

UTILIZAÇÃO DA MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA NO ESTUDO DA FRAGILIZAÇÃO A 475°C EM UM AÇO INOXIDÁVEL LEAN DUPLEX *

Thompson Júnior Ávila Reis¹
Leonardo Barbosa Godefroid²
Margareth Spangler Andrade³

Resumo

Neste trabalho, a microscopia de força atômica foi empregada para estudo da evolução da fragilização a 475°C em um aço inoxidável *lean duplex*. Para tal, amostras deste aço foram submetidas a tratamentos isotérmicos com duração variando entre 1 e 100 horas na temperatura de 475°C. Ensaios de tenacidade ao impacto e de dureza foram realizados para confirmar a ocorrência da decomposição da fase α . Posteriormente foram realizadas análises no microscópio de força atômica. Os ensaios de tenacidade ao impacto e de dureza indicaram que ocorreu decomposição espinodal da fase α . Medições da diferença da dissolução das fases α e γ , conduzidas no microscópio de força atômica, indicaram que a resistência à dissolução da fase α diminui com o tempo de envelhecimento de forma similar a redução da tenacidade. Os resultados indicam que a microscopia de força atômica é uma ferramenta eficiente para avaliar o grau de evolução da fragilização a 475°C.

Palavras-chave: Microscópio de força atômica; Aços inoxidáveis duplex; Fragilização a 475°C; Fase α' .

USING OF ATOMIC FORCE MICROSCOPY TO STUDY OF THE EMBRITTLEMENT AT 475°C OF A LEAN DUPLEX STAINLESS STEEL

Abstract

In this work, the atomic force microscopy was employed to study the evolution of the embrittlement at 475°C of a lean duplex stainless steel. For this, samples of this steel were subjected to isothermal treatments with duration between 1 to 100 hours in the temperature of 475°C. Tests of impact toughness and hardness were carried out to confirm the occurrence of α phase decomposition. Atomic force microscopy analyzes were performed. The impact toughness and hardness tests indicated that α spinodal decomposition has occurred. Measurements of the difference in α and γ phases dissolution, carried out by atomic force microscopy, indicated that the α phase dissolution resistance decreased with time of ageing in the same way as the toughness reduction. The results indicated that the atomic force microscope is an efficient tool to assess the evolution of the embrittlement at 475°C.

Keywords: Atomic force microscope; Duplex stainless steels; Embrittlement at 475°C; α' phase.

¹ Engenheiro da Computação, MSc. Pesquisador em Tecnologia, Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Engenheiro Metalúrgico, Dr. Professor/Pesquisador, Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil.

³ Física, Dr. Diretora e Pesquisadora em Tecnologia, Instituto Senai de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis duplex 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 crescido continuamente nas indústrias nuclear, química, de óleo e gás, de papel e celulose entre outras [2, 3].

Apesar das interessantes características, a utilização destes aços é limitada a uma estreita faixa de temperaturas devido à sua susceptibilidade a precipitação de fases indesejáveis. 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 coisas, a resistência à corrosão, resistência mecânica, dureza e tenacidade da liga [2].

Devido aos significativos efeitos da decomposição da fase α em temperaturas relativamente baixas, esforços têm sido atribuídos ao desenvolvimento de técnicas que permitam avaliar o grau de evolução da fragilização, que permitam caracterizar alterações microestruturais devido ao envelhecimento e esclarecer os mecanismos que impactam no comportamento mecânico destas ligas.

Diversos trabalhos utilizando *atom probe field ion microscopy* [6, 7] e *atom probe tomography* [4, 8] em aços inoxidáveis duplex das séries CF3 e CF8 envelhecidos entre 300°C e 400°C, demonstram que a fase α sofre decomposição espinodal isotrópica formando uma estrutura bifásica ($\alpha + \alpha'$), consistindo de uma complexa rede interconectada tridimensionalmente e modulada em escala nanométrica. Esta estrutura é observada de maneira indireta em aços inoxidáveis duplex 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 aço inoxidável duplex 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. Ensaios 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 aços inoxidáveis duplex solubilizados de envelhecidos com o uso de microscopia de varredura por sonda mecânica têm sido exploradas [15-19].

Neste trabalho, a evolução da fragilização a 475°C em um aço inoxidável *lean* duplex foi estudada por microscopia de força atômica. Além disso, ensaios mecânicos de tenacidade ao impacto e de dureza foram conduzidos para avaliar os efeitos do envelhecimento nas propriedades mecânicas deste aço.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço estudado neste trabalho foi um aço inoxidável *lean* duplex UNS S32304 fornecido pela empresa Aperam South America na forma de chapa laminada a quente com espessura de 10,3mm. Após a laminação o material foi solubilizado a

1100°C e temperado em água. A Figura 1 ilustra imagens de microscopia óptica da microestrutura deste aço e a sua composição química está listada na Tabela 1.

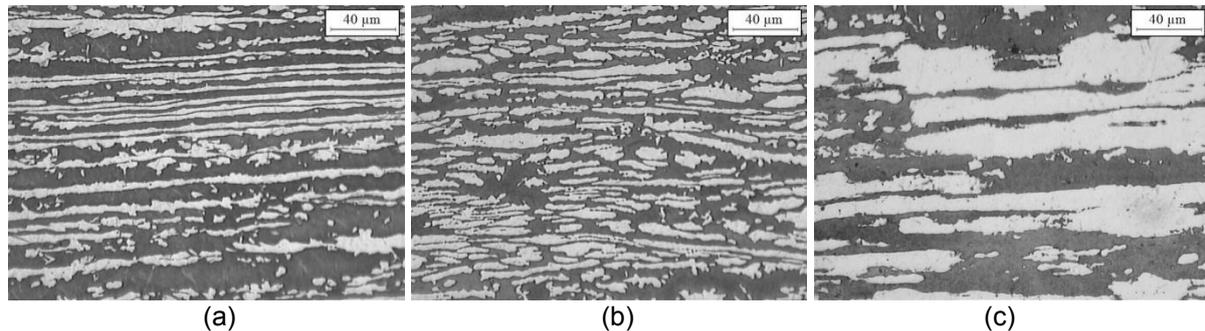


Figura 1. Imagens de microscopia óptica do aço inoxidável duplex estudado nas direções (a) longitudinal, (b) transversal e (c) normal à superfície em relação à laminação. Ataque: Beraha.

Tabela 1. Composição química em massa do aço inoxidável duplex estudado

Cr	Ni	Mo	N	C	Si	Mn	S	P
22,6	3,6	0,26	0,12	0,018	0,36	1,35	<0,001	0,025

Em ambas as imagens ilustradas na Figura 1 a fase γ se apresenta na forma de ilhas claras envolvidas pela matriz α , mais escura. O aspecto alongado e achatado da fase γ mais evidente nas Figuras 1-a e 1-b é consequência do processo de laminação a quente. Análises das imagens de microscopia óptica da seção longitudinal utilizando o *software* QWIN indicaram que a fração volumétrica de α é de aproximadamente 0,57.

Ensaio de tenacidade ao impacto Charpy na temperatura ambiente, de dureza Vickers (carga de 62,5 kg) foram realizados na condição como recebido e após envelhecimento a 475°C com tempos de exposição de 1, 6, 12, 25, 50 e 100 h. Foram realizados 5 ensaios Charpy e seis medições de dureza para cada condição analisada. Microdureza Vickers (carga de 10 g) foi realizada nas fases α e γ nas mesmas condições de tratamento térmico mencionados anteriormente. Para microdureza foram executadas 10 medições em cada uma das fases de cada amostra.

Amostras do aço em todas as condições submetidas aos ensaios de tenacidade ao impacto e dureza também foram analisadas em um microscópio de varredura por sonda mecânica modelo Dimension 3000, fabricado pela Digital/Bruker operando no modo contato intermitente e utilizando sonda de nitreto de silício para análises de microscopia de força atômica e sonda de nitreto de silício revestida com filme ferromagnético para as análises de microscopia de força magnética.

As análises no microscópio de varredura por sonda mecânica foram realizadas no plano longitudinal à laminação. A preparação das amostras foi realizada em duas etapas. Inicialmente, as amostras foram lixadas, polidas com pasta de diamante até 0,25 μm e polidas em sílica coloidal com partículas de 40 nm. Após esta primeira etapa da preparação, análises da topografia e dos domínios magnéticos das fases do aço foram conduzidas para garantir similaridade entre as superfícies de todas as amostras. As análises de microscopia de força magnética foram realizadas para distinguir as fases α e γ , uma vez que a fase α é ferromagnética e a fase γ paramagnética. Medições da diferença de altura entre estas fases foram realizadas com auxílio do *software* do microscópio em imagens obtidas pela técnica de microscopia de força atômica. Nesta etapa foram adquiridas e analisadas 10

imagens de cada amostra. Em cada imagem, foram realizadas 10 medições da diferença de altura entre as fases α e γ .

Após ter garantido que as superfícies de todas as amostras eram idênticas, estas foram polidas eletroliticamente em solução de ácido oxálico diluído em água destilada com concentração de 10%, utilizando densidade de corrente de $1\text{A}/\text{cm}^2$ e tempo de 10s.

Após o ataque eletrolítico, as amostras foram analisadas novamente por microscopia de força atômica. Foram adquiridas 10 imagens de cada amostra e realizadas 10 medições em cada imagem da diferença de altura entre as fases α e γ . Os resultados das análises de microscopia de força atômica foram então relacionados com os resultados dos ensaios mecânicos.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos ensaios de tenacidade ao impacto Charpy, de dureza e microdureza Vickers estão ilustrados nas Figuras 2-a e 2-b, respectivamente.

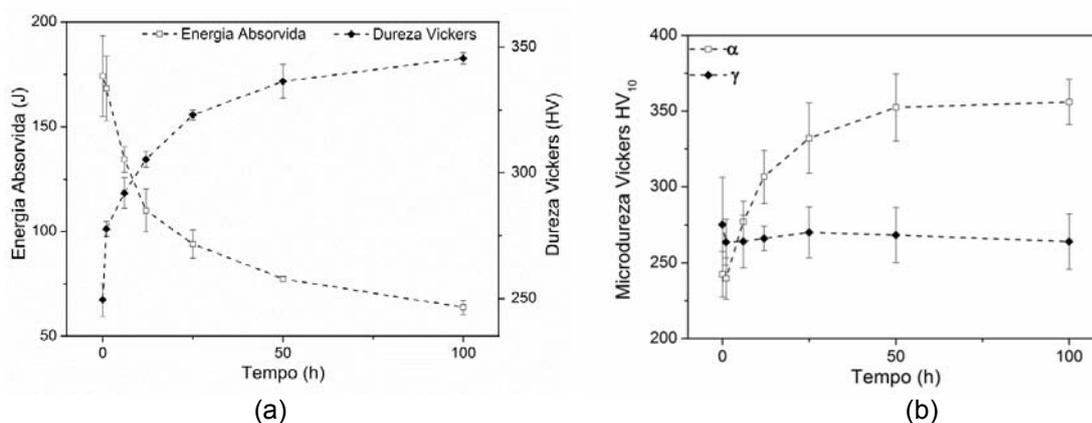


Figura 2. Efeito do envelhecimento a 475°C na (a) energia absorvida ao impacto e na dureza Vickers (carga de 62,5 kg) e (b) na microdureza Vickers (carga de 10 g) do aço inoxidável *lean duplex*.

A Figura 2-a mostra que ocorreu aumento mais acentuado na dureza da liga nas primeiras 25 h de envelhecimento e a Figura 2-b mostra que as alterações na liga quanto a dureza ocorreram somente na fase α . Segundo Hättestrand et al. [9], o aumento da dureza causado pelo envelhecimento reflete a natureza de transformação de fase. A decomposição espínodal forma uma estrutura muito mais fina do que a nucleação e crescimento, afetando mais significativamente o comportamento mecânico. Logo, os resultados sobre dureza expressos na Figura 2-a indicam que ocorreu decomposição espínodal da fase α .

A energia absorvida ao impacto apresentou comportamento aproximadamente inverso ao da dureza (Figura 2-a). Ocorreu diminuição desta mais significativamente também nas primeiras 25 h de envelhecimento. Além disso, também foi possível observar que, após 1 h de envelhecimento, ocorreu aumento expressivo da dureza com praticamente ausência de perda da tenacidade. Estes resultados estão de acordo com os observados por Silva et al. [13] e Albuquerque et al. [14] em aços inoxidáveis duplex UNS S31803, que sugerem ser possível observar somente variação na dureza no estágio inicial da decomposição espínodal da fase α . Alguns autores afirmam ainda que tratamentos térmicos a 475°C por curtos tempos podem ser benéficos para aços inoxidáveis duplex, pois aumentam a resistência mecânica da liga sem perda significativa de tenacidade [3].

A Figura 3 ilustra imagens de microscopia de força atômica e de microscopia de força magnética após conclusão da primeira etapa de preparação das amostras do aço na condição como recebido e após todos os envelhecimentos.

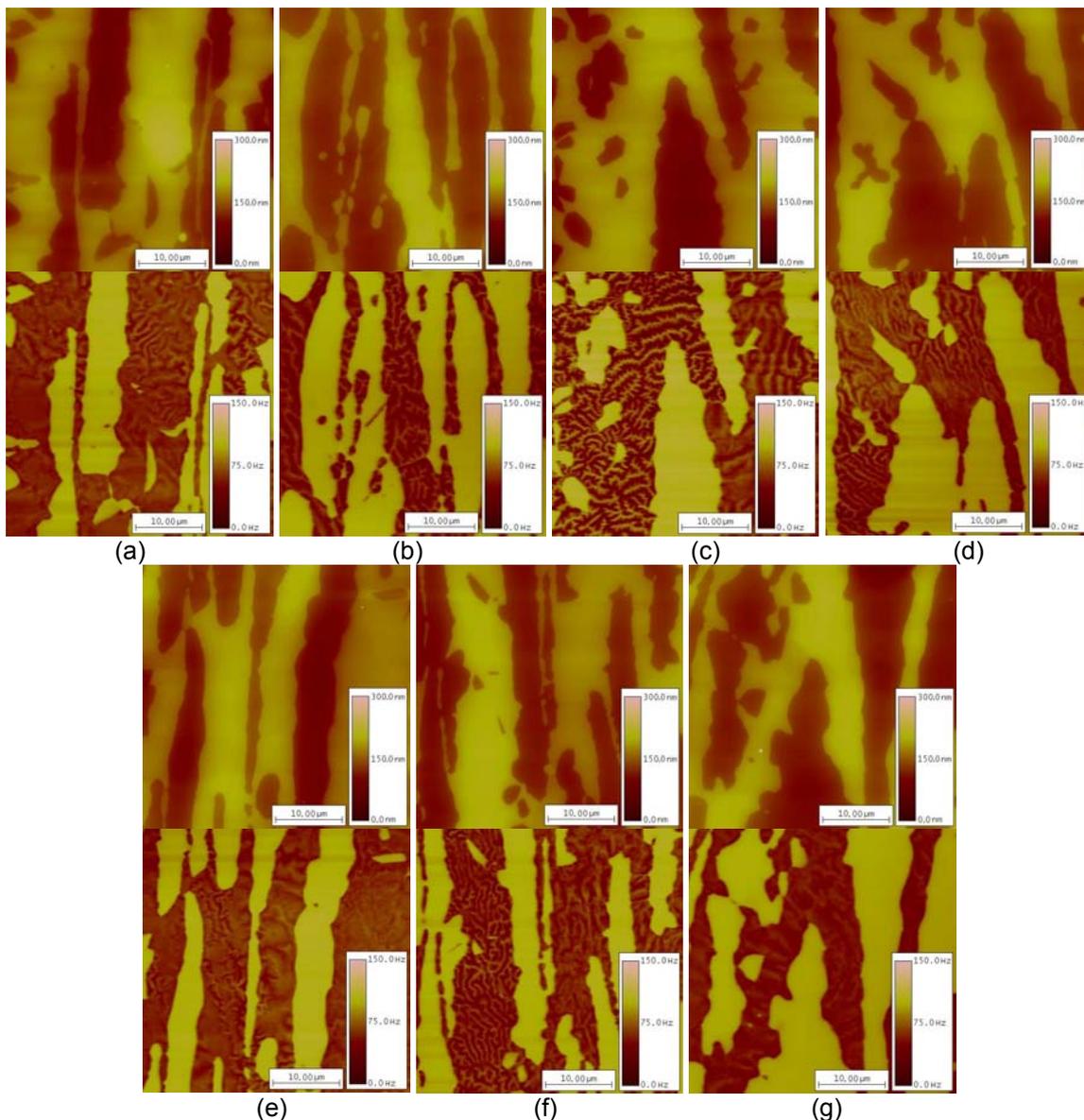


Figura 3. Imagens de microscopia de força atômica (na parte superior de cada condição) e de microscopia de força magnética (na parte inferior de cada condição) das amostras do aço na condição (a) como recebido e envelhecido a 475°C por (b) 1 h, (c) 6 h, (d) 12 h, (e) 25 h, (f) 50 h e (g) 100 h.

Em todas as imagens de topografia ilustradas na Figura 3, ou seja, as imagens que aparecem na parte superior em cada condição, a fase α aparece topograficamente mais elevada (regiões mais claras). Esta fase pode ser identificada nas respectivas imagens magnéticas, que aparecem na parte inferior em cada condição, como sendo as regiões com intensa interação magnética (em tons de cor mais escuros). Conforme mencionado anteriormente, após a conclusão da primeira etapa da preparação das amostras, medições da diferença topográfica de altura entre as fases α e γ foram conduzidas. Na primeira tentativa, observou-se que a fase α sempre se encontrava topograficamente mais elevada. No entanto, ocorreu grande dispersão desta diferença de altura de uma amostra para outra, conforme está

ilustrado na Figura 4-a. Para correção desta dispersão, a primeira etapa da preparação foi refeita nas amostras envelhecidas por 6, 12, 25 e 50 horas. Após a nova preparação, medidas das alturas entre as fases foram feitas mais uma vez e o resultado está ilustrado na Figura 4-b.

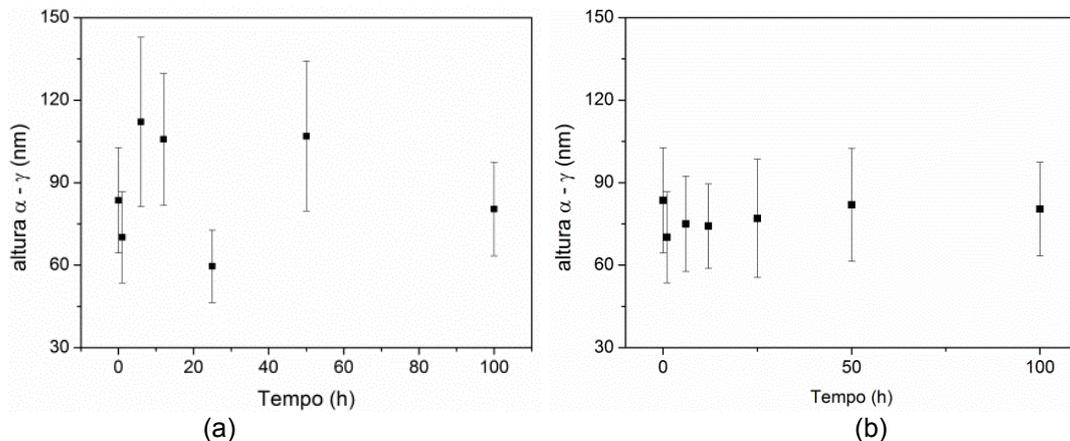


Figura 4. Variação da altura entre as fases α e γ após polimento em sílica coloidal em função do tempo de envelhecimento. (a) Primeira tentativa de preparação e (b) após correção da preparação de algumas amostras.

Esta primeira etapa da preparação garantiu que todas as amostras possuísem superfície similar em escala nanométrica antes da realização do polimento eletrolítico. As imagens ilustradas na Figura 3 foram adquiridas após a correção desta etapa da preparação e a observação destas imagens permite constatar grande similaridade topográfica existe entre todas as amostras.

A Figura 5 ilustra imagens tridimensionais da topografia de todas as amostras após o polimento eletrolítico. Nestas imagens a distinção entre as fases α e γ pode ser feita por meio da identificação de contornos de maclas presentes na fase γ .

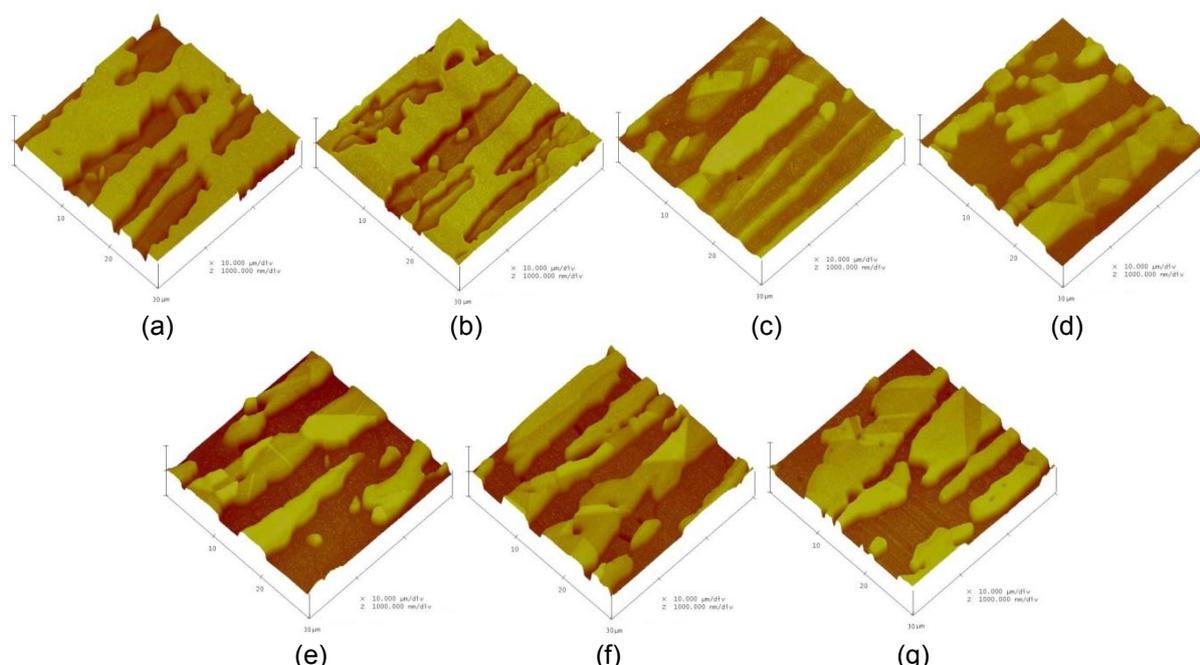


Figura 5. Imagens tridimensionais da topografia (microscopia de força atômica) das amostras nas condições (a) como recebido e envelhecido a 475°C por (b) 1 h, (c) 6 h, (d) 12 h, (e) 25 h, (f) 50 h e (g) 100 h. Area de cada imagem 30 μm X 30 μm . Escala no plano normal à superfície 1 μm por divisão.

Análises das imagens ilustradas na Figura 5 permitiram observar 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 tanto na amostra do aço no estado como recebido (Figura 5-a) quanto nas amostras do aço após todos os tratamentos térmicos (Figuras 5-a até 5-g) e pode estar relacionado com a orientação cristalográfica de cada fase. Mateo et al. [20] e El Bartali et al. [21], ao caracterizar aços inoxidáveis duplex 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. Por outro lado, a fase γ pode ter apresentado diferentes graus de dissolução devido a sua ausência de textura, ou seja, maior aleatoriedade de orientação cristalográfica.

A Figura 5-a, referente ao aço no estado como recebido, mostra que o ataque eletrolítico com ácido oxálico promoveu maior dissolução da fase γ , que aparece topograficamente mais baixa do que a fase α . Na medida em que o tempo de envelhecimento a 475°C aumenta, a diferença topográfica entre as fases α e γ inicialmente diminui. A partir de 6 horas de envelhecimento (Figura 5-c), a fase α se encontra topograficamente mais baixa. Este fenômeno ocorre por que, na condição como recebido, a fase α apresenta maior concentração de Cr do que a fase γ e este se encontra homogeneamente solubilizado. 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 Santos [17] e seus colaboradores em um aço inoxidável duplex UNS S31803 após envelhecimento a 400°C por 7000 h.

A Figura 6 ilustra as medições de altura entre as fases α e γ em função do tempo de envelhecimento a 475°C em conjunto com os resultados dos ensaios de tenacidade ao impacto.

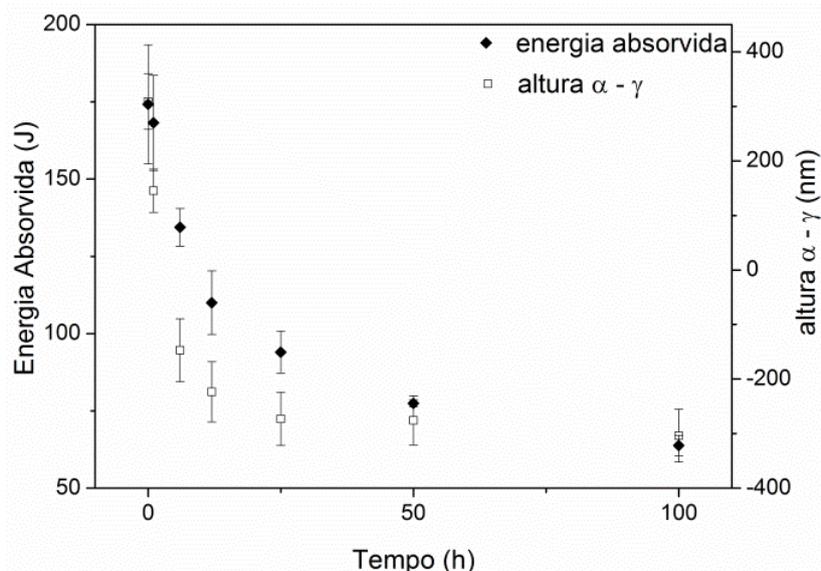


Figura 6. Energia absorvida ao impacto e diferença de altura entre as fases α e γ , ambos em função do tempo de envelhecimento a 475°C.

Conforme pode ser observado na Figura 6, a resistência à dissolução durante o ataque eletrolítico da fase α cai de maneira mais significativa até 25 h de

envelhecimento. Após este tempo de envelhecimento, não se observa variações em relação à diferença de altura entre as fases α e γ . Comportamento este similar à perda de tenacidade resultante da decomposição da fase α .

Se for considerado não ter ocorrido dissolução da fase α durante o ataque eletrolítico na amostra do aço no estado como recebido e que a fase γ não sofre alterações devido ao envelhecimento, é possível calcular a espessura mínima da camada dissolvida da fase α em cada uma das amostras envelhecidas. O valor da espessura mínima da camada dissolvida da fase α nas amostras envelhecidas é igual a subtração da altura entre as fases α e γ na amostra no estado como recebido pela altura entre as fases α e γ da amostra envelhecida objetivada. Os resultados deste cálculo juntamente com os valores de dureza, ambos em função do tempo de envelhecimento estão ilustrados na Figura 7.

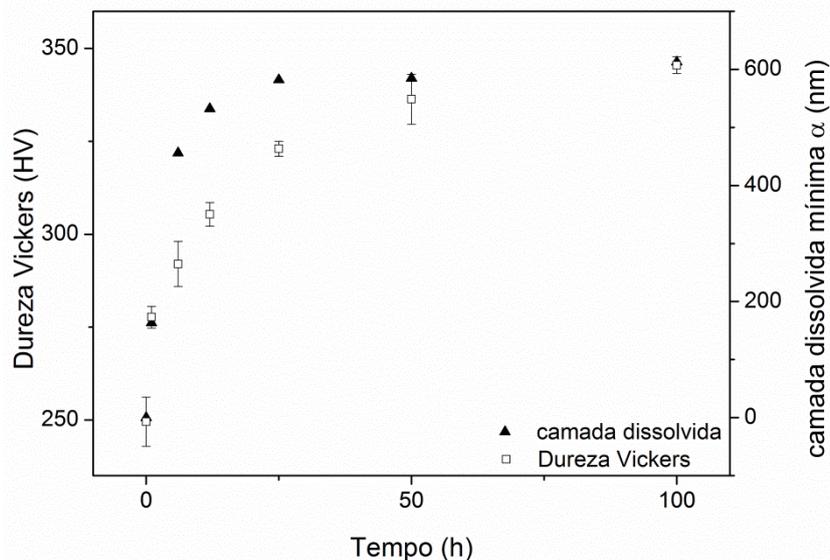


Figura 7. Dureza Vickers (carga de 62,5 kg) e espessura mínima da camada dissolvida da fase α , ambos em função do tempo de envelhecimento a 475°C.

Conforme estão expressos nas Figuras 6 e 7, há uma boa relação entre a resistência à dissolução da fase α e a energia absorvida ao impacto em função do tempo de envelhecimento e uma boa relação entre a espessura da camada mínima dissolvida da fase α e a dureza do aço também em função do tempo de envelhecimento.

Os resultados indicam que é possível estimar o grau de fragilização de aços inoxidáveis duplex por microscopia de força atômica se amostras envelhecidas e solubilizadas forem preparadas de acordo com procedimentos controlados. A aplicação desta técnica pode ser particularmente interessante para monitoramento de componentes expostos à fragilização em temperaturas relativamente baixas, condição em que a decomposição da fase α levaria até mesmo anos para se completar. A técnica também pode ser útil em casos onde não é possível a retirada de amostras com dimensões suficientes para fabricação de corpos de prova para ensaios de tenacidade ao impacto ou medições de dureza. Para análise por microscopia de força atômica, pequenas raspas do aço que se pretende analisar seriam suficientes.

4 CONCLUSÃO

- Os resultados dos ensaios de dureza e de tenacidade ao impacto indicaram que ocorreu decomposição espinodal da fase α do aço inoxidável duplex UNS S32304 estudado devido aos tratamentos térmicos a 475°C.
- Ocorreu redução da resistência da fase α ao ataque eletrolítico em solução de ácido oxálico de maneira similar à perda de tenacidade ao impacto, ambos em função do tempo de envelhecimento a 475°C.
- Ocorreu aumento na espessura da camada mínima dissolvida da fase α de maneira similar ao aumento da dureza, ambos em função do tempo de envelhecimento a 475°C.
- A microscopia de varredura por sonda mecânica mostrou ser uma ferramenta eficiente e capaz de auxiliar na determinação do grau de fragilização que se encontra um aço inoxidável duplex submetido à temperaturas susceptíveis à este fenômeno.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro e à Aperam South America pelo fornecimento do aço estudado.

REFERÊNCIAS

- 1 Strubbia R, Hereñú S, Marinelli MC, Alvarez-Armas I. Short Crack Nucleation and Growth in Lean Duplex Stainless Steels Fatigued at Room Temperature. *International Journal of Fatigue*. 2012; 41: 90-94.
- 2 Sahu JK, Krupp U, Ghosh RN, Christ H-J. Effect of 475°C Embrittlement on the Mechanical Properties of Duplex Stainless Steel. *Materials Science and Engineering A*. 2009; 508: 1-14.
- 3 Tavares SSM, Pardal JM, Abreu HFG, Nunes CS, Silva MR. Tensile Properties of Duplex UNS S32205 and Lean Duplex UNS S32304 Steels and the Influence of Short Duration 475°C Aging. *Materials Research*. 2012; 15(6): 859-864.
- 4 Fujii K, Fukuya K. Effects of Radiation on Spinodal Decomposition of Ferrite in Duplex Stainless Steel. *Journal of Nuclear Materials*. 2013; 440: 612-616.
- 5 Sahu JK, Ghosh RN, Christ H-J. Low Cycle Fatigue Behaviour of Duplex Stainless Steel: Influence of Isothermal Aging Treatment. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 2009; 33: 77-86.
- 6 Miller MK, Bentley J. APFIM and AEM Investigation of CF8 and CF8M Primary Coolant Pipe Steels. *Materials Science and Technology*. 1990; 6: 285-292.
- 7 Miller MK, Hyde JM, Cerezo A, Smith GDW. Comparison of Low Temperature Decomposition in Fe-Cr and Duplex Stainless Steels. *Applied Surface Science*. 1995; 87/88: 323-328.
- 8 Pareige C, Novy S, SAILLET S, Pareige P. Study of Phase Transformation and Mechanical Properties Evolution of Duplex Stainless Steels After Long Term Thermal Ageing (>20 Years). *Journal of Nuclear Materials*. 2011; 411: 90-96.
- 9 Hättestrand M, Larsson P, Chai G, Nilsson J-O, Odqvist J. Study of Decomposition of Ferrite in a Duplex Stainless Steel Cold Worked and Aged at 450-500°C. *Materials Science and Engineering A*. 2009; 499: 489-492.
- 10 Armas AF, Hereñú S, Alvarez-Armas I, Degallaix S, Condó A, Lovey F. The Influence of Temperature on the Cyclic Behavior of Aged and Unaged Super Duplex Stainless Steels. *Materials Science and Engineering A*. 2008; 491: 434-439.
- 11 Weng KL, Chen HR, Yang JR. The Low-Temperature Aging Embrittlement in a 2205 Duplex Stainless Steel. *Materials Science and Engineering A*. 2004; 379: 119-132.

- 12 Chandra K, Singhal R, Kain V, Raja VS. Low Temperature Embrittlement of Duplex Stainless Steel: Correlation Between Mechanical and Electrochemical Behavior. *Materials Science and Engineering A*. 2010; 527: 3904-3912.
- 13 Silva EM, Albuquerque VHC, Leite JP, Varela ACG, Moura EP, Tavares JMRS. Phase Transformation Evaluation on a UNS S31803 Duplex Stainless Steel Based on Nondestructive Testing. *Materials Science and Engineering A*. 2009; 516: 126-130.
- 14 Albuquerque VHC, Silva EM, Leite JP, Moura EP, Freitas VLA, Tavares JMRS. Spinodal Decomposition Mechanism Study on the Duplex Stainless Steel UNS S31803 Using Ultrasonic Speed Measurements. *Materials and Design*. 2010; 31: 2147-2150.
- 15 Yi YS, Shoji T. Detection and Evaluation of Material Degradation of Thermally Aged Duplex Stainless Steels: Electrochemical polarization Test and AFM Surface Analysis. *Journal of Nuclear Materials*. 1996; 231: 20-28.
- 16 Gheno SM, Santos FS, Kuri SE. Probing the Duplex Stainless Steel Phases Via Magnetic Force Microscopy. *Journal of Applied Physics*. 2008; 103: 053906 1-5.
- 17 Santos FS, Gheno SM, Kuri SE. Microscopia de Varredura por Sonda (SPM) Aplicada a Aços Inoxidáveis Dúplex. *REM: Revista da Escola de Minas*. 2007; 60(1): 183-187.
- 18 Dias A, Andrade MS. Atomic Force and Magnetic Force Microscopies Applied to Duplex Stainless Steels. *Applied Surface Science*. 2000; 161: 109-114.
- 19 Reis TJA, Godefroid LB, Andrade MS. Efeito de Tratamentos Isotérmicos a 475°C e a 850°C na Resistência à Fadiga de um Aço Inoxidável Duplex UNS S32304. In: *Congresso Internacional da ABM, 68º, 2012, Belo Horizonte-MG*.
- 20 Mateo A, Llanes L, Akdut N, Stolarz J, Anglada M. Anisotropy Effects on the Fatigue Behavior of Rolled Duplex Stainless Steel. *International Journal of Fatigue*. 2003; 25: 481-488.
- 21 El Bartali A, Aubin V, Degallaix S. Surface Observation and Measurement Techniques to Study the Fatigue Damage Micromechanisms in a Duplex Stainless Steel. *International Journal of Fatigue*. 2009; 31: 2049-2055.