

MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO INOX DUPLEX ENVELHECIDO A 475°C*

Henrique Meckler Santos¹
Thompson Júnior Ávila Reis²
Leonardo Barbosa Godefroid³

Resumo

Neste trabalho, os efeitos de tratamentos isotérmicos a 475°C na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um aço inoxidável *lean duplex* foram investigados. Amostras da liga nas condições como recebido e envelhecidas foram analisadas por microscopia de força atômica no intuito de avaliar a técnica quanto à capacidade de identificar aspectos que apontem para mudanças microestruturais causadas pelo envelhecimento. Ensaios de tenacidade à fratura ($J \times \Delta a$) e fadiga ($\sigma \times N_f$ e $da/dN \times \Delta K$) foram realizados. As análises por microscopia de força atômica permitiram identificar aspectos quanto a dissolução preferencial de fases e da textura superficial da fase α que distinguem a liga no estado como recebido da liga envelhecida. Os resultados indicam que ocorreu decomposição espinodal da fase α . Como consequência da formação da fase α' a tenacidade à fratura diminuiu substancialmente. Por outro lado, a resistência à fadiga aumentou de forma significativa.

Palavras-chave: Aço inoxidável lean duplex; tenacidade à fratura; resistência à fadiga.

MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF A LEAN DUPLEX STAINLESS STEEL AGED AT 475°C

Abstract

In this research, the effects of isothermal treatments at 475°C in the microstructure and mechanical properties of a lean duplex stainless steel were investigated. Samples of the alloy under conditions as received and aged were analyzed by atomic force microscopy in order to evaluate the technique for the ability to identify aspects that characterize microstructural changes caused by aging. Fracture toughness tests ($J \times \Delta a$) and fatigue tests ($\sigma \times N_f$ and $da/dN \times \Delta K$) were performed. The results indicate that the α -phase spinodal decomposition occurred. The analysis by atomic force microscopy allowed to identify aspects regarding the preferential phase dissolution and surface texture of the phase α that distinguish the alloy in the as received condition from the aged alloy. As a consequence of the formation of the α' phase, the fracture toughness of the alloy decreased substantially. On the other hand, the fatigue resistance increased significantly.

Keywords: Lean duplex stainless steel; fracture toughness; fatigue resistance.

¹ Engenheiro Metalurgista, Mestrando REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.

² Engenheiro da Computação, Mestre, Doutorando REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil. Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

³ Engenheiro Metalurgista, Mestre e Doutor, Professor Titular, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, Minas Gerais, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex (DSS) são ligas bifásicas com frações volumétricas aproximadamente iguais de α e γ [1]. Devido à sua combinação de boa resistência mecânica, boa resistência à corrosão e à corrosão sob tensão, seu uso tem sido continuamente ampliado nas indústrias nuclear, química, de óleo e gás, de papel e celulose entre outras [2, 3].

Apesar das interessantes características, a utilização dos DSS é limitada a uma estreita faixa de temperaturas devido à sua susceptibilidade à precipitação de fases indesejáveis acima de 280°C. Entre 280°C e 500°C ocorre principalmente a decomposição da fase α em uma fase rica em Fe (α) e outra rica em Cr (α') [4, 5]. Este fenômeno possui cinética mais rápida a 475°C e pode alterar, entre outras características, a resistência mecânica por tração, dureza e tenacidade da liga. A resistência mecânica dos DSS é controlada pela fase ferrítica mais resistente. A tenacidade é controlada pela fase austenítica na matriz, uma vez que sua presença retarda a fratura por clivagem da ferrita, mas é muito sensível à presença de precipitação de outras fases. [2].

Devido aos significativos efeitos da decomposição da fase α dos DSS em temperaturas relativamente baixas, esforços têm sido atribuídos à caracterização microestrutural após envelhecimento e ao esclarecimento dos seus impactos no comportamento mecânico destas ligas.

Diversos trabalhos utilizando, anteriormente *atom probe field ion microscopy* [6, 7] e mais recentemente *atom probe tomography* [4, 8] em DSS das séries CF3 e CF8 envelhecidos entre 300°C e 400°C demonstram que a fase α sofre isotrópica decomposição espinodal, formando uma estrutura bifásica ($\alpha + \alpha'$) consistindo de uma complexa rede interconectada tridimensionalmente e modulada em escala nanométrica. A estrutura é observada de maneira indireta em DSS comerciais envelhecidos entre 450°C e 500°C com a utilização de microscópio eletrônico de transmissão [9, 10] e microscópio eletrônico de transmissão com emissão de campo [11].

Quanto aos efeitos da decomposição da fase α no comportamento mecânico destas ligas, Weng e seus colaboradores [11] mostraram que, após o envelhecimento a 475°C a estrutura de discordâncias de um DSS tipo 2205 se modificou adotando uma configuração cruzada. Os autores sugerem que esta configuração dificulta a mobilidade das discordâncias dentro da estrutura modulada, alterando o mecanismo de deformação e causando fragilização.

A complexidade de análise com as técnicas mencionadas acima estimula a busca por meios indiretos de investigação do fenômeno. Ensaio de tenacidade ao impacto e dureza permitem identificar se a fase α sofreu ou não decomposição [8, 9, 11-14]. Além disso, técnicas de análise não destrutivas como é o caso do uso de ultrassom [14] e observações de aspectos que distinguem DSS solubilizados de envelhecidos com o uso de microscopia de varredura por sonda mecânica (SPM) têm sido exploradas [15-18].

Em trabalhos recentes [19-22], avaliou-se o efeito de tratamentos isotérmicos a 475°C sobre a microestrutura e propriedades mecânicas de um aço inoxidável UNS S32304 lean duplex (LDSS). A escolha da liga se deve à sua importância em muitos segmentos industriais [1] e ao fato de já haver um expressivo volume de trabalhos que se concentram em aços DSS fundidos ou do tipo UNS S31803. Ensaios de tração, tenacidade ao impacto e dureza / microdureza foram realizados em amostras do aço na condição como recebida e após envelhecimento com tempos de exposição de 1, 6, 12, 25, 50 e 100h, para avaliar a possível influência da evolução da microestrutura devido ao tempo de exposição a 475°C em suas propriedades mecânicas. Microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura foram empregadas para caracterização microestrutural. Além disso, amostras da liga no estado como recebido e envelhecidas foram caracterizadas utilizando-se microscopia de força atômica (AFM) no intuito de avaliar a técnica quanto à capacidade para identificar aspectos que indiquem a decomposição da fase α . Os resultados indicaram que o tratamento térmico a 475°C leva à precipitação da fase α' na fase α , como também observado por outras pesquisas [9,14]. Com o aumento do tempo de envelhecimento, observou-se um aumento da resistência mecânica por tração e dureza, e diminuição da ductilidade e da resistência ao impacto. As mudanças no comportamento mecânico da liga estão associadas principalmente à presença da fase α' [23-26]. Sobre estes resultados, merece destacar que a partir do tempo de envelhecimento de 25h foi notada uma tendência para saturação de propriedades mecânicas, isto é, os tempos de 50h e 100h afetaram muito pouco o comportamento mecânico do material.

O presente trabalho complementa a pesquisa citada anteriormente [19-22], por meio de ensaios de tenacidade à fratura (curvas J versus Δa) e ensaios de resistência à fadiga (curvas σ versus N_f e da/dN versus ΔK). Por intermédio destes ensaios, procurou-se caracterizar de forma mais aprofundada o efeito da fase α' no comportamento mecânico do aço DSS, visando aplicações onde conceitos da Mecânica de Fratura podem auxiliar na seleção de materiais e na manutenção de componentes estruturais. No presente trabalho os tempos considerados para envelhecimento foram de 25h e 100h, para justamente checar a possível saturação em relação às propriedades agora avaliadas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A liga investigada foi um LDSS UNS S32304 fornecido pela empresa *Aperam South America* na forma de chapa laminada à quente com espessura de 10,3mm. A sua composição química está listada na Tabela 1. Após a laminação o material foi solubilizado a aproximadamente 1100°C e temperado em água. Em seguida, corpos de prova foram confeccionados para ensaios de tenacidade à fratura e crescimento de trinca por fadiga. Três condições foram consideradas: como recebido (EE), após envelhecimento a 475°C por 25h (E-25), e após envelhecimento a 475°C por 100h (E-100).

Tabela 1. Composição química do LDSS estudado (% em massa)

Cr	Ni	Mo	N	C	Si	Mn	S	P
22,56	3,57	0,26	0,12	0,018	0,36	1,35	<0,001	0,025

Análises de microscopia óptica (LM) foram realizadas em amostras após polimento e ataque químico em solução de 1g de $K_2S_2O_5$ e 15ml de HCl diluídos em 85ml de água destilada. Já a preparação para as análises no AFM foi conduzida com polimento mecânico em pasta de diamante até $0,25\mu m$ e polimento por 15min em sílica coloidal com partículas de 40nm. Posteriormente, as amostras foram atacadas eletroliticamente em solução de 10% de ácido oxálico diluído em água destilada. A corrente utilizada foi de $1A/cm^2$ e o tempo de exposição de 5s. O SPM utilizado foi um modelo Dimension 3000, fabricado pela Digital/Bruker operando em modo contato intermitente. Foram utilizadas sondas de silício comerciais e sondas de nanotubo de carbono. As amostras analisadas no AFM também foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (SEM) Tescan modelo Vega 3. Análises fractográficas também foram conduzidas no referido SEM.

Os ensaios de tenacidade à fratura foram realizados de acordo com a Norma ASTM 1820/18 [27], em uma máquina servo-hidráulica MTS de 10 toneladas. Foram utilizados três corpos de prova do tipo tração C(T) para cada condição, orientação LT, com relação tamanho de trinca por largura $a/W = 0,50$. Os ensaios foram conduzidos com controle de deslocamento, em intervalos de 0,2mm de deslocamento, 10% de descarregamento em cada etapa, 2 estágios de descarregamento para cada etapa, 5s de intervalo de tempo para crescimento de trinca em cada etapa. A integral J foi estimada a partir de suas componentes elástica e plástica. Curvas de integral J versus crescimento de trinca Δa foram traçadas para as condições estudadas, e o valor de J_c (tenacidade do material para início da extensão da trinca) foi obtido.

Os ensaios de fadiga com controle de carga axial foram realizados de acordo com a Norma ASTM 466/15 [28], na mesma máquina servo-hidráulica já citada, na frequência de 10Hz, à temperatura ambiente e com razão R entre tensões de -1. Três corpos de prova cilíndricos com cabeças rosqueadas e de seção circular igual a 6mm foram utilizados para cada faixa de carregamento utilizada. Curvas de tensão máxima aplicada (σ_{max}) versus número de ciclos para fratura (N_f) foram obtidas. Nesta pesquisa, adotou-se o critério de “vida infinita” (parada do ensaio) para um nível de carregamento $N_f = 10^7$ ciclos.

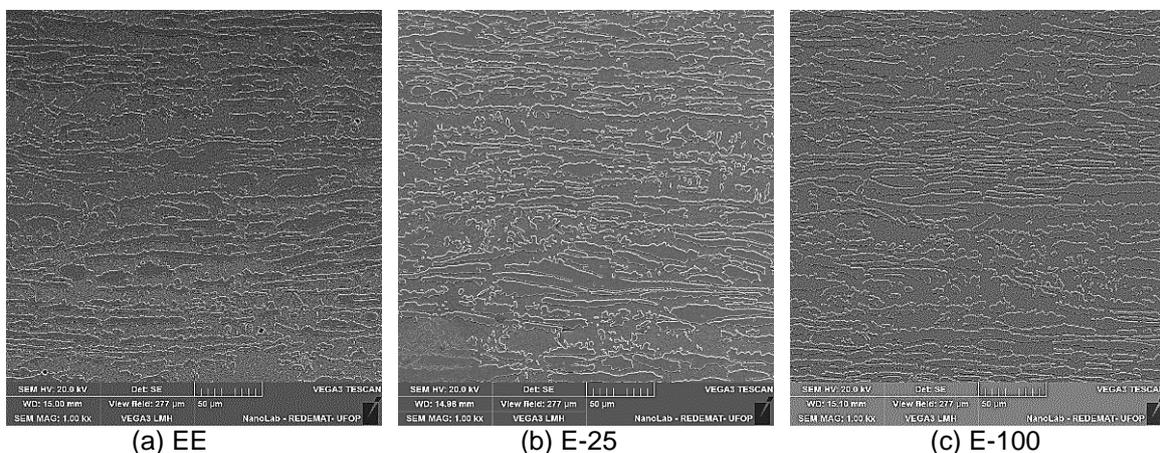
Os ensaios de crescimento de trinca por fadiga foram realizados de acordo com a Norma ASTM 647/15 [29], na mesma máquina servo-hidráulica já citada, na frequência de 30Hz, à temperatura ambiente e com razão R entre tensões de 0,1. Curvas tamanho de trinca em função do número de ciclos foram obtidas e transformadas em curvas taxa de propagação de trinca (da/dN) em função do fator cíclico de intensidade de tensões (ΔK). Foram utilizados dois corpos de prova do tipo tração C(T) para cada condição, com dimensões idênticas aos corpos de prova de tenacidade à fratura, a menos da relação $a/W = 0,26$. O limiar ΔK_{TH} foi definido como a faixa do fator de intensidade de tensões para a qual a taxa de crescimento de trinca atinge $10^{-7}mm/ciclo$. Este valor foi estimado por meio de um processo de decréscimo de K . Medidas de fechamento de trinca (K_{cl}/K_{max}) foram obtidos durante os ensaios de fadiga por meio da técnica de flexibilidade elástica, quando ocorre uma mudança na linearidade da curva carga P aplicada versus COD.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1(a,b,c) ilustra as microestruturas obtidas por SEM do aço LDSS nas três condições estudadas. Em todas as imagens ilustradas a fase γ se apresenta na forma de ilhas envolvidas pela matriz α , ao fundo. Análises de imagens da seção longitudinal utilizando o software *QWIN* indicaram que a fração volumétrica de α é aproximadamente 0,57. O aspecto alongado e achatado dos grãos (fibramento) é consequência do processo de fabricação do aço por laminação a quente. A proporção das fases e seu aspecto geométrico não são alterados pelo envelhecimento a 475°C.

As imagens obtidas por AFM do aço nas três condições estudadas estão ilustradas [19-22] na Figura 2(a,b,c). A distinção entre as fases α e γ pode ser feita por meio da identificação de contornos de maclas presentes na fase γ . A Figura 2(a), referente à condição EE, mostra que o ataque eletrolítico com ácido oxálico promoveu maior dissolução da fase γ , que aparece topograficamente mais baixa do que a fase α . O efeito inverso foi observado nas condições envelhecidas: as imagens das Figuras 2(b,c) mostram que a fase α se encontra topograficamente mais baixa. Este fenômeno ocorre porque, na condição como recebido, a fase α apresenta maior concentração de Cr do que a fase γ e este se encontra homoganeamente distribuído. Após o envelhecimento, com a decomposição espinodal, a concentração de Cr na fase α apresenta flutuação tal que as regiões empobrecidas de Cr permitem maior dissolução desta fase se comparada à fase γ . Este fenômeno também foi observado por outros pesquisadores [16, 17] em um DSS UNS S31803 após envelhecimento a 400°C por 7000 h.

Outro aspecto interessante ilustrado na Figura 2(a,b,c) é a significativa flutuação topográfica dos grãos da fase γ , proveniente de variações da taxa de dissolução desta fase durante o ataque. Já a fase α se dissolveu de maneira uniforme apresentando uma superfície bastante plana e regular. Este evento foi observado em todas as condições, e pode estar relacionado com a orientação cristalográfica de cada fase. Mateo *et al.* [30] e El Bartali *et al.* [31], ao caracterizar DSSs laminados, observaram que a fase α tende ao desenvolvimento de textura, fato que pode explicar a dissolução uniforme desta fase uma vez que a maioria dos grãos estão orientados aproximadamente na mesma direção. Enquanto que a fase γ pode ter apresentado diferentes graus de dissolução devido a sua ausência de textura, ou seja, maior aleatoriedade de orientação cristalográfica.



(a) EE (b) E-25 (c) E-100

Figura 1. Microestruturas (SEM) do aço nas três condições estudadas.

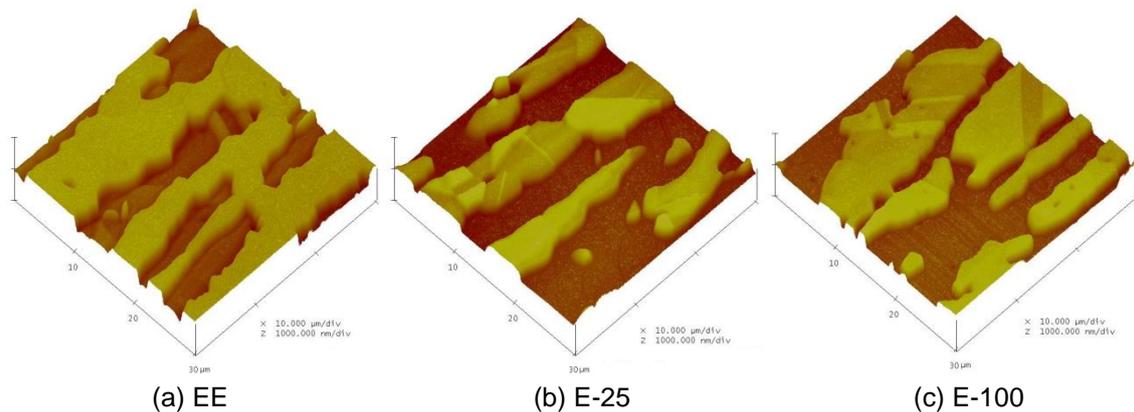


Figura 2. Microestruturas (AFM) do aço nas três condições estudadas [19-22].

A Tabela 2 apresenta resultados obtidos nos ensaios de tração, dureza e impacto [19-22]. Com o aumento do tempo de envelhecimento do aço, pode-se perceber um aumento da resistência mecânica por tração e por dureza, com diminuição de ductilidade e de tenacidade ao impacto. Todos estes resultados estão de acordo com os observados por diversos outros pesquisadores [3, 5, 7, 11-14, 32-34]. Alguns trabalhos mostram variação até mais agressiva de propriedades, dependendo da presença de elementos de liga no aço, que favorecem a cinética de decomposição da fase α .

Tabela 2. Propriedades mecânicas básicas na temperatura ambiente [19-22]

LDSS	LE	LR	ALO	RA	HV	HV		CVN
	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(P=62,5kg)	fase α	fase γ	
EE	533	710	56	66	250	237	265	174
E-25	677	903	47	71	323	330	265	94
E-100	702	957	43	64	346	350	265	64

LE: tensão limite de resistência por tração; LR: tensão limite de escoamento por tração; ALO: deformação total por tração; RA: redução de área por tração; HV: dureza Vickers; CVN: energia absorvida por impacto Charpy.

Os ensaios de microdureza mostram que a fase α apresenta uma alteração significativa de dureza, enquanto que a fase γ mantém constante a sua dureza, indicando então que o envelhecimento afetou apenas a fase α . Segundo Hättestrand *et al.* [9], o aumento da dureza causado pelo envelhecimento reflete a natureza de transformação de fase. A decomposição espinodal forma uma estrutura muito mais fina do que a nucleação e crescimento afetando mais significativamente o comportamento mecânico. Logo, os resultados expressos na Tabela 2 indicam que ocorreu decomposição espinodal da fase α . Como a variação do comportamento mecânico do aço é relativamente pequena entre os tempos de 25h e 100h, existe uma certa saturação a partir do menor tempo de envelhecimento. Estes resultados estão de acordo com os observados por Silva *et al.* [13] e Albuquerque *et al.* [14] em DSSs UNS S31803, que sugerem ser possível observar somente variação na dureza no estágio inicial da decomposição espinodal da fase α . Alguns autores afirmam ainda que tratamentos térmicos a 475°C por curtos tempos podem ser benéficos para DSSs, pois aumentam a resistência mecânica da liga sem perda significativa de tenacidade [3].

A Figura 3 apresenta as curvas de resistência J versus Δa para o aço nas três condições estudadas, com os respectivos valores para J_c , que representa o limiar de tenacidade à fratura para o crescimento estável de trinca. Este valor crítico corresponde ao parâmetro J_{IC} independente da geometria do material, calculado por meio dos procedimentos exigidos pela Norma ASTM 1820 [27]. Pode-se perceber uma queda significativa na tenacidade à fratura do aço inoxidável entre o estado de entrega e as amostras envelhecidas, comportamento que é inversamente proporcional à tensão limite de resistência por tração (Figura 4), e também verificado anteriormente [19-22] por meio do ensaio de impacto (Tabela 2). O endurecimento dos grãos de ferrita pela precipitação da fase α' e consequente tendência para que estes grãos apresentem fratura por clivagem em planos de fraqueza do tipo $\{100\}$ é o mecanismo responsável pela pronunciada queda de tenacidade à fratura do aço envelhecido [2, 25, 33]. A Figura 5(a,b,c) confirma esta mudança de mecanismo de fratura, de predominantemente dúctil no estado de entrega para clivagem no maior tempo de envelhecimento. A Figura 5 indica também a existência de delaminações à frente da trinca, decorrentes da estrutura fibrosa do material.

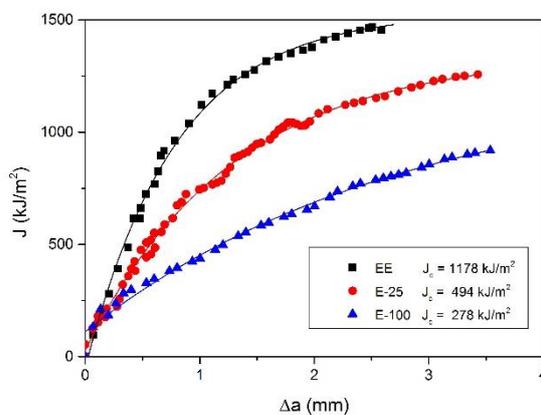


Figura 3. Curvas de resistência J versus Δa para o aço nas três condições estudadas.

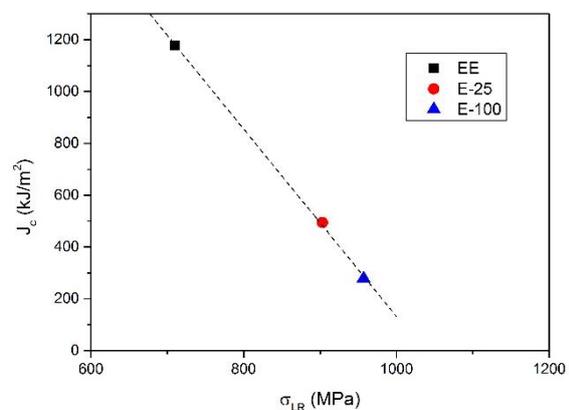


Figura 4. Relação entre a tenacidade à fratura J_c e a tensão limite de resistência por tração σ_{LR} para o aço nas três condições estudadas.

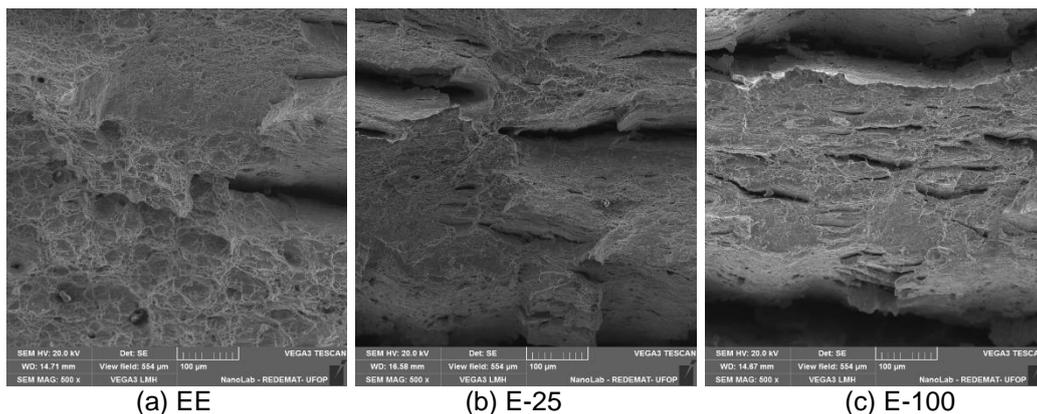


Figura 5. Fratografias (SEM) do aço nas três condições estudadas. Ensaio de tenacidade à fratura, tamanho de trinca na região do correspondente valor de J_c . Crescimento de trinca no sentido horizontal, da esquerda para a direita.

A Figura 6 apresenta os resultados obtidos nos ensaios de fadiga com controle de carga, na forma de distribuições lineares $\log(\sigma_{max})$ versus $\log(N_f)$, enquanto a Figura 7 mostra a relação linear direta entre o limite de fadiga e a tensão limite de resistência por tração (relação $\sigma_f / \sigma_{LR} = 0,40$), e a Figura 8 ilustra a nucleação e

propagação de trincas por fadiga do DSS nas condições estudadas. Pode-se observar que o aço envelhecido a 475°C por 100h apresentou o melhor desempenho, tanto em fadiga de baixo ciclo como fadiga de alto ciclo. Este resultado pode parecer, a princípio, surpreendente, uma vez que está indicando que a fase α' presente na ferrita não seria uma fase deletéria para a resistência à iniciação de trinca por fadiga. Entretanto, diversos autores [2, 5, 23, 26, 32, 35-41] têm demonstrado que o DSS envelhecido pode apresentar, de fato, uma resistência à nucleação e propagação de trinca maior do que o material não tratado, principalmente na região de fadiga de alto ciclo. As fases ferrita e austenita se comportam por deformação de forma aproximadamente semelhante quando o aço não está envelhecido, e a nucleação de trinca ocorre a partir de bandas de deslizamento em ambas as fases. Quando o aço está envelhecido, trincas por fadiga desenvolvem-se preferencialmente na austenita, mas são obstruídas nas interfaces α/γ devido à dificuldade que elas experimentam quando tentam avançar na ferrita endurecida. Além disto, o mecanismo de deformação muda na ferrita endurecida, passando a operar a maclação e também servindo como obstrução à propagação de trincas. Para a região de fadiga de baixo ciclo, o melhor desempenho do aço envelhecido diminui um pouco, em virtude do amolecimento que pode ser verificado na ferrita com a deformação cíclica.

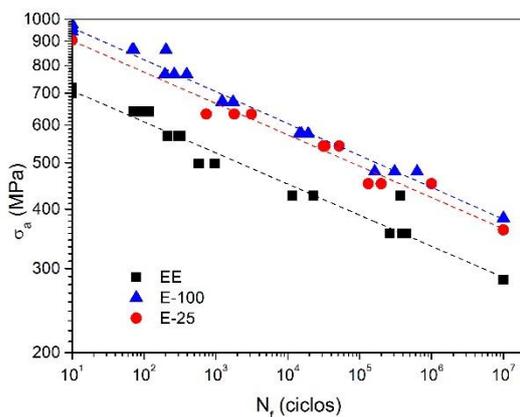


Figura 6. Curvas de fadiga sob controle de tensões para o aço nas três condições estudadas.

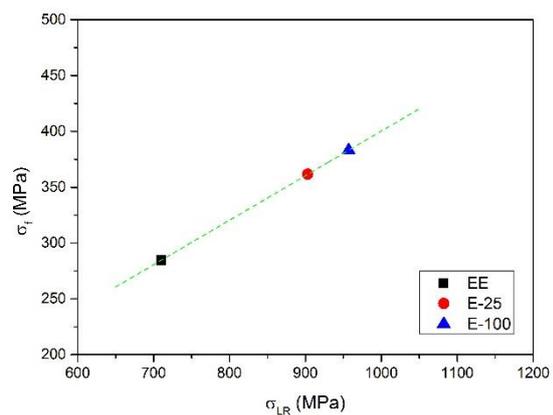


Figura 7. Relação entre o limite de fadiga σ_f ($N_f = 10^7$ ciclos) e a tensão limite de resistência por tração σ_{LR} para o aço nas três condições estudadas.

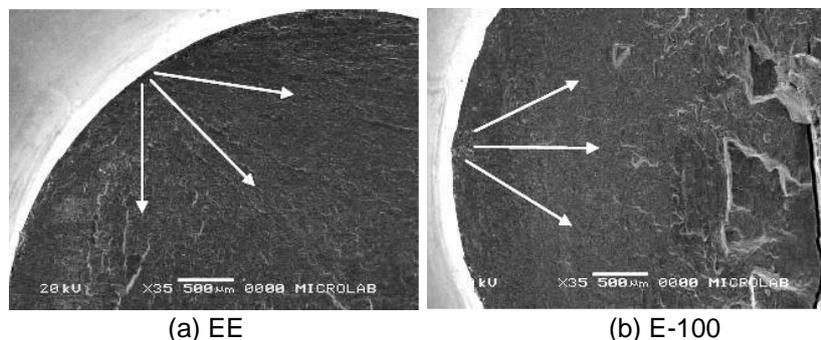


Figura 8. Fratografias (SEM) do aço em duas condições estudadas. Ensaio de fadiga sob controle de tensões, tensão máxima correspondente a 50% do limite de resistência por tração. As setas partem do local de iniciação de trinca e indicam o seu sentido de crescimento.

A Figura 9 apresenta os resultados obtidos nos ensaios de propagação de trinca por fadiga, enquanto a Figura 10 destaca a variação do fator cíclico limiar de intensidade

de tensões em função da tensão limite de resistência por tração. Neste caso, pode-se perceber novamente que o DSS envelhecido por 100h teve uma resistência à fadiga maior do que o aço nas outras condições estudadas. Este comportamento também aparentemente inusitado está relacionado com a diferença de mecanismo de crescimento de trinca das fases ferrita e austenita [24, 42, 43]. A austenita mais dúctil e a ferrita endurecida pela fase α' criam à frente da trinca uma tortuosidade mais pronunciada, intensificando o fenômeno de fechamento de trinca e garantindo ao aço envelhecido um melhor desempenho. Esta diferença de tortuosidade pode ser vista nas superfícies de fratura correspondentes à região do limiar ΔK_{TH} , conforme mostra a Figura 11. Destaca-se que a diferença de comportamento ocorre na região I, enquanto que para as regiões II e III não existe variação significativa entre as condições estudadas. Este resultado está de acordo com a literatura, que mostra o efeito microestrutural marcante apenas na região I.

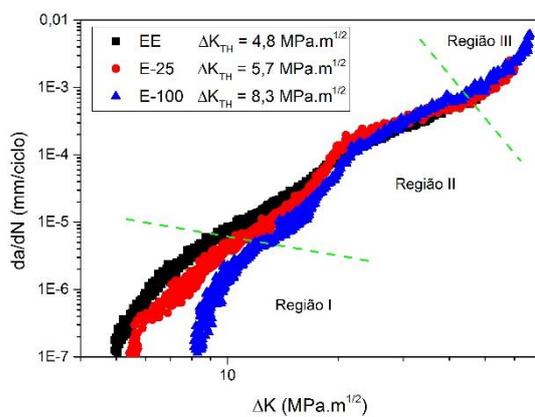


Figura 9. Curvas de crescimento de trinca por fadiga para o aço nas três condições estudadas.

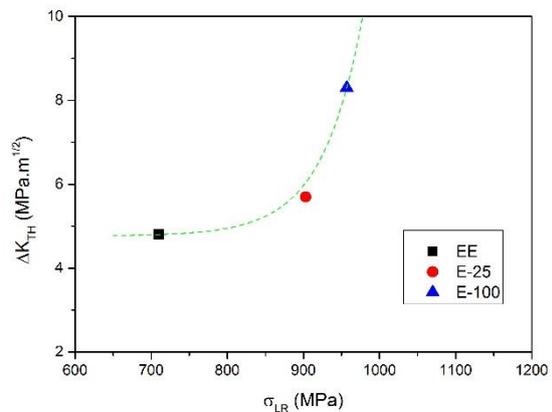


Figura 10. Relação entre limiar de crescimento de trinca por fadiga ΔK_{TH} e tensão limite de resistência por tração σ_{LR} para o aço nas três condições estudadas.

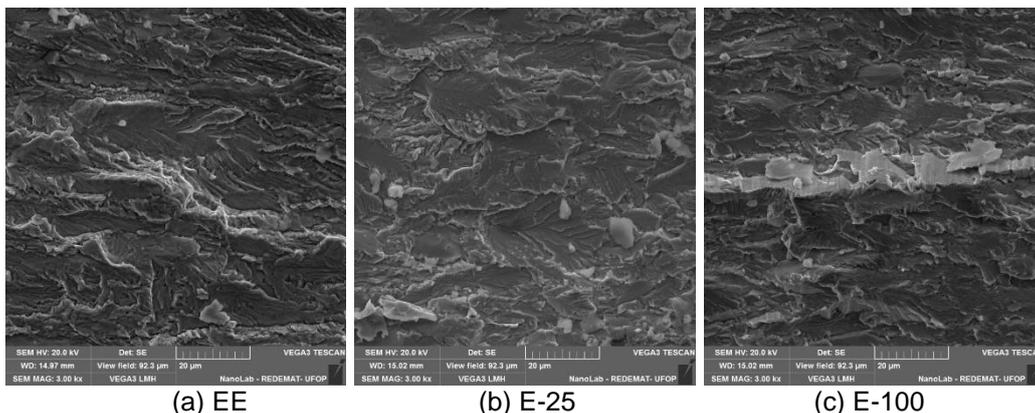


Figura 11. Fratografias (SEM) do aço nas três condições estudadas. Ensaios de crescimento de trinca por fadiga, tamanho de trinca na região do correspondente valor de ΔK_{TH} . Crescimento de trinca no sentido horizontal, da esquerda para a direita.

3 CONCLUSÃO

- 1) O tratamento isotérmico de envelhecimento a 475°C provocou a decomposição espinodal da ferrita em um aço LDSS UNS S32304, com formação da fase α' devidamente comprovada pela técnica de microscopia de força atômica.

- 2) A presença da fase α' provocou endurecimento significativo da ferrita, mantendo-se inalterado o comportamento da austenita.
- 3) A resistência mecânica por tração e a dureza do aço na condição envelhecida foi maior do que na condição como recebida, enquanto a ductilidade e a resistência ao impacto diminuíram.
- 4) A tenacidade à fratura, avaliada pela integral J e curva de resistência, foi menor para o aço envelhecido, diminuindo com o aumento do tempo de envelhecimento e com o aumento da resistência mecânica por tração.
- 5) A resistência ao trincamento por fadiga, avaliada por ensaios de fadiga com controle de carga e por crescimento de trinca, foi maior para o aço envelhecido, aumentando com o aumento do tempo de envelhecimento e com o aumento da resistência mecânica por tração.

Agradecimentos

Os autores agradecem à *Aperam South America* pelo fornecimento do aço para a pesquisa em questão.

REFERÊNCIAS

- [1] R. Strubbia, S. Hereñú, M.C. Marinelli, I. Alvarez-Armas, *International Journal of Fatigue*, 41(2012)90–94.
- [2] J.K. Sahu, U. Krupp, R.N. Ghosh, H.-J. Christ, *Materials Science and Engineering A*, 508(2009)1-14.
- [3] S.S.M. Tavares, J.M. Pardal, H.F.G. Abreu, C. S. Nunes, M.R. Silva, *Materials Research*, 15(6)(2012)859-864.
- [4] K. Fujii, K. Fukuya, *Journal of Nuclear Materials*, 440(2013)612-616.
- [5] J.K. Sahu, R.N. Ghosh, H.-J. Christ, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 33(2009)77-86.
- [6] M.K. Miller, J. Bentley, *Materials Science and Technology*, 6(1990)285-292.
- [7] M.K. Miller, J.M. Hyde, A. Cerezo, G.D.W. Smith, *Applied Surface Science*, 87/88 (1995)323-328.
- [8] C. Pareige, S. Novy, S. Sallet, P. Pareige, *Journal of Nuclear Materials*, 411(2011) 90-96.
- [9] M. Hättestrand, P. Larsson, G. Chai, J.-O. Nilsson, J. Odqvist, *Materials Science and Engineering A*, 499(2009)489-492.
- [10] A.F. Armas, S. Hereñú, I. Alvarez-Armas, S. Degallaix, A. Condó, F. Lovey, *Materials Science and Engineering A*, 491(2008)434-439.
- [11] K.L. Weng, H.R. Chen, J.R. Yang, *Materials Science and Engineering A*, 379 (2004)119-132.
- [12] K. Chandra, R. Singhal, V. Kain, V.S. Raja, *Materials Science and Engineering A*, 527(2010)3904-3912.
- [13] E.M. Silva, V.H.C. Albuquerque, J.P. Leite, A.C.G. Varela, E.P. Moura, J.M.R.S. Tavares, *Materials Science and Engineering A*, 516(2009)126-130.
- [14] V.H.C. Albuquerque, E.M. Silva, J.P. Leite, E.P. Moura, V.L.A. Freitas, J.M.R.S. Tavares, *Materials and Design*, 31(2010)2147-2150.
- [15] Y.S. Yi, T. Shoji, *Journal of Nuclear Materials*, 231(1996)20-28.
- [16] S.M. Gheno, F.S. Santos, S.E. Kuri, *Journal of Applied Physics*, 103(2008)1-5.
- [17] F.S. Santos, S.M. Gheno, S.E. Kuri, *REM: Revista da Escola de Minas*, 60 (2007)183-187.
- [18] A. Dias, M.S. Andrade, *Applied Surface Science*, 161(2000)109-114.
- [19] T.J.A.Reis, L.B.Godefroid, M.S.Andrade, *68º Congresso Internacional da ABM*, 2012, Belo Horizonte, MG, Brasil.

- [20] T.J.A.Reis, L.B.Godefroid, J.M.C.Vilela, M.S.Andrade. *XII Encontro da SBPMAT*, 2013, Campos do Jordão, SP, Brasil.
- [21] E.W.R.Almeida, L.B.Godefroid, T.J.A.Reis. *XV Encontro da SBPMAT*, 2016, Campinas, SP, Brasil.
- [22] T.J.A.Reis. Efeito de Tratamentos Isotérmicos às Temperaturas de 475°C e 850°C na Microestrutura e na Resistência à Fadiga de um Aço Inoxidável Duplex UNS S32304. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Redemat, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2013.
- [23] I.Alvarez-Armas, U. Krupp, M. Balbi, S. Hereñú, M. C. Marinelli, H. Knobbe, *International Journal of Fatigue*, 41(2012)95-100.
- [24] X.M.Lü, , S. L. Li, , H. L. Zhang, , Y. L. Wang, , T. W. Wang Xi, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 22(2015)1163-1170.
- [25] L. Iturgoyen, A. Anglada, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 20(1997)645-657.
- [26] L. Iturgoyen, A. Anglada, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 20(1997)917-928.
- [27] American Society for Testing and Materials. *ASTM E1820/18: Standard test method for measurement of fracture toughness*. USA, 2018.
- [28] American Society for Testing and Materials. *ASTM E466/15: Standard practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials*. USA, 2015.
- [29] American Society for Testing and Materials. *ASTM E647/15: Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates*. USA, 2015.
- [30] A. Mateo, L. Llanes, N. Akdut, J. Stolarz, M. Anglada, *International Journal of Fatigue*, 25(2003)481-488.
- [31] A. El Bartali, V. Aubin, S. Degallaix, *International Journal of Fatigue*, 31(2009) 2049-2055
- [32] J.K. Sahu, U. Krupp, H.-J. Christ, *International Journal of Fatigue*, 45(2012)8-14.
- [33] R. Silva, L.F.S. Baroni, M.B.R. Silva, C.R.M. Afonso, S.E. Kuri, C.A.D. Rovere, *Materials Characterization*, 114(2016)2011-2017.
- [34] S.C.Schwarm, S.Mburu, R.P.Colli, D.E.Perea e S.Ankem, *Materials Science and Engineering A*, 720(2018)130-139.
- [35] L.Llanes, A.Mateo, L.Iturgoyen e M.Anglada, *Acta Materialia*, 44(10)(1996)3967-3978.
- [36] L.Llanes, A.Mateo, P.Violan, J.Méndez e M.Anglada, *Materials Science and Engineering A*, 234-236(1997)850-852.
- [37] A.Mateo, L.Llanes, L.Iturgoyen e M.Anglada, *Acta Materialia*, 44(3)(1996)1143-1153.
- [38] I.A. Armas, M.C.Marinelli, J.A.Malarría, S.Degallaix e A.F.Armas, *International Journal of Fatigue*, 29(2007)758-764.
- [39] M.Balbi, M.Avalos, A. El Bartali e I.A. Armas, *International Journal of Fatigue*, 31 (2009)2006-2013.
- [40] S.Herenú, M.Sennour, M.Balbi, I.A.Armas, A.Thorel e A.F.Armas, *Materials Science and Engineering A*, 528(2011)7636-7640.
- [41] U.Krupp, M.Socker, A.Giertler, B.Donges, H.J.Christ, K.Wackermann, T.Boll, M.Thuvander e M.C.Marinelli, *International Journal of Fatigue*, 93(2016)363-371.
- [42] T.H.Kang, D.M.Li, Y.D.Lee e C.S.Lee, *Materials Science and Engineering A*, 251 (1998)192-199.
- [43] V.Calonne, A.F.Gourgues e A.Pineau, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 27(2004)31-43.