



QUANTIFICAÇÃO DA FASE SIGMA EM AÇO SUPERDUPLEX SUBMETIDO A DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS¹

Thalyta Martins de Avelar Nunes² André Rocha Pimenta³ Marilia Garcia Diniz⁴ Débora Francielle Dias⁵

Resumo

Aços inoxidáveis do tipo duplex são largamente utilizados na indústria petroquímica devido à união de boas propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Quando submetidos a temperaturas elevadas, os aços do tipo duplex tendem a precipitar fases deletérias, que prejudicam suas propriedades. Este trabalho avaliou a influência da temperatura na quantidade de fase sigma precipitada. Seis amostras do aco inoxidável superduplex UNS S32750 foram retiradas de uma barra redonda laminada. Uma permaneceu na condição como recebida e as demais foram tratadas termicamente, cada uma das cinco, a 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1.000°C, por 30 minutos, com posterior resfriamento em água. As amostras foram preparadas metalograficamente pelas técnicas de lixamento e polimento. Sendo posteriormente atacadas eletroliticamente com solução de NaOH. As imagens obtidas por microscopia óptica foram processadas pelo programa ImLab, utilizando a técnica de processamento digital de imagens para quantificação do percentual das fases presentes. As micrografias revelaram o aparecimento da fase sigma, além da presença já esperada de ferrita e austenita. Após os resultados do processamento digital de imagens, estabeleceu-se uma relação entre a temperatura do tratamento térmico e a quantidade de fase sigma precipitada.

Palavras-chave: Superduplex; Microscopia óptica; Processamento digital de imagens.

QUANTIFICATION OF SIGMA PHASE IN SUPERDUPLEX STEEL UNDER DIFFERENT HEAT TREATMENTS

Abstract

Duplex stainless steels are widely used in petrochemical industry due to the union of good mechanical properties and corrosion resistance. When submitted to high temperatures, the duplex stainless steels tend to precipitate deleterious phases, which affect their properties. This work evaluated the influence of the temperature on the amount of sigma phase precipitated. Six samples of the superduplex stainless steel UNS S32750 were withdrawn from a laminated round bar. One remained as in the received condition and the others were treated thermally, each of the five, at 800°C, 850°C, 900°C, 950°C and 1,000°C, for 30 minutes, with subsequent cooling in water. The samples were metallographically prepared by grinding and polishing techniques. Being subsequently attacked electrolytically with NaOH solution. The obtained images by optical microscopy were processed by ImLab software, using the digital image processing technique to quantify the percentage of present phases. The micrographs revealed the emergence of sigma phase, and an expected presence of ferrite and austenite. After the results of digital image processing, was settled a relation between the heat treatment temperature and the amount of sigma phase precipitated. **Keywords**: Superduplex; Optical microscopy; Digital image processing.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

- ⁴ DSc., Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, UERJ.
- ⁵ Mestranda, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, UERJ.

² Técnica em Mecânica, Depto. de Garantia da Qualidade da Casa da Moeda do Brasil.

³ MSc, Departamento de Mecânica do Instituto Federal do Rio de Janeiro (IFRJ).





1 INTRODUÇÃO

A utilização dos aços inoxidáveis duplex cresce acentuadamente na indústria brasileira. A união de boas propriedades mecânicas, excelente resistência à corrosão em diversos ambientes agressivos e soldabilidade superior aos demais aços inoxidáveis explica seu largo emprego nas indústrias química, do petróleo, de papel e celulose, óleo e gás, dentre outras.⁽¹⁻³⁾ Desta forma, o estudo destes aços com o intuito de determinar o potencial de sua utilização e suas limitações é fundamental para a otimização de seu desempenho.

No início do século XX, já era sabido que o aumento do teor de cromo em ligas à base de ferro ocasionava o aumento da resistência à corrosão destas ligas em meios ácidos. Em 1933, durante a produção do aço do tipo 18%Cr – 9%Ni – 2.5%Mo, na Companhia Jacob Holtzer (França), ocorreu um erro de adição de elementos de liga durante a fusão. O erro resultou numa composição química contendo 20%Cr – 8%Ni – 2.5%Mo, que promoveu uma alta fração volumétrica de ferrita (α) numa matriz austenítica (γ). Esse tipo de aço inoxidável foi estudado no laboratório francês Unieux, onde se descobriu que, qualquer que fosse o tratamento térmico empregado, a liga não era sensível ao ataque intergranular em vários meios corrosivos. A partir daí, este material começou a ser intensivamente pesquisado e produzido em maior escala, quando surgiram diversas patentes para materiais derivados desta liga, que mais tarde foi denominada Aço Inoxidável Duplex.^(4,5)

Estes aços apresentam melhores propriedades de resistência à corrosão intergranular e por pite que os austeníticos e ferríticos, tendo propriedades mecânicas apreciáveis, como limites de escoamento até duas vezes maiores que os austeníticos e ferríticos mais comuns, além de boa plasticidade. Desta forma, estas ligas metálicas encontraram seu nicho de utilização nos elementos estruturais de plataformas, nas bombas para indústria de extração de petróleo e nos equipamentos da indústria química.⁽²⁾

De um ponto de vista conceitual, o aço inoxidável duplex é uma liga composta essencialmente por ferro, cromo, níquel, molibdênio, nitrogênio e carbono. O processo de fabricação mais comum para este aço é a laminação a quente. Assim, sua microestrutura apresenta uma morfologia lamelar com grãos alongados na direção de laminação. As lamelas alternam-se entre ferrita e austenita que, para um aço devidamente balanceado, apresentam frações volumétricas de proporção 1:1.^(2,6,7)

As concentrações dos elementos de liga são diferentes na ferrita e na austenita, o que gera diferenças entre as propriedades destas fases. Por isso, o correto balanceamento entre as frações volumétricas de austenita e ferrita é indispensável para o bom aproveitamento de suas propriedades.⁽²⁾ Durante o processo de fabricação destes aços não é rara a precipitação de fases deletérias e o controle desta precipitação tem sido um desafio dos processos de fabricação. A grande dificuldade na obtenção de componentes fundidos, por exemplo, é exercer um controle eficaz sobre a precipitação da fase sigma (σ) durante o lento resfriamento de solidificação.⁽²⁾

A fase sigma é um composto intermetálico de estrutura tetragonal complexa com 30 átomos por célula unitária, responsável pela diminuição de tenacidade e de alongamento, além de excessivo aumento da dureza, quando um aço é submetido a tratamentos térmicos entre 600°C a 1.000°C.⁽⁸⁻¹¹⁾ A fase sigma leva ao empobrecimento de cromo em regiões próximas aos contornos de grão, diminuindo também a resistência à corrosão. O processo de laminação a quente, que



comumente ocorre na faixa de 800°C a 900°C, pode acelerar a sua precipitação devido aos defeitos na rede cristalina causados pela deformação.^(12,13) O trabalho de Chandra e Kushlmayr⁽¹⁴⁾ apontam evidências de que deformação a quente provoca a introdução de defeitos na rede cristalina em aços inoxidáveis duplex. Segundo os autores, estes defeitos tornam-se pontos de nucleação para precipitação de fase o e a temperatura, propícia para que ocorra essa precipitação, colabora.⁽¹⁴⁾

A fase sigma pode ser formada por três mecanismos distintos, são eles: nucleação e crescimento a partir da fase ferrita; decomposição eutetóide da ferrita nas fases sigma e austenita secundária ($\delta \rightarrow \sigma + \gamma 2$) e crescimento na austenita depois do total consumo da ferrita.^(15,16) A taxa de formação da fase sigma nos aços inoxidáveis duplex está, portanto, relacionada com a difusão dos elementos de liga na ferrita e na austenita, que por sua vez, sofre influência direta da temperatura.⁽¹⁷⁾

O presente trabalho teve por objetivo a identificação e a quantificação da fase deletéria sigma no aço superduplex UNS S32750 tratado a 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1.000°C, através da técnica de Processamento Digital de Imagens (PDI), almejando identificar a faixa de temperatura em que a precipitação da fase sigma ocorre mais significativamente.

2 MATERIAL E MÉTODOS

De uma barra redonda laminada do aço superduplex ASTM UNS S32750, fabricado pelo Grupo Sandvik do Brasil S.A. Ind. e Com., foram retiradas seis amostras. Segundo informações do fabricante, o aço utilizado para esta pesquisa procede de um lote com a seguinte composição química: 0,016 C; 0,27 Si; 0,83 Mn; 0,020 P; 0,005 S; 24,85 Cr; 6,90 Ni; 3,89 Mo; 0,10 Cu; 0,284 N (% em peso).

No forno EDG 1800, fabricado pela EDG Equipamentos, cinco das amostras foram submetidas ao tratamento térmico, que consistiu na manutenção das amostras sob as temperaturas indicadas na Tabela 1 por 30 minutos e no resfriamento das mesmas em água. Uma amostra não foi tratada termicamente, permanecendo conforme recebida ao longo de toda a pesquisa.

Após o tratamento térmico, foi realizada a preparação metalográfica. Todas as amostras foram preparadas com as técnicas de lixamento e polimento metalográfico, sendo esta última com alumina de granulometria de 1 µm.

Para a visualização da fase sigma na microestrutura do aço analisado, procedeu-se o ataque eletrolítico das amostras com solução de NaOH (40 g de NaOH e 100 ml de água destilada e deionizada) a uma tensão de 6 V por 20 segundos.

Identificação	Temperatura de tratamento (°C)	
Amostra 1	800	
Amostra 2	850	
Amostra 3	900	
Amostra 4	950	
Amostra 5	1.000	

 Tabela 1. Dados do tratamento térmico

Através do microscópio óptico modelo GX-51, fabricado pela Olympus, foram obtidas 20 imagens da microestrutura de regiões aleatórias das amostras, sendo garantido que não houve captura de mais de uma imagem de uma mesma região.

Para a determinação do percentual de fase sigma em cada amostra, foi realizado, no programa ImLab, o PDI nas 20 imagens obtidas das microestruturas das amostras.





3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta a imagem da microestrutura da amostra que não foi tratada termicamente. Os ataques químicos da técnica conhecida como *collor etching* (ataques químicos que promovem o contraste de fases através de cores) fazem com que os grãos de ferrita apresentem uma coloração variada característica, típica dos referidos ataques, uma vez que são realizados com reagentes que depositam filmes na superfície das amostras.⁽¹⁸⁾ Baseando-se no *Metals Handbook*⁽¹⁹⁾ e em alguns trabalhos envolvendo caracterização de aços do tipo duplex,^(2,7,20) espera-se que a fase ferrita seja a identificada pela coloração mais escura (tons variando entre o marron, alaranjado, verde e azul) e a fase austenita pela tonalidade mais clara.



Figura 1. Imagem da microestrutura do aço UNS S32750 com aumento de 500x sem tratamento térmico. Ataque eletrolítico: NaOH.

Na Figura 1, a coloração da ferrita (α) varia do marrom ao azul. A fase austenita (γ), devido à regulagem dos canais de cores utilizada no microscópio, apresenta coloração marrom, contudo, nota-se que a mesma não foi atacada como a ferrita. Não foi verificada a presença de fase sigma nesta amostra, indicando que toda a fase sigma presente nas amostras tratadas termicamente foi originada pelos tratamentos térmicos.

A Figura 2 apresenta imagens da microestrutura do aço UNS S32750, após o tratamento a 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1.000°C, obtidas pela microscopia óptica com aumento de 500x. Pode-se observar que o material possui três fases; a fase com coloração marrom claro e predominante, austenita, a de tom variando entre o amarelo e o marrom, ferrita, e a fase sigma, de tons mais escuros. Estas imagens serão usadas ao longo do trabalho para exemplificar os resultados obtidos através do PDI para todas as imagens.

O processamento consistiu nas seguintes fases.



3.1 Pré-processamento

- A primeira etapa do PDI consistiu na retirada da legenda das imagens. O programa de PDI não é capaz de diferenciar as fases do material, ele diferencia as cores e quantifica os pixels por coloração. A legenda da imagem aparece na cor preta, e, se não retirada, seus pixels seriam quantificados;
- procedeu-se com a conversão das imagens para tons de cinza a fim de facilitar o PDI, já que as imagens coloridas possuem três canais (*Red, Green* e *Blue*) e as imagens em tons de cinza, apenas um. Cabe ressaltar que a conversão não causou prejuízo ao PDI, já que a diferença entre as fases continuou nítida (Figura 3); e
- foi investigada a existência de erros de iluminação. A iluminação proveniente do microscópio pode não estar distribuída uniformemente na superfície da amostra. Desta forma, a fase sigma, representada por tons escuros, pode estar iluminada ao ponto de se apresentar com um tom de cinza claro, podendo ser confundida com a ferrita ou com a austenita; o inverso também pode acontecer, fazendo com que o processo perca sua exatidão. Foram aplicadas cores falsas para verificar possíveis erros de iluminação. As fases ferrita e austenita apresentaram colorações parecidas, enquanto a fase sigma foi representada por outra coloração. Como este trabalho propõe-se a quantificar somente a fase sigma, a iluminação das imagens foi considerada satisfatória, já que a fase sigma não foi confundida com as demais.

3.2 Segmentação

A segmentação consiste em gerar imagens binárias, formadas por pontos pretos, formando o fundo da imagem, e pontos brancos, que passam a ser considerados como objetos. Realizou-se a segmentação pelo método manual. Neste método, o usuário do programa estabelece o tom de cinza (de 0 a 255) a partir do qual os pixels tornar-se-ão brancos ou pretos, conforme interesse do usuário. Neste trabalho a fase sigma foi transformada em objeto de quantificação.

3.3 Quantificação

Com as imagens já segmentadas tornou-se possível a efetiva quantificação das fases, já que estas foram totalmente separadas. Foi realizada a contagem das regiões brancas, incluindo os objetos que tocassem a borda da imagem. As áreas dos objetos encontrados foram mensuradas, em pixels quadrados. Estas áreas foram somadas e depois comparadas com a área total da imagem. Desta forma, foi obtido um percentual de regiões brancas na imagem.



ISSN 1516-392X



(a)



<u>б0µт</u>





(d)



(e)

Figura 2. Imagens da microestrutura do aço UNS S32750 com aumento de 500x. Ataque eletrolítico NaOH. (a) tratado a 800°C; (b) tratado a 850°C; (c) tratado a 900°C; (d) tratado a 950°C; e (e) tratado a 1.000°C.



ISSN 1516-392X











(d)



(e) Figura 3. Imagens em tons de cinza da microestrutura da Figura 2. (a) Tratado a 800°C; (b) Tratado a 850°C; (c) Tratado a 900°C; (d) Tratado a 950°C; e (e) Tratado a 1.000°C.



ISSN 1516-392X



(e)

Figura 4. Imagens segmentadas da microestrutura do aço UNS S32750 com aumento de 500x. (a) tratado a 800°C; (b) tratado a 850°C; (c) tratado a 900°C; (d) tratado a 950°C; e (e) tratado a 1.000°C.

O processamento digital de imagens foi realizado da mesma forma nas 20 imagens de cada amostra, gerando para cada imagem um percentual de regiões brancas. Por analogia, considera-se que o percentual de regiões brancas numa imagem é igual ao percentual de fase sigma na região da amostra representada por aquela imagem.



Portanto, a média aritmética entre os percentuais de fase sigma encontrados em cada região analisada da amostra, representa percentualmente a quantidade de fase sigma presente na amostra. E, sendo conhecidos os percentuais desta fase deletéria em cada amostra pode-se associar a temperatura do tratamento térmico realizado ao percentual de fase deletéria precipitada. Os valores, em percentual, de fase sigma encontrados nas amostras são mostrados na Tabela 2.

Amostra	Quantidade de fase sigma (%)	Desvio padrão (%)
Tratada a 800°C	7,0	0,018
Tratada a 850°C	20,6	0,030
Tratada a 900°C	25,3	0,025
Tratada a 950°C	20,1	0,027
Tratada a 1.000°C	8,3	0,017

Tabela 2. Quantidade de fase sigma nas amostras tratadas a 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1.000°C

Através dos percentuais obtidos, é possível notar uma tendência a maior precipitação da fase sigma, para temperaturas entre 850°C e 950°C, apresentando seu percentual máximo na amostra tratada a 900°C. Estudo realizado por Chandra e Kushlmayr⁽¹⁴⁾ no aço inoxidável duplex 2205, também apontou para o aparecimento de grande quantidade de fase sigma durante o envelhecimento da liga a 900°C, contudo a fração volumétrica não foi determinada pelos autores. Estudo de Magnabosco⁽²¹⁾ a respeito da cinética de formação da fase sigma em amostras do aço UNS S31803 tratadas a 700°C, 750°C, 800°C, 850°C e 900°C indicou um maior percentual de fase sigma a 850°C, havendo um descréscimo nesta percentual a 900°C. A literatura aponta que para cada aço inoxidável duplex há uma temperatura crítica para o aparecimento da fase sigma, isto ocorre devido às diferentes composições químicas de cada material. Fato este que corrobora a necessidade de aprofundar estudos em acos duplex.

No estudo de Magnabosco,⁽²¹⁾ entre 700°C e 850°C a quantidade máxima de fase sigma formada foi maior do que o conteúdo inicial de ferrita, o que indica que, após o consumo total de ferrita, a fase sigma pode crescer a partir da austenita. Este comportamento não foi notado para as temperaturas e tempos utilizados neste estudo. No entanto, as técnicas utilizadas não permitem a identificação do mecanismo de formação da fase sigma, precipitação a partir da ferrita ou decomposição eutetóide desta em sigma e austenita secundária.

Pesquisa publicada por Elmer, Palmer e Specht⁽²²⁾ observou pela técnica de difração de raios-X que, para o aço duplex 2205, a fase sigma tende a se dissolver totalmente na temperatura de 1.000°C. Notamos que no aço aqui pesquisado - UNS S32750, o mesmo não ocorre. À 1.000°C há uma diminuição do percentual de fase sigma, contudo, o material ainda apresenta precipitação desta fase deletéria.

Tem-se que o desvio padrão é uma medida de variabilidade dos dados de uma distribuição de frequências, ele mede a dispersão dos valores individuais em torno da média. Para cada amostra, foram analisadas 20 imagens de regiões distintas da microestrutura. Desta forma, o desvio padrão indicou a variabilidade do percentual de fase sigma na amostra analisada, o que depende da variabilidade intrínseca da amostra. Um pequeno desvio padrão indicará uma amostra uniforme.



4 CONCLUSÃO

- O aço inoxidável superduplex UNS S32750 apresentou precipitação de fase sigma para todas as temperaturas testadas, 800°C, 850°C, 900°C, 950°C e 1.000°C;
- a nucleação da fase sigma ocorreu preferencialmente nas interfaces ferrita/austenita; e
- a maior fração volumétrica de fase sigma ocorreu para a temperatura de 900°C, 25,3%. A precipitação ocorreu em grande quantidade para temperaturas entre 850°C e 950°C, acima de 20%, e apresentou grande queda na quantidade precipitada para a temperatura mais baixa, 800°C, e para a temperatura mais alta, 1.000°C.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Faperj pelo apoio financeiro através do Edital E-26/110.074/2011.

REFERÊNCIAS

- 1 SOUZA, A.; PEREA, E.; SIGNORELLI, R. SAF 2707 HD (UNS S32707) um aço inoxidável hiper-duplex para ambientes severos contendo cloretos. In: SEMINÁRIO BRASILEIRO DE AÇO INOXIDÁVEL, IX, São Paulo, 2008. *Anais...* São Paulo: Núcleo Inox, 2008. p. 262-268.
- 2 DIAS, D. F. Análise comparativa entre técnicas de caracterização aplicadas ao aço inoxidável superduplex ASTM UNS S32750. *Monografia*, 2010.
- 3 SANTOS, D.C.; MAGNABOSCO, R.; Estudo da corrosão seletiva em aço UNS S31803 (SAF 2205) em solução 1 mol.L-1HCI. In: IX Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, 2008, São Paulo. p.114-119.
- 4 LACOMBE, P.; BAROUX, B.; BERANGER, G. *Stainless Steels*. France: Les Editions de Physique Les Ulis, 1993.
- 5 CHARLES, J. Super duplex stainless steels: structure and properties. In DUPLEX STAINLESS STEELS 91, Beaune, Proceedings. Ed: Charles, J.; Bernhardsson, S. Les Ulis, France, Les Éditions de physique, v.1, p.151-168, 1991
- 6 POHL, M.; PADILHA, A. F. Aços inoxidáveis ferríticos austeníticos com microestrutura duplex, *Nickel*, v.3, n.8, p. 7-8, 1988.
- 7 NUNES, T.M.A.; PIMENTA, A.R; RANGEL, C.L.; DINIZ, M.G.; PAOLUCCI-PIMENTA, J.M. Caracterização microestrutural por processamento digital de imagens e microdureza das fases do aço inoxidável duplex uns s32760, *Anais do 19 CBECiMat*, 2010.
- PADILHA, A. F; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R.. Chapter 12: Steinless Steels Heat Treatment.
 In: George E. Totten (Editor). (Org.). Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies.
 2th ed. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2007, v.2, p. 695 739.
- 9 MARTINS, M.; CASTELETTI, L. C.; Effect of Heat Treatment on the Mechanical Properties of ASTM A 890 Gr6A Super Duplex Stainless Steel, Materials Characterization, n. 55, p. 225 – 233, 2005.
- 10 ZUCATO, I.; MOREIRA, M. C.; MACHADO, I. F.; LEBRÃO, S. M. G.; Microestructural Characterization and Effect of Phase Transformations on Toughness of the UNS S311803 Duplex Stainless Steel Aged at 850°C, Materials Research, vol. 5, nº 3, p.385 – 389, 2002.
- 11 MACHADO, I. F; PADILHA, A. F; Aging Behavior of 25Cr 17Mn High Nitrogen Duplex Stainless Steel, ISIJ International, vol. 40, nº 7, p. 719 724, 2000.
- 12 NILSON, J. O.; Super Duplex Stainless Steels Materials Science and Technology, v.8, p. 685 – 700, 1992.



- 13 VORONENKO, B. I.; Austenitic Ferritic Stainless Steels: A Stateof-Art Review, Material Science and Heat Treatment, vol. 39, nº 9 10, p. 428 437, 1997.
- 14 CHANDRA, T.; KUCHLMAYR, R.; Effect of Strain Rate on Sigma Formation in Ferrite-Austenite Stainless Steel at High Temperatures, Journal of Materials Science, nº 23, p. 723 – 728, 1988.
- 15 NILSSON, J. O. Super duplex stainless steels. *Materials Science and Technology*. n. 8, p. 685-700, 1992.
- 16 MAGNABOSCO, R.; ALONSO-FALLEIROS, N. Pit morphology and its relation to microstructure of 850 °C aged UNS S31803 duplex stainless steel. *Corrosion*. n. 61, p. 130-136, 2005.
- 17 A. WEISBRODT-REISCH, M, BRUMMER, B.HADLER, B. WOLBANK, E. A. WERNER. Influence of temperature, cold deformation and a constant mechanical load on the microestructural stability of a nitrogen alloyed duplex stainless steel.
- 18 VUROBI, SELAUCO & MITSUYUKI, OSVALDO; Técnicas Metalográficas para Caracterização Microestrutural dos Aços; Anais 2º Encontro de Engenharia e Tecnologia dos Campos Gerais, 14 a 18 de agosto de 2006, Ponta Grossa, Paraná, Brasil.
- 19 METALS HANDBOOK, v.9, Color Metallography, USA: ASM (American Society for Metals), 1992.
- 20 MARTINS, MARCELO; Caracterização Microestrutural-Mecânica e Resistência à Corrosão de Aço Superduplex ASTM A890/A890M Grau 6A, Tese de Doutorado, Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil.
- 21 MAGNABOSCO, R. Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel. *Materials Research*, vol. 12, n. 3, p. 321-327, 2009.
- 22 ELMER, J.W.; PALMER, T.A.; SPECHT, E.D. In situ observation of sigma phase dissolution in 2205 duplex stainless steel using synchrotron X-ray diffraction. Materials Science and Engineering A, v. 459, p. 151-155, 2007.