

ESTUDIO SOBRE LA DISOLUCION DE FASE SIGMA EN UN ACERO DUPLEX S31803

Jorge L. Garin*, Rodolfo L. Mannheim, Manuel A. Camus

Dpto. de Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Santiago de Chile. Santiago, Chile

* E-mail: jorge.garin@usach.cl

Recibido: Nov-2008; Revisado: 28-Sep-2009; Aceptado: 02-Nov-2009

Publicado On-Line el 14-Jun-2010

Disponible en: www.rlmm.org

Trabajo presentado en el congreso "X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008; y se seleccionó para ser remitido a la RLMM para su arbitraje reglamentario y publicación.

Resumen

El presente trabajo describe las características microestructurales de la formación y disolución de la fase sigma en un acero dúplex del tipo S31803. El procedimiento experimental consideró el recocido de probetas con contenido de sigma, en el rango de temperatura de 1173 K a 1323 K. Los resultados de mayor relevancia del estudio indican que el proceso de reconversión de sigma en ferrita no procede en forma apreciable a temperaturas inferiores a 1173 K, mientras que el aumento de temperatura a partir de dicho punto acelera la transformación inversa hacia la fase ferrítica, alcanzando la máxima rapidez de disolución a 1323 K, donde la transformación es completa al cabo de 1 hora de tratamiento. Durante el proceso, el contenido de austenita permanece aproximadamente constante.

Palabras Claves: Acero inoxidable dúplex, Fase sigma, Microestructura, Disolución

Abstract

The present article describes the microstructural characteristics of formation and further dissolution of sigma-phase in a S31806 duplex steel. The experimental procedure was carried out by annealing of sigma-bearing specimens at temperatures within the range from 1173 K to 1323 K. The main results show that the transformation of sigma-phase into ferrite does not longer proceed at temperatures below 1173 K, while the increase of temperature above that level increases the dissolution rate, which reaches completion after heating for 1 hour at 1323 K. During the process the content of austenite remains approximately constant.

Keywords: Duplex Stainless Steel, Sigma-phase, Microstructure, Dissolution

1. INTRODUCCION

Los aceros inoxidables del tipo *dúplex* son aleaciones bifásicas basadas en el sistema hierro-cromo-níquel, cuya microestructura presenta cantidades relativas de las fases ferrita (estructura BCC) y austenita (estructura FCC), aproximadamente iguales (Gunn [1], Davis [2]). Estos materiales se caracterizan por su bajo contenido de carbono (menos de 0,03 %) y por la presencia de molibdeno, nitrógeno, cobre y tungsteno en la aleación. Los contenidos usuales de cromo y níquel se encuentran en el rango de 20 a 30 % y de 5 a 10 % respectivamente. En términos de sus aplicaciones industriales, los aceros dúplex ofrecen una atractiva combinación de propiedades, que incluyen alta resistencia mecánica y excelente resistencia al agrietamiento por corrosión bajo tensiones, en atmósferas cloruradas. Sin embargo, el

alto contenido de elementos aleantes y la existencia de una matriz ferrítica aumentan su susceptibilidad a la fragilización cuando se someten a altas temperaturas de servicio durante prolongados períodos de tiempo (Pohl *et al.* [3], Calliari *et al.* [4], López *et al.* [5]) o, en su defecto, a enfriamientos lentos (Sieurin y Sandstrom [6], Gregory y Nilson [7]). Este fenómeno debe su causa a la precipitación de fases intermedias, principalmente la denominada *fase sigma* (σ) (Pohl y Stortz [8]), la cual consiste en un compuesto intermetálico de Fe y Cr con contenidos menores de Mo. Dicha fase presenta una estructura cristalina tetragonal, tipo tP30, relacionada a una estequiometría ideal AX_2 (Sihna [9]). Dado que su composición química efectiva en las aleaciones Fe-Cr es aproximadamente Cr_6Fe_7 , los átomos de Fe y Cr se encuentran localizados desordenadamente en

las posiciones equivalentes del grupo espacial $P4_2/mnm$, con factores de ocupación fraccionarios, definiendo, así, un arreglo de poliedros del tipo Frank-Kasper (Yaquel [10,11]). La complejidad de dicho arreglo atómico involucra un gran número de enlaces covalentes direccionales, lo cual causa la rigidez del marco cristalino y, de esta forma, su nula capacidad de deformación. La fase sigma precipita inicialmente en los bordes de grano que involucran a la ferrita, y luego crece hacia el interior de dicha fase, la cual es más rica en Cr y Mo. Los contenidos relativos de Cr y Mo causan un aumento en la rapidez de precipitación de sigma y en la máxima cantidad formada; a su vez, el contenido de Ni disminuye la cantidad máxima de sigma y acelera el proceso de formación. Las principales fases encontradas en el sistema ternario Fe-Cr-Ni son las soluciones sólidas ferrita (Fe,Cr,Ni), austenita (Fe,Cr,Ni) y la fase intermedia sigma (Cr_6Fe_7). También se pueden formar otras fases tales como α' , μ , χ , η , ε y G, (Karlsson *et al.* [12]), pero su detección experimental es normalmente muy dificultosa debido a sus bajas concentraciones en la aleación. La formación de fase sigma puede ser muy perjudicial en muchas aplicaciones, debido a que fragiliza el material y permite una alta penetración de la corrosión (Badji *et al.* [13], Pohl *et al.* [3], Shek *et al.* [14], Adhe *et al.* [15], Wilms *et al.* [16], Jianchun *et al.* [17]). Esta fase nuclea preferentemente en los bordes de grano ferrita-ferrita y ferrita-austenita. Con contenidos de Fe y Cr aproximadamente equi-atómicos, sigma precipita a través de una transformación de orden-desorden de la fase alfa, mientras que menores contenidos relativos de Cr causan la formación del compuesto mediante una reacción eutectoide desde alfa a austenita y sigma (Tseng *et al.* [18]). Estas reacciones ocurren en el rango de temperaturas de 813 a 1173 K, con la máxima cinética observada en el entorno de los 1053 K (Garin *et al.* [19]), mientras que la disolución procede a temperaturas sobre 1173 K (Elmer *et al.* [20]). Dado que basta la formación de solo una pequeña cantidad relativa de este intermetálico para reducir fuertemente la ductilidad, tenacidad y resistencia a la corrosión por picado de los aceros dúplex, el fenómeno ha sido estudiado con permanente interés. Sin embargo, la literatura especializada sobre la disolución del compuesto a altas temperaturas es relativamente escasa (Elmer *et al.* [20], Wong *et al.* [21]), aún cuando el proceso reviste similar interés en el contexto de sus aplicaciones industriales. La

identificación rigurosa de las fases componentes no procede con facilidad, debido a que los precipitados intermedios son frecuentemente difíciles de observar y requieren técnicas precisas de ataque metalográfico (Jackson *et al.* [22]). En efecto, aunque la técnica de difracción de rayos X es muy útil para la identificación de las fases cristalinas presentes, las técnicas metalográficas son esenciales para lograr un adecuado entendimiento de los fenómenos de transformación en estos aceros. Aún más, la microscopía cuantitativa, donde el análisis digital de imágenes depende de la habilidad del sistema óptico para resolver la microestructura, requiere datos experimentales de alta calidad. En virtud de estas consideraciones, el presente trabajo se llevó a cabo con el propósito de determinar nuevas características microestructurales sobre la disolución de la fase sigma a altas temperaturas, en acero dúplex UNS S31803, conocido comúnmente por el AISI 2205.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las muestras utilizadas en este estudio proceden de una chapa comercial de acero dúplex, la cual se proporciona con un espesor final de manufactura igual a 5 mm. La composición química del material, determinada por espectrometría de emisión (SPECTROLAB), se detalla en la Tabla 1. Los valores obtenidos se encuentran dentro de los rangos de composición establecidos para los aceros dúplex del tipo UNS S31803 (2205), de acuerdo a la norma ASTM A 182/A 182M-90b.

Tabla 1. Composición química del material original (% en peso)

Elemento	Según norma ^a	Muestra ^b
C	0,03	0,028
Cr	21,0-23,0	20,37
Ni	4,5-6,5	6,09
Mo	2,5-3,5	3,33
Si	1,00	0,46
Mn	2,00	1,30
P	0,03	0,025
S	0,02	0,006

a: valores simples indican contenido máximo.

b: promedio de cuatro mediciones por muestra.

La caracterización microestructural cualitativa y cuantitativa de todas las probetas procedió por medio de microscopía óptica (ZEISS-AXIOTECH) y procesamiento digital de imágenes (KS300). Para

estos efectos, las superficies a ser observadas se prepararon mediante técnicas usuales de lijado, para terminar con pulidos sucesivos en alúmina de 5, 0,3 y 0,05 micras. Para revelar la microestructura del acero inoxidable dúplex se utilizó un reactivo común de ataque metalográfico, compuesto por alcohol etílico al 95 % (85 ml), ácido clorhídrico al 32 % (10 ml) y ácido nítrico al 65 % (5 ml), lo cual requiere aproximadamente tres minutos de reacción con la superficie de la probeta. Para delinear la fase sigma y eventuales componentes secundarios, se hizo uso de un ataque electroquímico (6 volts, 10 s) con solución 10 N de Hidróxido de Sodio (NaOH) (Petzow [23], Vander Voort [24]). La caracterización metalográfica se complementó por medio de microscopía electrónica de barrido y microanálisis de composición por elementos (JEOL 5410). El tratamiento térmico aplicado para inducción de fase sigma consistió en calentamiento de la probeta a 1123 K durante 24 horas, para terminar con enfriamiento en agua a temperatura ambiente. A partir de este material se obtuvieron las probetas para los tratamientos de disolución de sigma, los cuales se realizaron mediante calentamiento a 1173 K, 1223 K, 1273K y 1323 K, durante períodos de tiempo de 15 minutos cada uno. La identificación estructural de las fases en estudio se logró mediante técnicas de difracción de rayos X para agregados policristalinos. Se utilizó un difractómetro SIEMENS D5000 equipado con monocromador de grafito para el haz difractado, radiación K-alfa de cobre ($\lambda = 0,15406$ nm, 40 kV, 30 mA), rendija de divergencia de 1 mm, rendija de dispersión de 1 mm rendija receptora de 0,1 mm, geometría de Bragg-Brentano y modalidad de barrido θ - θ ; el intervalo de barrido para efectos de identificación se fijó en 30-85° (2 θ), con un paso de 0,02° y tiempo de medición de 1 s por paso. Finalmente, para efectos de referencia se midieron las durezas Rockwell C (Rc) de las probetas de trabajo.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

Los resultados logrados en esta investigación se presentan en términos de las microestructuras obtenidas en cada etapa de tratamiento de las probetas, y de la identificación de las fases presentes en cada caso, mediante difracción policristalina de rayos X. En primer lugar, en la Figura 1 se muestra la microestructura del material original, donde se comprueba la presencia equilibrada de las dos fases componentes, esto es, ferrita (zonas oscuras) y

austenita (zonas claras). Se puede observar también una orientación longitudinal de los granos de austenita, inducida por el proceso de laminación de la plancha, mientras que los granos de ferrita, de menor tamaño y aproximadamente equiaxiales, ocupan los espacios disponibles entre los primeros. Cabe notar que la dirección de laminación se ubica al azar con respecto al marco de referencia de la micrografía. La aleación sometida a tratamiento térmico de recocido para generar la precipitación de fase sigma, presenta la microestructura que se ilustra en la Figura 2. Esta micrografía se obtuvo con una muestra diferente de aquella representada en la figura anterior, por lo cual las orientaciones de los granos no guardan ninguna relación angular entre ambas figuras. Se comprueba claramente la transformación de gran parte de la fase ferrítica en fase sigma, cuya morfología denota partículas equiaxiales de bajo tamaño relativo, distribuidas uniformemente en las zonas ocupadas originalmente por los granos de ferrita. Por su parte, la matriz austenítica se encuentra libre de partículas sigma, por lo cual la distribución global de esta fase en el campo óptico es muy irregular. La baja cantidad de ferrita residual dificulta su observación entre los granos de sigma y austenita, siendo necesario, entonces, asegurar su identificación mediante difracción policristalina de rayos X.

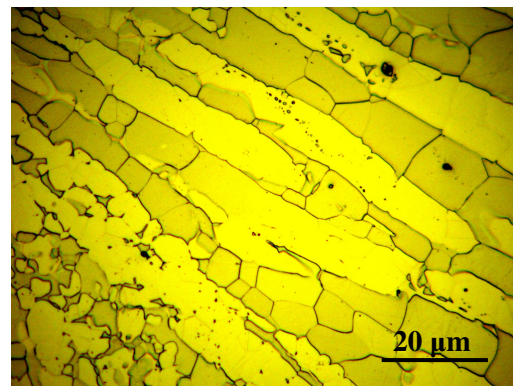


Figura 1. Microestructura del material original (500X).

Los tratamientos de recocido a altas temperaturas, efectuados para inducir la disolución de la fase sigma, originaron los resultados que se ilustran en las figuras que siguen, correspondientes a los calentamientos extremos de 1123 K y 1323 K, además de un calentamiento a la temperatura intermedia de 1273 K. La microestructura en la Figura 3 resultó de un recocido de la probeta a 1173 K durante 1 hora. En este caso se aprecia una baja

redisolución de fase sigma. Por su parte, el recocido a 1323 K durante igual periodo de tiempo, cuyo efecto se muestra en la Figura 4, origina una microestructura prácticamente libre de partículas de fase sigma, lo cual evidencia el término del proceso de disolución a temperaturas en el rango estudiado. Así, el material se compone nuevamente de las fases ferrita y austenita, las cuales aparecen en la micro fotografía como zonas claras y marrón respectivamente. La Figura 5 describe el resultado de recocer la probeta a una temperatura intermedia de 1273 K por 1 hora; en este caso se aprecia una marcada reducción relativa de fase sigma en la microestructura, a la vez que aparece una clara distribución de zonas oscuras, que indican la reformación de la fase ferrítica como consecuencia de la transformación o disolución del compuesto.

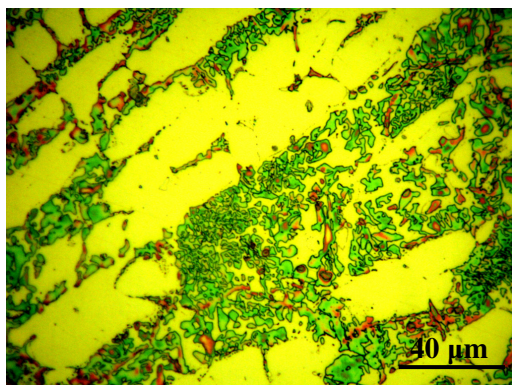


Figura 2. Precipitación de fase sigma en el material original. Recocido a 1123 K durante 24 horas (1000X).

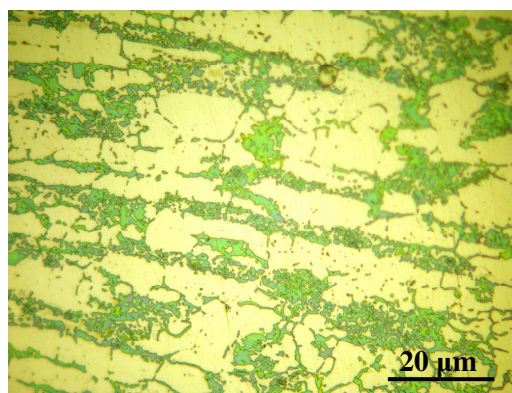


Figura 3. Microestructura de la probeta recocida a 1173 K durante 1 hora (500X).

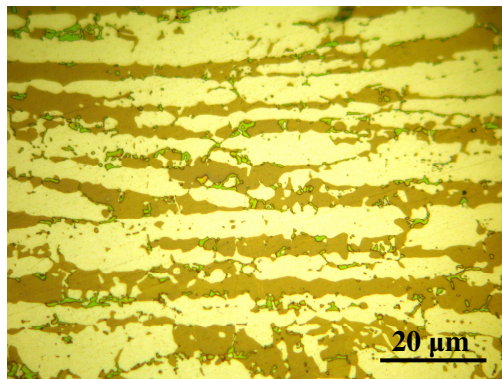


Figura 4. Microestructura de la probeta recocida a 1323 K durante 1 hora (500X).

La evolución de la disolución de sigma en términos del tiempo de calentamiento, se detalla en las microfotografías de las Figuras 6 a 9, para las probetas recocidas a 1273 K durante períodos de tiempo de 15, 30, 45 y 60 minutos. En todas las figuras se observa la presencia de fase sigma en la forma de partículas aproximadamente equi-axiales, de bajo tamaño, contrastando con un fondo claro compuesto por austenita y, en algunos casos, por zonas más oscuras que corresponden a la ferrita reprecipitada. El aumento del tiempo de recocido se manifiesta en una reducción del tamaño de las partículas de sigma, así como también en su cantidad relativa en la microestructura. Asimismo, reaparecen las zonas un tanto más oscuras, que corresponden a la fase ferrítica. La figura 6 ilustra una distribución irregular de sigma, con tamaño medio de partícula de aproximadamente 2 μm , destacando, además, zonas claras de mayor tamaño, correspondientes a la fase austenítica. La micrografía de la Figura 7 presenta una distribución menos masiva de fase sigma, con menor tamaño de partícula, ubicada preferentemente en los bordes de grano austenita-austenita y, eventualmente, austenita-ferrita reconvertida. En la Figura 8 se observa claramente la disminución de la cantidad relativa de fase sigma, destacándose la presencia masiva de austenita (zonas claras) y la fase ferrítica en tonos levemente más oscuros que los anteriores. En la Figura 9 se observa la reconversión casi completa de sigma en ferrita, la cual aparece como zonas algo mas oscuras distribuidas entre los granos de austenita. La fase sigma residual acusa partículas muy pequeñas escasamente distribuidas en la microestructura.

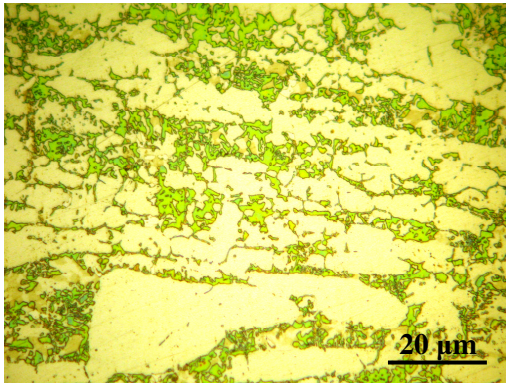


Figura 5. Microestructura de la probeta recocida a 1223 K durante 1 hora (500X).

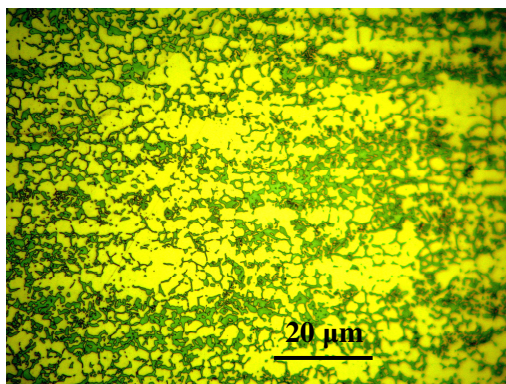


Figura 6. Microestructura de la probeta recocida a 1273 durante 15 minutos (500X).

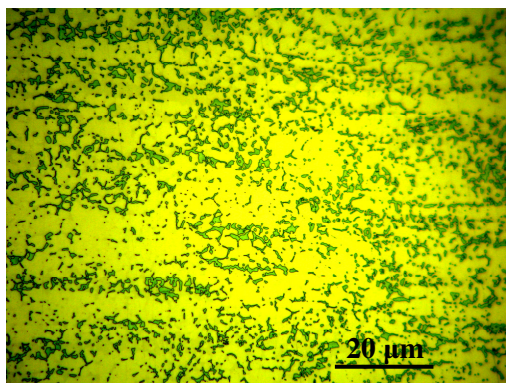


Figura 7. Microestructura de la probeta recocida a 1273 durante 30 minutos (500X).

La caracterización microestructural así descrita, se confirmó mediante la identificación estructural de las fases componentes, por difracción de rayos X para agregados policristalinos. El diagrama de difracción del material original se exhibe en la Figura 10. La distribución de máximos de difracción corresponde a las fases ferrita (ficha PDF 35-375) y austenita (ficha PDF 33-397), no detectándose otros

compuestos intermetálicos en la aleación. El difractograma de la probeta tratada térmicamente a 1123 K por 24 horas, Figura 11, acusa una fuerte formación de fase sigma, identificable mediante el conjunto adicional de líneas de difracción (ficha PDF 5-0708) que aparecen en el diagrama. Se observa una marcada disminución de la intensidad de difracción de las líneas de ferrita con respecto a aquellas de la austenita, debido a la reducción de su cantidad relativa por transformación parcial en sigma.

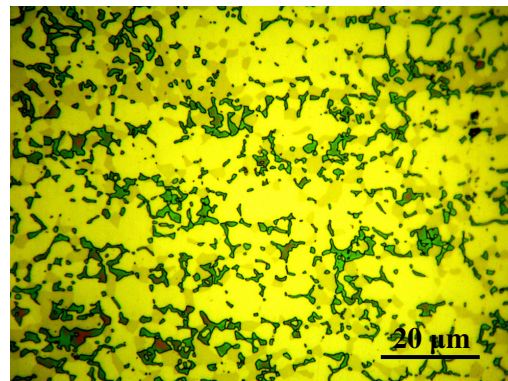


Figura 8. Microestructura de la probeta recocida a 1273 durante 45 minutos (500X).

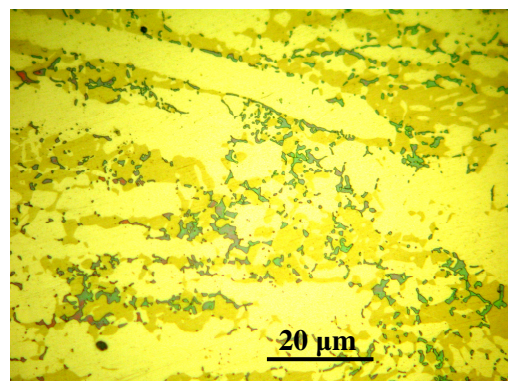


Figura 9. Microestructura de la probeta recocida a 1273 durante 60 minutos (500X).

La siguiente serie de difractogramas, incluidos en las figuras 12 a 15, corresponde a las probetas sometidas a recocido a 1273 K durante diferentes períodos de tiempo. Manteniendo en consideración el fenómeno de texturización que afecta a la fase austenítica, se puede comprobar que la intensidad relativa de las líneas correspondientes a la fase sigma disminuye con el aumento del tiempo de recocido, lo cual claramente indica el progreso de la transformación de sigma en ferrita.

Esto concuerda con las microestructuras referidas anteriormente. De manera similar, aunque en términos cualitativos debido al fenómeno de orientación preferencial, la serie de difractogramas indica que la presencia de austenita no experimenta mayores alteraciones durante la disolución de sigma. El contenido relativo de fase sigma y la dureza de las probetas iniciales y de aquellas recocidas por 1 hora, se informan en la Tabla 2. Los valores numéricos sugieren un mecanismo de formación similar a aquellos obtenidos en otros grupos de aleaciones en el sistema ternario en consideración. En efecto, trabajos recientes sobre la formación de fase sigma en aceros resistentes al calor (Garin *et al.* [25]) revelan un patrón de nucleación y crecimiento del tipo Jonson-Mehl-Avrami (Cahn [26]), que obedece a la expresión:

$$X_{\sigma} = 1 - \exp(-kt^n) \quad (1)$$

siendo X_{σ} la fracción transformada de fase sigma, t el tiempo de recocido y k y n constantes propias de cada material y proceso.

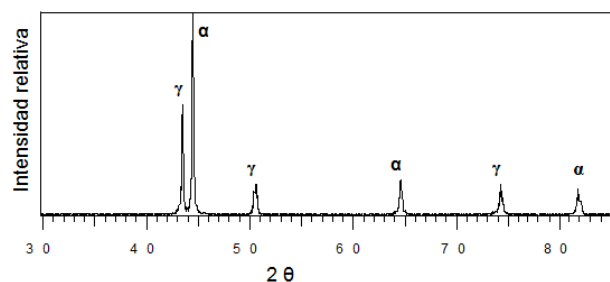


Figura 10. Diagrama de difracción de rayos X del material original.

Tabla 2. Contenido relativo de fase sigma (% vol), desviación estándar (DE) y dureza (RC) de las probetas iniciales.

Muestra	Sigma	DE	Dureza
Original	-	-	23
Recocido inicial	36,9	0,2	39
Recocido 1173 K	33,1	0,4	38
Recocido 1223 K	26,3	0,2	37
Recocido 1273 K	6,6	0,5	23
Recocido 1323 K	-	-	21

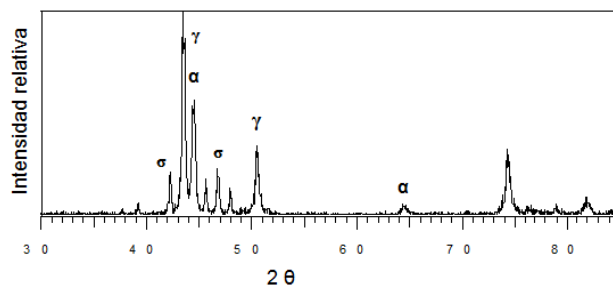


Figura 11. Diagrama de difracción de rayos X de la muestra recocida a 1123 K por 24 horas.

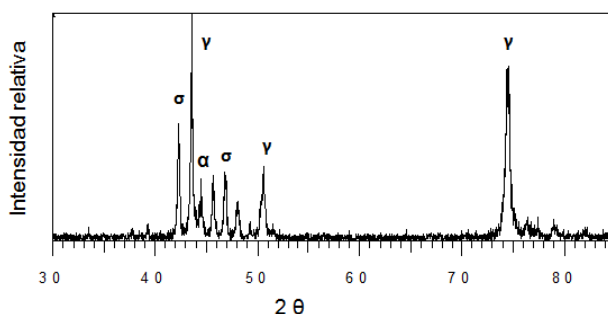


Figura 12. Diagrama de difracción de rayos X de la muestra recocida a 1273 K durante 15 minutos.

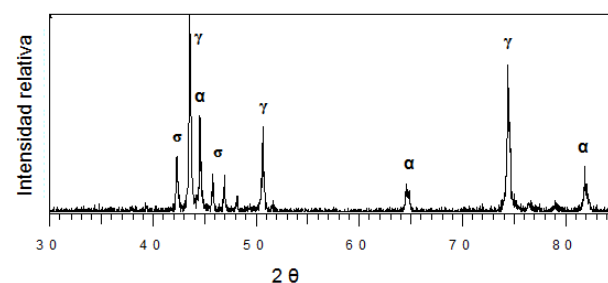


Figura 13. Diagrama de difracción de rayos X de la muestra recocida a 1273 K durante 30 minutos.

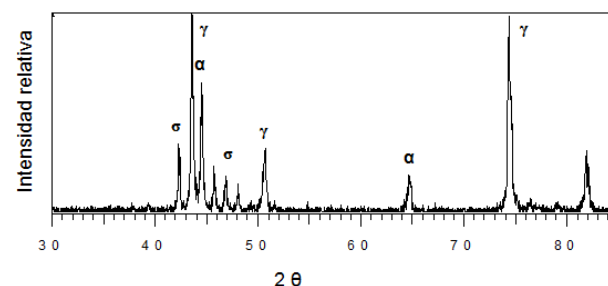


Figura 14. Diagrama de difracción de rayos X de la muestra recocida a 1273 K durante 45 minutos.

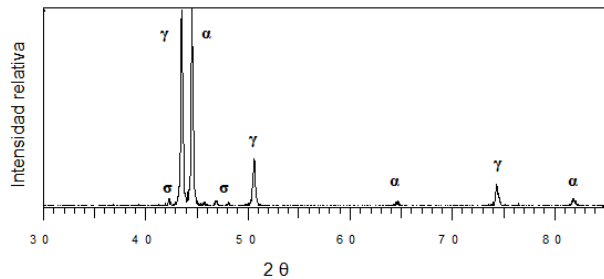


Figure 15. Diagrama de difracción de rayos X de la muestra recocida a 1273 K durante 60 minutos.

Para efectos de aplicación de la ecuación (1) a la fracción transformada de sigma, la expresión se debe modificar con el fin de que se alcance el valor de saturación a tiempos relativamente grandes o, teóricamente, infinitos. En el caso en estudio, el valor de saturación de fase sigma es de aproximadamente 40 % (vol.), por lo cual la ecuación se expresa simplemente como:

$$X_{\sigma} = 0,40[1 - \exp(-kt^n)] \quad (2)$$

Los valores de k y n se obtienen corrientemente como resultado del ajuste de la curva $\sigma(t)$ usando los puntos experimentales. Las cifras de dureza son el resultado de una matriz compuesta por austenita y ferrita en el material original (sin recocido) y en el material recocido para disolución total (1323 K). La precipitación de fase sigma en dicha matriz obviamente contribuye al aumento de dureza de la microestructura. El contenido relativo de sigma y la dureza de las probetas sometidas a recocido a 1273 K durante diferentes tiempos de calentamiento, se detallan en la Tabla 3. Los porcentajes decrecientes de sigma con el incremento en el tiempo de recocido a esa temperatura, indican el progreso de la transformación inversa a la formación, la cual procede mediante reconversión del compuesto en ferrita.

Tabla 3. Contenido relativo de fase sigma (% vol), desviación estándar (DE) y dureza (RC) en las probetas recocidas a 1273 K.)

Tiempo (min)	Sigma	DE	Dureza
15	32,8	0,3	37
30	16,1	0,5	30
45	13,0	0,4	27
60	6,6	0,6	23

4. CONCLUSIONES

Los resultados del presente trabajo aportan nuevos conocimientos sobre la formación y disolución de la fase sigma en acero dúplex del tipo 2205 al ser sometido a tratamientos de recocido a temperaturas en el rango de 1173 a 1323 K. El fenómeno de formación de sigma ocurre claramente a temperaturas cercanas a 1123 K, donde la fase en estudio aparece inicialmente por medio de nucleación y crecimiento, con distribución masiva a lo largo de bordes de grano entre las zonas de ferrita y austenita, para luego migrar hacia el dominio ferrítico, disminuyendo, así, la cantidad relativa de ferrita en la microestructura. Por su parte, el fenómeno de disolución del compuesto se inicia a temperaturas comprendidas entre 1173 y 1223 K, alcanzando mayores razones de transformación en el entorno de 1273 K, para asegurar su desaparición completa a 1323 K. Finalmente, la dureza del material sigue una relación lógica con el contenido de fase sigma, esto es, a menor cantidad relativa del compuesto en la aleación, bajan significativamente las cifras de dureza.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus agradecimientos a la Universidad de Santiago de Chile (USACH) y al Fondo Nacional de Investigación Científica y Tecnológica (FONDECYT), Proyecto N° 1085053, por el apoyo institucional y financiero otorgado para la realización de esta investigación. Se agradece también la colaboración experimental de la Sra. Alicia Durán C., Srta. Gladys Olivares R. y Sr. Felipe Gutiérrez P.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Gunn RN, *Duplex Stainless Steels*, Cambridge (Inglaterra): Abington Publishing, 1997, p. 1-304.
- [2] Davis JR, *Stainless Steels*, Metals Park (Estados Unidos): ASM International, 1994, 14-65.
- [3] Pohl M, Stortz O, Glogowski T. *Mater. Charact.* 2007; **58**: 65-71.
- [4] Calliari I, Zanesco M, Ramous E. *J. Mater. Sci.* 2006; **41**: 7643-7649.
- [5] López N, Cid M, Puigali M. *Corros. Sci.* 1999; **41**: 1615-1631.

- [6] Sieurin H, Sandstrom R. *Mater. Sci. Eng.* 2007; **444A**: 271-276.
- [7] Gregory A, Nilson JO. *Metal. Mater. Trans.* 2002; **33A**: 1009-1018.
- [8] Pohl M, Stortz O. *Z. Metallkd.* 2004; **95**: 631-638.
- [9] Sihna AK, *Prog. Mater. Sci.* 1972; **15**: 104-109.
- [10] Yaquel HL, *Acta Crystallogr.* 1983; **B39**: 20-28.
- [11] Yaquel HL, *Acta Crystallogr.* 1983; **B39**: 28-33.
- [12] Karlsson L, Ryen L, Pak S. *Weld. J.* 1995; **74**: S28-S40.
- [13] Badji R, Bouabdallah M, Bacroix B, Kahloun C, Belkessa B, Maza H. *Mater. Charact.* 2008; **59**: 447-453.
- [14] Shek CH, Li DJ, Wong KW, Lai JKL. *Mater. Sci. Eng.* 1999; **266A**: 30-36.
- [15] Adhe KN, Kain V, Madangopal K, Gadiyar HS. *J. Mater. Eng. Perform.* 1996; **5**: 500-506.
- [16] Wilms ME, Gadgil VJ, Krougman JM, Kolster BH. *Mater. High Temp.* 1991; **9**: 160-166.
- [17] Jianchun L, Tijan W., Riquier Y. *Mater. Sci. Eng.* 1988; **A174**: 149-156.
- [18] Tseng CC, Shen Y, Thompson S, Mataya M, Krauss G. *Metal. Mater. Trans.* 1994; **25A**: 1147-1158.
- [19] Garin JL, Mannheim RL, Manríquez F. *Rev. Metal.* 2008; **44**: 355-366.
- [20] Elmer JW, Palmer TA, Specht ED. *Mater. Sci. Eng.* 2007; **459**: 151-155.
- [21] Wong KW, Shek CH, Zhang W, Lai JKL. *Mater. Lett.* 2008; (accepted, available on line).
- [22] Jackson E, Deviser PE, Cornish LA. *Mater. Charact.* 1993; **31**: 185-190.
- [23] Petzow G, *Metallographic Etching*, Metals Park (Estados Unidos): ASM Internacional, 1999, 185-189.
- [24] Vander Voort GF. *Metallography and Microstructures*, Metals Park (Estados Unidos) : ASM Internacional, 2004, p. 632-655.
- [25] Garin JL, Mannheim RL. *J. Mater. Process. Technol.* 2008; **209**: 3143-3148.
- [26] Cahn RW, Haasen P. *Physical Metallurgy*, Amsterdam (Holanda): North Holland, 1996, p. 2421-2425.