantidade de martensita formada dependem principalmente da composição química da austenita, do grau, da temperatura, da velocidade e do modo ou processo de deformação.<sup>(7-10)</sup>

Durante o recozimento de aços inoxidáveis dúplex deformados a frio ocorrem vários fenômenos na ferrita e na austenita. A ferrita sofre recuperação e recristalização em temperaturas mais baixas que a austenita, pois a difusão na ferrita é cerca de duas ordens de grandeza mais alta.<sup>(12,13)</sup> A austenita também sofre recuperação (menos acentuada que a ferrita) e recristalização, porém em temperaturas mais altas que a ferrita, além da reversão para austenita das martensitas formadas.<sup>(11,12,14)</sup> A reversão da martensita ocorre abaixo da temperatura de recristalização da austenita.<sup>(9,10,15)</sup>

O objetivo central deste trabalho é o estudo com auxílio de difração de raios X do encruamento e da formação de martensita induzida por deformação na austenita, assim como o estudo da evolução da microestrutura durante o posterior recozimento do material deformado a frio (recuperação e reversão da martensita induzida por deformação).



## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Na Tabela 1 é apresentada a composição química do aço inoxidável dúplex pesquisado neste trabalho. O material encontrava-se na forma de chapa laminada a quente nominalmente solubilizada com espessura de 8 mm.

**Tabela 1** – Composição química (em % em massa) do aço UNS S31803 pesquisado neste trabalho

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	N
0,0234	0,278	1,797	0,0374	0,0010	22,52	5,54	3,246	0,148	0,157

A amostra como recebida foi caracterizada usando-se as técnicas de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de dispersão de energia, ferritoscopia e difração de raios X. A preparação metalográfica consistiu da etapa de lixamento até lixa # 4000, seguida de polimento mecânico em suspensão de sílica coloidal. Para a observação em microscopia óptica as amostras foram atacadas com diversos reagentes metalográficos, dentre eles o reagente de Beraha o qual foi usado para as determinações de metalografia quantitativa. Outro ataque usado pra observar o contraste entre as fases foi o ataque térmico por 1 minuto em chama de gás de cozinha comum (GLP).

A quantidade de fase ferromagnética foi determinada com auxílio de um ferritoscópio (medidas de indução magnética) da marca Fisher, com limite de detecção de 0,1%.

Na etapa seguinte do trabalho, a amostra foi limada para produção de um pó. A cominuição por limagem teve dois objetivos: a minimização da forte textura cristalográfica habitualmente presente nos aços inoxidáveis dúplex e a introdução de grande quantidade de defeitos cristalinos e eventualmente de martensita induzida por deformação. Parte do pó produzido por limagem foi encapsulado e tratado termicamente a 600°C por 1 hora. Em seguida, os pós (encruado e recozido) foram analisados em um difratômetro de raios X da marca Rigaku, com radiação  $\text{CuK}\alpha 1$ . Após essa etapa, as figuras de difração das amostras encruada e tratada termicamente foram analisadas e comparadas. Após a coleta dos dados de difração, efetuou-se um refinamento matemático dos perfis de difração pelo método de Rietveld<sup>(16)</sup> com o auxílio de um programa computacional.<sup>(17)</sup> Estas análises permitiram as determinações das quantidades de fases, das microdeformações residuais, dos tamanhos de cristalitos e dos parâmetros de reticulado. Na metodologia para determinar as microdeformações residuais e tamanho dos cristalitos, assume-se que o alargamento total dos picos de difração possui duas componentes: tamanho de partículas (ou cristalitos) e microdeformações residuais, sendo que cada uma pode ser identificada separadamente. O alargamento do pico, resultante do efeito da microdeformação ( $\Delta (2\theta)_s$ ), pode ser expresso pela equação 1:<sup>(18)</sup>

$$\Delta (2\theta)_s = 2\varepsilon \tan\theta \quad \text{(equação 1)}$$

onde  $\varepsilon$  é a microdeformação. A componente do alargamento originada dos pequenos cristalitos,  $\Delta (2\theta)_c$ , pode ser expressa pela equação de Scherrer, a equação 2<sup>(18)</sup>:

$$\Delta (2\theta)_c = 0,9\lambda / D \cos\theta \quad \text{(equação 2)}$$



Então o alargamento total é a soma das duas componentes, como apresentado na equação:<sup>(18)</sup>

$$\Delta (2\theta) = \Delta (2\theta)_s + \Delta (2\theta)_c = 2\varepsilon \tan\theta + 0,9\lambda / D \cos\theta \quad \text{(equação 3)}$$

Portanto, todos os termos podem ser expressos pela equação 4<sup>(18)</sup>:

$$\Delta (2\theta) \cos\theta = 2\varepsilon \sin\theta + 0,9\lambda / D \quad \text{(equação 4)}$$

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Inicialmente foram determinadas as quantidades das duas fases (ferrita e austenita) presentes na chapa no estado inicial; estado nominalmente solubilizado. Foram utilizados dois métodos: estereologia quantitativa (metalografia quantitativa) e ferritoscopia. Foram feitas determinações nas três faces ou superfícies, denominadas: longitudinal; transversal e superficial (superfície de laminação). O método de difração de raios X foi descartado devido à presença de forte textura cristalográfica nas chapas. Na Tabela 2 são apresentados os resultados de fração volumétrica obtidos por estereologia quantitativa, seguindo a norma ASTM correspondente.<sup>(19)</sup> Na Tabela 3 são apresentados os resultados obtidos por ferritoscopia.

**Tabela 2** – Fração volumétrica percentual de ferrita determinada por estereologia quantitativa.

Material como recebido (% ferrita)			
Medida	Longitudinal	Transversal	Superficial
Média	46 ± 4	46 ± 4	44 ± 4
Média total	44 ± 4		

**Tabela 3** – Porcentagem de ferrita determinada por ferritoscopia.

Material como recebido (% ferrita)			
Medida	Longitudinal	Transversal	Superficial
Média	44 ± 2	44 ± 2	32 ± 1
Média total	40 ± 6		

Comparando-se os valores de ferrita apresentados nas Tabelas 2 e 3, observa-se que as médias totais obtidas com as duas técnicas concordaram razoavelmente. Por outro lado, as medidas obtidas por ferritoscopia apresentam menor desvio nas faces individualmente, mas apresentam maior desvio na média total. Esta discrepância pode ser explicada pelo efeito da orientação dos grãos de ferrita (textura cristalográfica) na indução magnética e, portanto, nas medidas realizadas por ferritoscopia. A forte textura cristalográfica presente em chapas laminadas de aços inoxidáveis dúplex dificulta a determinação da quantidade das duas fases por difração de raios X<sup>(20)</sup>.

As duas fases apresentaram grãos finos, menores que 10 µm, alongados na direção de laminação, formando placas (lamelas em duas dimensões) alternadas de ferrita e austenita. Esta morfologia é típica de chapas laminadas de aços inoxidáveis dúplex e pode ser justificada<sup>(1)</sup> pelo fato da energia de interface (austenita/ferrita) ser menor que as energias dos contornos de grãos (ferrita/ferrita e austenita/austenita).

Em seguida foi estudada a partição dos elementos metálicos nas duas fases, com auxílio de análise por dispersão de energia (Tabela 4). Conforme esperado, a ferrita apresentou-se mais rica em cromo e molibdênio, enquanto a austenita é mais rica em níquel. Os coeficientes de partição encontrados neste trabalho foram comparados com os valores encontrados por Reick<sup>(21)</sup> em outra corrida do aço UNS S3180 e mostraram razoável concordância. A partir da composição química da austenita é possível avaliar a sua energia de defeito de empilhamento (EDE) e a sua propensão à formação de martensita induzida por deformação.

**Tabela 4** – Porcentagem em massa dos elementos metálicos na ferrita e na austenita e a partição dos elementos nas duas fases, determinadas por análise por dispersão de energia<sup>(21)</sup>

Elemento	Porcentagem em massa		Partição entre fases
	Ferrita	Austenita	Ferrita /Austenita
<b>Fe</b>	67,52	69,10	0,98 (0,97)*
<b>Cr</b>	24,81	21,87	1,13 (1,17)*
<b>Ni</b>	4,43	6,87	0,64 (0,61)*
<b>Mo</b>	3,25	2,17	1,50 (1,59)*

A energia de defeito de empilhamento da austenita foi calculada com auxílio da equação (5), proposta por Schramm e Reed<sup>(22)</sup> para aços inoxidáveis austeníticos, apresentada em seguida:

$$\text{EDE (mJ/m}^2\text{)} = -53 + 6,2(\%Ni) + 0,7(\%Cr) + 3,2(\%Mn) + 9,3(\%Mo) \quad (\text{equação 5})$$

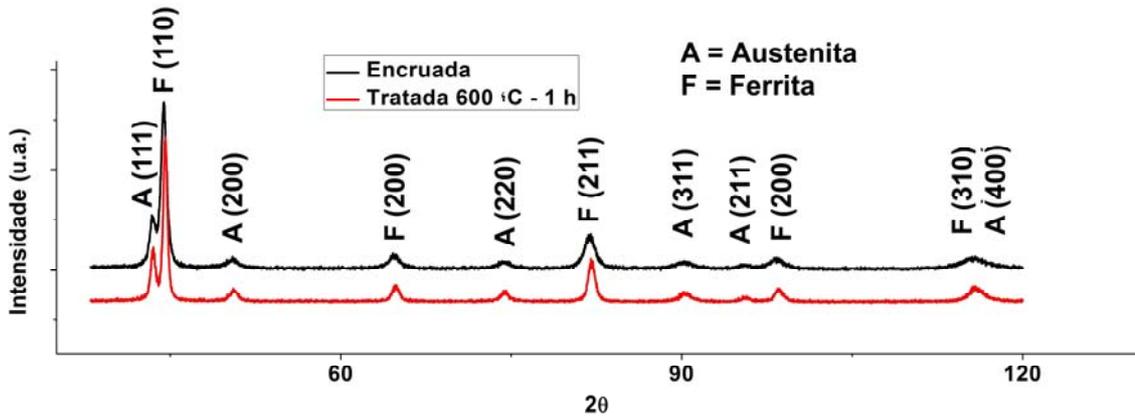
Utilizando-se os coeficientes de partição da Tabela 4 (adotando-se o coeficiente de partição 1 para o manganês) e os valores de composição química da Tabela 1, obtêm-se pelo uso da equação 5, um valor para a EDE de aproximadamente 40 mJ/m<sup>2</sup>. O uso direto da composição da austenita da Tabela 4 (adotando-se o coeficiente de partição 1 para o manganês) leva a um valor de aproximadamente 30 mJ/m<sup>2</sup>. Portanto, é razoável supor que a austenita do aço inoxidável dúplex do presente trabalho tenha uma EDE na faixa de 30 a 40 mJ/m<sup>2</sup>. Para efeito de comparação, a EDE dos aços AISI 304L e 316L situam-se nas faixas de 9,2-41,8 mJ/m<sup>2</sup> e de 34,6-80,7 mJ/m<sup>2</sup>, respectivamente.<sup>(9)</sup> Como nos dois aços inoxidáveis austeníticos mencionados, principalmente no AISI 304L, ocorre significativa formação de martensita induzida por deformação ( $\alpha'$ ), é razoável esperar formação de  $\alpha'$  no aço inoxidável dúplex do presente trabalho.

Em seguida foram realizadas experiências com pó produzido por limagem. A cominuição por limagem é conhecida por causar grande quantidade de deformação plástica e de defeitos cristalinos.<sup>(23)</sup> Outra vantagem desta metodologia é a diminuição da forte textura cristalográfica observada ao analisar amostras na forma de pós por difração de raios X. Parte do pó produzido por limagem foi então recozido a 600°C por 1 hora. De acordo com trabalhos anteriores realizados em chapas,<sup>(8,12,21)</sup> este recozimento é suficiente para causar reversão da martensita alfa linha para austenita, mas não é suficiente para causar recristalização da austenita e/ou da ferrita. Embora as medidas magnéticas no pó com auxílio do ferritoscópio



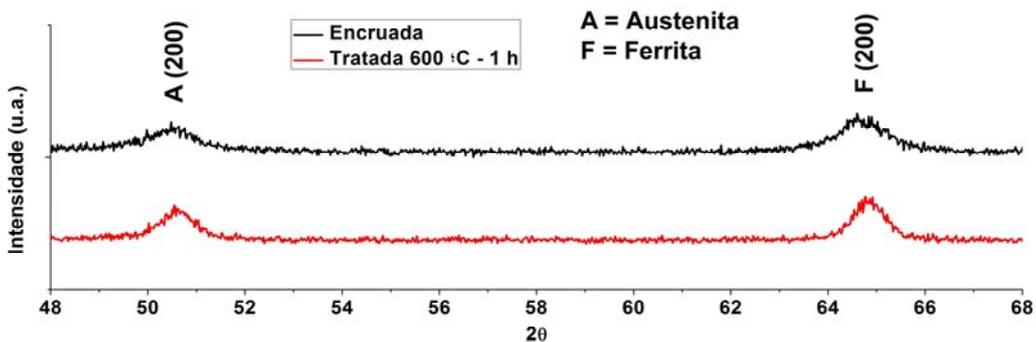
sejam difíceis e imprecisas, foi possível detectar a redução do magnetismo nas amostras recozidas a 600°C por 1 hora, em comparação com amostras do pó não recozido.

Na Figura 1 são apresentados os difratogramas superpostos do pó após limagem (encruado) e tratado termicamente a 600°C por 1 hora.



**Figura 1** – Difração de raios X do pó produzido por limagem encruado (preto) e tratada 600°C por 1 hora (vermelho) do aço inoxidável duplex UNS S31803. Radiação  $\text{CuK}\alpha_1$ .

A Figura 1 revela que o recozimento realizado a 600°C não causou variações drásticas no difratograma, isto é, o número de picos não foi alterado e as suas intensidades parecem não terem sido alteradas significativamente. Uma análise rápida da Figura 1 poderá não revelar os efeitos do tratamento térmico realizado a 600°C no perfil dos picos de difração. Todavia, mudanças nos perfis dos picos de difração poderão ser melhor observadas em uma análise mais atenta, conforme ilustra a Figura 2.



**Figura 2** – Detalhe do difratograma da figura 1, mostrando apenas os picos (200) da ferrita e da austenita. Radiação  $\text{CuK}\alpha_1$ .

Pode-se observar na Figura 2 que após o tratamento térmico, ocorre uma diminuição na largura dos picos e também um aumento da altura dos mesmos, nas duas fases. Este comportamento está associado com a diminuição das microtensões causada pelo recozimento, devido aos processos de recuperação que ocorrem nas duas fases, especialmente na ferrita, onde a difusão é mais rápida. Além disso, a reversão da martensita alfa linha, cujos picos se superpõem com os da ferrita, em austenita, deve contribuir para a diminuição da intensidade (área) dos picos de ferrita e aumento da intensidade (área) dos picos de austenita.

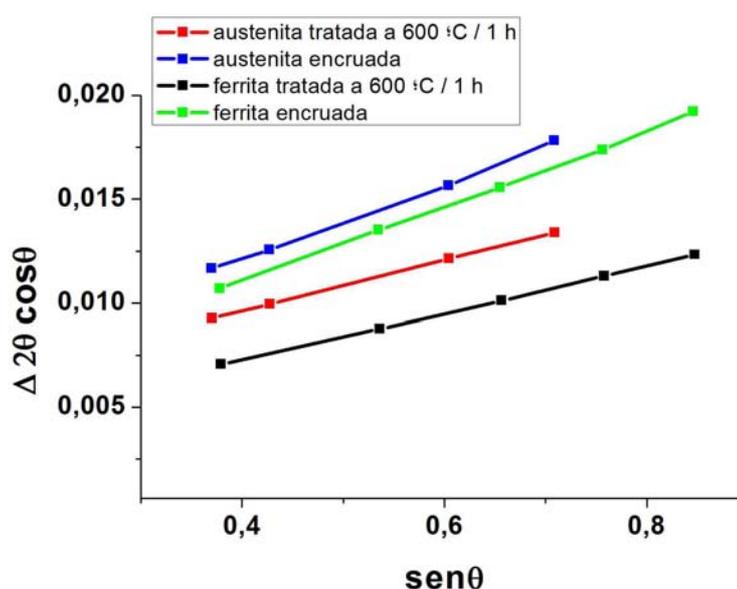
Após o refinamento matemático nos perfis de difração pelo método de Rietveld,<sup>(16,17)</sup> várias informações adicionais foram obtidas. A Tabela 5 mostra o resultado das quantidades de fase ferromagnética e de fase gama (austenita) nas duas amostras (encruada e tratada termicamente a 600 °C por 1 hora).

**Tabela 5** – Quantidade de fases determinada por difração de raios X seguida de refinamento de Rietveld.

Amostra encruada	
Quantidade de fase alfa (ferromagnética)	Quantidade de fase gama
75,60 %	24,40%
Amostra tratada 600 °C / 1 h	
Quantidade de fase alfa (ferromagnética)	Quantidade de fase gama
69,50%	30,50%

Uma primeira informação que se pode extrair da Tabela 5 é que cerca de 6% de fase ferromagnética foi revertida para austenita com o tratamento térmico realizado. Além disto, comparando-se os resultados das Tabelas 2 e 3 (obtidos na chapa) com os resultados da Tabela 5 (obtidos com pó) observam-se teores mais elevados de fase ferromagnética nas amostras na forma de pó. No caso da amostra encruada (Tabela 5), a explicação é a presença de martensita alfa linha, enquanto na amostra tratada termicamente, os teores mais altos (em comparação com os resultados das Tabelas 2 e 3) de fase ferromagnética sugerem uma reversão incompleta da martensita em austenita.

Tanto partículas (ou cristalitos) muito finas como microtensões residuais podem causar alargamento dos picos de difração. No presente trabalho, após o refinamento pelo método Rietveld, foram obtidos os valores de alargamento dos picos. A figura 3 apresenta o alargamento ( $\Delta 2\theta \cos\theta$ ) dos picos em função do  $\text{sen}\theta$  das duas fases para duas situações (encruada e recozida a 600°C). As quatro curvas são crescentes e aproximadamente lineares.



**Figura 3** – Valores de alargamento dos picos de difração versus  $\text{sen}\theta$ .



Depois de realizada a linearização das curvas, obtém-se o coeficiente angular e a intersecção com o eixo vertical (coeficiente linear), que são utilizados no cálculo<sup>(18,24)</sup> do tamanho de cristalito (D) e das microdeformações residuais ( $\epsilon$ ):

$$D \text{ (nm)} = 0,9 \lambda / (\text{coeficiente linear da reta}) \quad (\text{equação 6})$$

$$\epsilon \text{ (\%)} = (\text{coeficiente angular}) / 2 \quad (\text{equação 7})$$

Na Tabela 6 são apresentados os resultados obtidos com auxílio das equações 6 e 7.

**Tabela 6** – Tamanho de cristalitos e microdeformações residuais na amostra encruada e recozida a 600 °C por 1 hora

Fase	D (nm)	$\epsilon$ (%)
<b>Austenita encruada</b>	<b>28,4</b>	<b>0,9065</b>
<b>Austenita recozida</b>	<b>29,2</b>	<b>0,6095</b>
<b>Ferrita encruada</b>	<b>36,1</b>	<b>0,902</b>
<b>Ferrita recozida</b>	<b>49,9</b>	<b>0,562</b>

Observa-se na Tabela 6 que ocorre na ferrita um aumento significativo no tamanho de cristalito após o tratamento térmico. O crescimento dos cristalitos está associado à maior recuperação na ferrita, devido ao coeficiente de difusão ser bem maior que na austenita. Outra observação que pode ser feita é que nas duas fases o tratamento térmico serviu para redução das microdeformações residuais, porém, a recuperação não foi completa.

Foram determinados também os parâmetros de rede da austenita e da ferrita. Estes resultados são apresentados na Tabela 7, em comparação com resultados da literatura.

**Tabela 7** – Parâmetros de rede da ferrita e da austenita (em nm) determinados por difração de raios X seguida de refinamento pelo método de Rietveld, utilizando amostras na forma de pó e radiação  $\text{CuK}\alpha_1$

Este trabalho		Resultados da literatura <sup>(20)</sup>	
Austenita	Ferrita	Austenita	Ferrita
0,3611	0,2880	0,3631	0,2864

## 4 CONCLUSÕES

As experiências e discussões realizadas no presente trabalho permitem as seguintes conclusões:

- No estado inicial, solubilizado, as chapas laminadas apresentaram uma microestrutura típica de placas alternadas (lamelas em duas dimensões) de ferrita e de austenita, com grãos finos e fração volumétrica de ferrita menor que a de austenita. A técnica de metalografia quantitativa mostrou-se mais precisa para a determinação da quantidade das fases que as técnicas de difração de raios X e de ferritoscopia. A presença de forte textura cristalográfica nas chapas justifica o pior desempenho dos dois métodos (difração de raios X e ferritoscopia).
- A análise por difração de raios X e o uso do método de Rietveld, de amostras na forma de pó, produzidas por limagem, assim como a comparação de



amostras encruadas com amostras recozidas, propiciaram a obtenção de informações importantes sobre a densidade de defeitos cristalinos, a formação de martensita induzida por deformação, assim como o estudo dos fenômenos de recuperação e de reversão da martensita em austenita.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à EPUSP e ao IPEN-CNEN/SP pelas facilidades experimentais. Um dos autores (DJMA) agradece ao CNPq pela bolsa de doutorado recebida (Processo nº 143484/2008 -7).

## REFERÊNCIAS

- 1 PADILHA, A.F.; PLAUT, R. L. Phase transformation and microstructure. In: ARMAS, I. A.; MOREUIL, S. D. (Ed.). Duplex stainless steels. USA: John-Wiley, 2009. chap. 3, p. 115-139.
- 2 PADILHA, A.F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P.R. Stainless steels heat treatment. In: TOTTEN, G.E. (Ed.). Steel heat treatment: metallurgy and technologies. 2<sup>nd</sup> ed. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2007. chap. 12, v. 2, p. 695-739.
- 3 DESESTRET, A.; CHARLES, J. The duplex stainless steels. In: LACOMBE, P.; BAROUX, B.; BERANGER G. (Ed.). Stainless steels. (Translated from original French version "Les aciers inoxydables" by DAVIDSON, J. H. and LINDQUIST, J. B.). France: Les Editions de Physique Les Ulis, 1993. chap. 18, p. 613 – 658.
- 4 ARMAS, I. A. Duplex stainless steels: brief history and some recent alloys. Recent Patents on Mechanical Engineering, v.1, p. 51 – 57, 2008.
- 5 BAIN, E.C.; GRIFFITHS, E. Introduction to the iron-chromium-nickel alloys. Trans. AIME, v. 75, p. 166-213, 1927.
- 6 MARTINS, M.; CASTELETTI, L.C. Effect of heat treatment on the mechanical properties of ASTM A 890 Gr6A super duplex stainless steel. Materials Characterization, v. 55, p. 225 – 233, 2005.
- 7 REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A.F. Determination of stacking fault energy of austenite in a duplex stainless steel. Materials Technology: Steel Research, v. 67, p. 253 – 256, 1996.
- 8 MARTINS, L. F. M.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Effect of carbon on the cold-worked state and annealing behavior of two 18 wt %Cr – 8 wt % Ni austenitic stainless steel. ISIJ International, v. 38, p. 572 – 579, 1998.
- 9 PADILHA, A.F.; PLAUT, R.L.; RIOS, P.R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. ISIJ International, v. 43, p. 135 – 143, 2003.
- 10 HERRERA, C.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Microstructural refinement during annealing of plastically deformed austenitic stainless steels. Materials Science Forum, v. 550, p. 423 – 428, 2007.
- 11 LIMA, N.B.; LIMA, L.M.F.G.; REICK, W.; PADILHA, A.F. Deformation and recrystallization textures in duplex stainless steel. Materials Science Forum, v. 408 – 412, p. 1353 – 1358, 2002.
- 12 REICK, W.; POHL, M.; PADILHA, A.F. Recrystallization – transformation combined reactions during annealing of a cold rolled ferritic – austenitic duplex stainless steel. ISIJ International, v. 38, p. 567 – 571, 1998.
- 13 FOLKHARD, E. Significance of constitution diagrams for the understanding of welding phenomena. In: \_\_\_\_\_. Welding metallurgy of stainless steels. Viena, Áustria: Springer-Verlag Wien New York, 1988. chap. 1, p. 1 – 51.
- 14 MACHADO, I.F.; PADILHA, A.F. Effects of the addition of high nitrogen contents on the microstructure of 25% Cr – 5% Ni ferritic – austenitic duplex stainless steel (DIN Wr. Nr. 1.4460). Materials Science Forum, v. 426 – 432, p. 1213 – 1218, 2003.

- 15 TAVARES, S.S.M.; SILVA, M.R.; PARDAL, J.M.; ABREU, H.F.G.; GOMES, A.M. Microstructural changes produced by plastic deformation in the UNS S31803 duplex stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 180, p. 318 – 322, 2006.
- 16 RIETVELD, H.M.A.; Profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, v. 2, p. 65 – 71, 1969.
- 17 LARSON, A.C.; Von DREELE, R.B.: General structure analysis system (GSAS). Los Alamos National Laboratory Report LAUR 86-748, Los Alamos, USA, 2004.
- 18 HE, J.; SCHOENUNG, J.M. Nanostructured coatings. *Materials Science and Engineering A*, v.336, p. 274–319, 2002.
- 19 \_\_\_\_\_. ASTM E – 562 – 02 – Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point. American Society for Testing and Materials. West Conshohocken, v. 03.01, 2005.
- 20 HERRERA, C. Microestrutura e textura de fitas ('tapes') de aço inoxidável dúplex produzidas por solidificação ultra-rápida ('melt-spinning'). Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Escola Politécnica da USP, São Paulo, 2003.
- 21 REICK, W. K.; Kaltumformung und Rekristallisation eines rostbeständigen ferritisch-austenitischen Duplex-Stahles. Tese de doutoramento (Dr.-Ing.), Fakultät für Maschinenbau, Ruhr-Universität Bochum, Bochum, Alemanha, 1993.
- 22 SCHRAMM, R.E.; REED, R.P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 6A, p.1345-1351, 1975.
- 23 BORGES, J. F. A.; PADILHA, A. F.; IMAKUMA, K. Determinação da energia de defeito de empilhamento em metais e ligas com estrutura cúbica de face centrada por difração de raios X. *Publicação IPEN 129*, p. 1 – 12, São Paulo, 1988.
- 24 CULLITY, B. D. *Elements of X-ray diffraction*. Reading, Massachusetts, USA: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 2<sup>nd</sup> ed., 1978.