

QUANTIFICAÇÃO DE AUSTENITA POR MEIO DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E MAGNETIZAÇÃO DE SATURAÇÃO EM UM AÇO INOXIDÁVEL SUPERMARTENSÍTICO¹

Reny Angela Renzetti²

Felipe Lucas Sicupira³

Maria José Ramos Sandim⁴

Hugo Ricardo Zschommler Sandim⁴

Dagoberto Brandão Santos⁵

Resumo

O bom desempenho mecânico do aço inoxidável supermartensítico (AISM) depende fortemente da fração volumétrica de austenita retida a temperatura ambiente. Este trabalho visou analisar o efeito da variação das temperaturas de revenimento secundário em um AISM na quantificação das fases por difração de Raios X (método de Rietveld) e magnetização de saturação. As amostras foram revenidas durante 1 h nas temperaturas de 600, 650, 700, 750 e 800°C. A microestrutura foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura. As amostras também foram submetidas a testes de microdureza Vickers. A análise termodinâmica pelo Thermo-CalcTM foi utilizada na previsão das fases em equilíbrio. A fração de austenita retida diminui com o aumento da temperatura de revenimento secundário. Houve boa concordância entre os métodos de quantificação.

Palavras-chave: Austenita retida; Revenimento secundário; Difração de Raios X; Magnetização de saturação

AUSTENITE QUANTIFICATION THROUGH X-RAY DIFFRACTION AND SATURATION MAGNETIZATION IN A SUPERMARTENSITIC STAINLESS STEEL

Abstract

The good performance of supermartensitic stainless steel (SMSS) is strongly dependent on the volume fraction of retained austenite at room temperature. This work aimed to analyze the effect of variation of secondary tempering temperatures in the phase transformation and evaluate the phase quantification by X-ray diffraction and saturation magnetization. The steel samples were tempered at 600, 650, 700, 750 and 800°C for 1 h. The microstructure was characterized by optical scanning and electron microscopy. Vickers microhardness measurements were also carried out. Computational thermodynamic analysis by Thermo-CalcTM was used to predict the phases in equilibrium. It was concluded that the retained austenite amount decreased with the increasing in secondary tempering temperature in both quantification methods.

Keywords: Retained austenite; Secondary tempering; X- ray diffraction; Saturation magnetization.

¹ *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Professora Dr^a da Universidade Federal de Itajubá - UNIFEI/campus Itabira.*

³ *Aluno de Graduação em Engenharia Metalúrgica no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.*

⁴ *Professor, Dr. do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia – Lorena, EEL/USP.*

⁵ *Sócio da ABM - Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG*

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis supermartensíticos (AISM) possuem aplicação na exploração de petróleo e gás, linhas de condução (*line pipe*) e são de grande importância para operação segura de materiais estruturais, tais como pás de turbinas, reatores nucleares, pontes e outras grandes estruturas.⁽¹⁻³⁾ Apesar da baixa quantidade de carbono, os AISM apresentam alta resistência e tenacidade, boa soldabilidade e resistência à corrosão.^(1,4) Além disso, são economicamente mais viáveis quando comparados aos aços do tipo Super Duplex para uma mesma aplicação.^(1,2)

O bom desempenho mecânico desses aços depende da quantidade de austenita retida estabilizada à temperatura ambiente. A fim de se obter a microestrutura necessária de martensita revenida e austenita retida, o tratamento térmico desse aço consiste, basicamente, em austenitização seguida de resfriamento rápido à temperatura ambiente para a formação de martensita, e revenimento único ou duplo.⁽⁵⁾ Contudo, como o revenimento é realizado em altas temperaturas, na faixa de 600°C a 800°C, a martensita começa a se transformar em austenita⁽⁶⁾. Surge então a importância de uma quantificação precisa da austenita presente nessas condições. Métodos experimentais para quantificação relatados na literatura incluem difração de raios-X,^(3,6) dilatométrica,⁽⁵⁾ e medidas magnéticas.^(3,5,7,8) No trabalho em questão foram utilizados os métodos de difração de raios-X e medidas magnéticas.

O tratamento de dados obtidos na difração pode ser realizado através do método Rietveld, no qual o difratograma calculado com base na estrutura cristalina é refinado para que se aproxime corretamente do difratograma observado. Para isso, o ajuste é feito através de parâmetros fundamentais ou de funções como Gauss, Shifted Chebyshev ou Pseudo-Voigt para modelagem dos picos.⁽⁹⁾

A análise quantitativa das fases nos aços inoxidáveis também pode ser realizada através de medidas de sua resposta a campos magnéticos, uma vez que, enquanto a ferrita e a martensita são ferromagnéticas, a austenita é paramagnética. As fases ferromagnéticas são divididas em domínios magnéticos com orientações variadas do vetor de magnetização. À medida que o material é submetido a um campo de alta magnitude, inicia-se o processo de crescimento e aniquilação dos domínios magnéticos até a magnetização de saturação M_s .^(10,11) Nesse estágio, os vetores magnéticos encontram-se na mesma direção do campo magnético e o material está magnetizado.^(5,11)

O objetivo deste trabalho foi caracterizar microestruturalmente um aço inoxidável supermartensítico submetido ao revenimento secundário em temperaturas diferentes e avaliar a utilização dos métodos Rietveld e magnetização de saturação na determinação da fração volumétrica de austenita retida presente.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho foi utilizado um aço inoxidável supermartensítico de procedência industrial, cuja composição é listada na Tabela 1. O material foi recebido na condição temperado e revenido, com microestrutura de martensita revenida e austenita.

Tabela 1. Composição do aço utilizado (%massa)

Al	C	Cr	Cu	Mn	Mo	N	Nb	Ni	Si	Ti	V
0,02	0,02	11,6	0,08	0,44	1,88	0,03	0,02	6,24	0,27	0,13	0,04

As amostras do aço foram submetidas a um revenimento secundário durante 1 h em cinco temperaturas diferentes: 600°C, 650°C, 700°C, 750°C e 800°C. O resfriamento foi realizado no próprio forno. Posteriormente, as amostras foram preparadas de maneira convencional até o polimento com pasta de diamante de 1 µm para análise metalográfica. No ataque químico utilizou-se o reativo de Villela. A análise microestrutural foi registrada através de microscopia eletrônica de varredura.

As medidas de microdureza Vickers foram realizadas com carga de 2,9 N (300 g) a fim de verificar variação da fração volumétrica de austenita retida a partir do comportamento mecânico.

A fim de levantar as fases em equilíbrio do aço supermartensítico em função da temperatura de tratamento térmico, realizou-se uma simulação na versão 5 do software Thermo-Calc™, base de dados TCFE4.

A análise quantitativa da austenita retida também foi realizada a partir do software GSAS, interface EXPGUI, utilizando-se o método de Rietveld. O refinamento empregado foi uma adaptação e complementação daquele proposto por Gualtieri,⁽¹²⁾ no qual as funções Shifted Chebyshev e Tipo 2 (Pseudo Voigt) foram usadas para refinar o ruído de fundo (*background*) e ajustar os picos de difração, respectivamente. Para correções de orientação preferencial foram usados harmônicos esféricos de ordem 8 e refinamento dos parâmetros de March-Dollase para os picos que apresentaram problemas durante o ajuste. Todos os picos de austenita e martensita foram refinados simultaneamente para quantificação.

As amostras duplamente revenidas para os testes de magnetização foram cortadas na forma de cubos com massa máxima de 50 mg. O corte foi realizado em uma cortadeira de baixa velocidade (200 rpm). As medidas de magnetização foram realizadas em um PPMS (*Physical Property Measurement System*) na temperatura de 300 K. As amostras estavam inicialmente desmagnetizadas e a medida foi realizada partindo-se de um campo aplicado igual a zero até um campo máximo de 15 kOe. Posteriormente, o campo foi reduzido até zero e seu sentido invertido para a obtenção do *loop* de histerese. A taxa de variação do campo aplicado foi de 0,4 kOe/min para os campos entre 0 e 0,5 kOe, de 1,8 kOe/min para os campos entre 0,5 e 5 kOe e 10 kOe/min para os campos acima de 5 kOe.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Simulação no Thermo-Calc™

O diagrama de equilíbrio, representado na Figura 1, foi obtido a partir da simulação do Thermo-Calc™, para a composição do aço descrita na Tabela 1.

A Figura 1 descreve que no intervalo de temperatura de aproximadamente 800°C a 1.100°C coexistem austenita (FCC_A1) e nitreto de titânio (FCC_A1#2). Posteriormente, à medida que a temperatura decresce, formam-se, em sequência, carbonitreto de titânio (FCC_A1#3), fase intermetálica CHI_A12, ferrita (BCC_A2) e composto intermetálico de nióbio (NBNI3). Para obter uma máxima quantidade de martensita é necessário um balanço da composição química pela adição de elementos estabilizantes da austenita.⁽⁴⁾ Segundo Leem et al.,⁽¹³⁾ o níquel é o

principal elemento responsável pela estabilização da austenita em um aço de composição semelhante à deste trabalho. Assim, é necessário adicionar este elemento para garantir a formação de uma quantidade adequada de austenita.

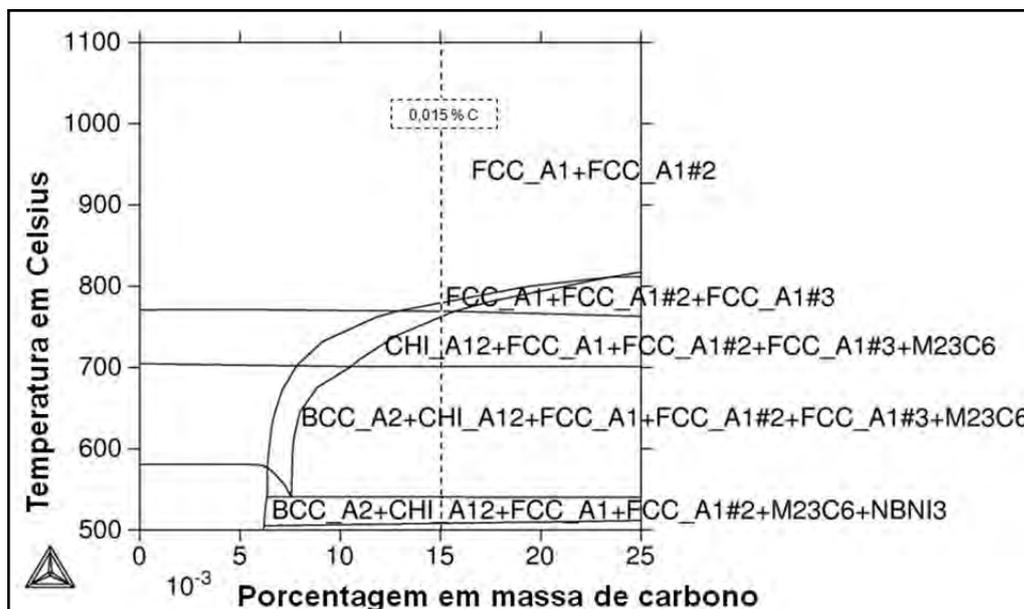


Figura 1. Diagrama de equilíbrio do aço supermartensítico em função do teor de carbono.

De acordo com o diagrama de equilíbrio do aço supermartensítico em questão, haverá a formação de carboneto do tipo $M_{23}C_6$ e carbonitreto de titânio abaixo de $750^{\circ}C$ e $820^{\circ}C$, respectivamente.

3.2 Caracterização Metalográfica

As micrografias do aço na condição de como recebido são ilustradas na Figura 2. O formato cúbico do carbonitreto de titânio, caracterizado pelo estudo de Pereira, Boehs e Guesser,⁽¹⁴⁾ foi verificado na micrografia da figura 2(a). Segundo Rodrigues et al.,⁽¹⁵⁾ essas precipitações finas de carboneto de titânio possuem grande influencia nas boas propriedades mecânicas do AISM. Além disso, foi possível verificar a presença do carboneto de cromo do tipo $M_{23}C_6$ na micrografia da Figura 2(b). Sendo assim, a constatação de carbonetos nas micrografias do aço no estado original, temperado e revenido, está coerente com a simulação feita pelo Thermo-CalcTM.

A Figura 3 ilustra uma microestrutura de martensita revenida em todas as amostras. A austenita, de acordo com Bilmes, Solari e Llorente⁽²⁾ apresenta-se, após o revenimento, na forma de plaquetas entre as ripas de martensita e em contornos grãos da austenita prévia. Ela é identificada nas imagens por estruturas salientes e de coloração mais clara em relação à matriz martensítica.

As Figuras 3 e 4 ilustram as micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das amostras revenidas a $600^{\circ}C$, $700^{\circ}C$ e $800^{\circ}C$, respectivamente.

3.3 Difração de Raios-X

O difratograma do aço no estado original temperado e revenido é representado na Figura 5 (a); percebe-se a presença de austenita e uma quantidade significativa de martensita, como já observado nas micrografias das

Figuras 2-4. A simulação do Thermo Calc™ prevê a formação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ a altas temperaturas de revenimento e partículas destes compostos foram observadas na microestrutura ilustrada na Figura 2. No entanto, estes precipitados não foram detectados pela difração de raios-X, o que sugere uma fração volumétrica abaixo de 3%.⁽⁹⁾

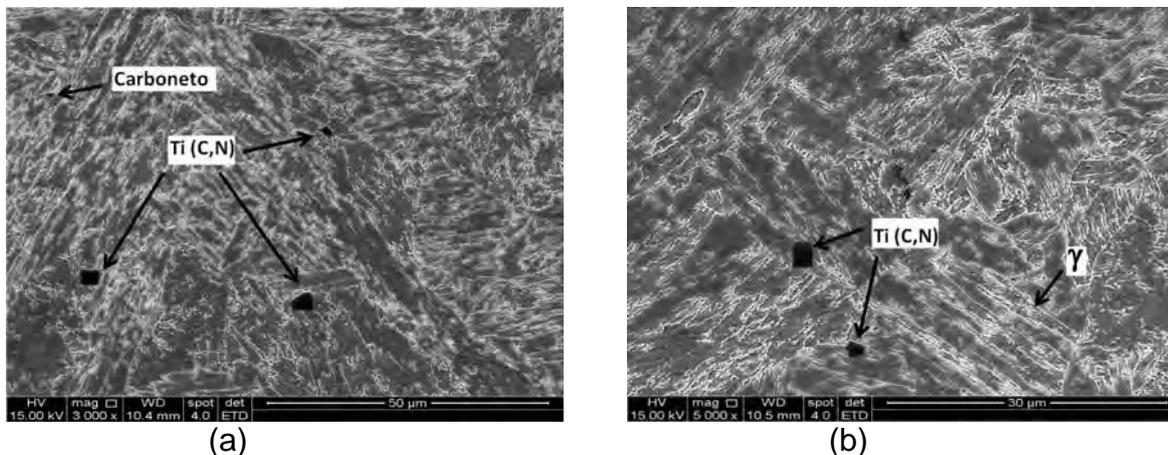


Figura 2. (a,b) Micrografias do aço no estado original. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque reativo de Villela.

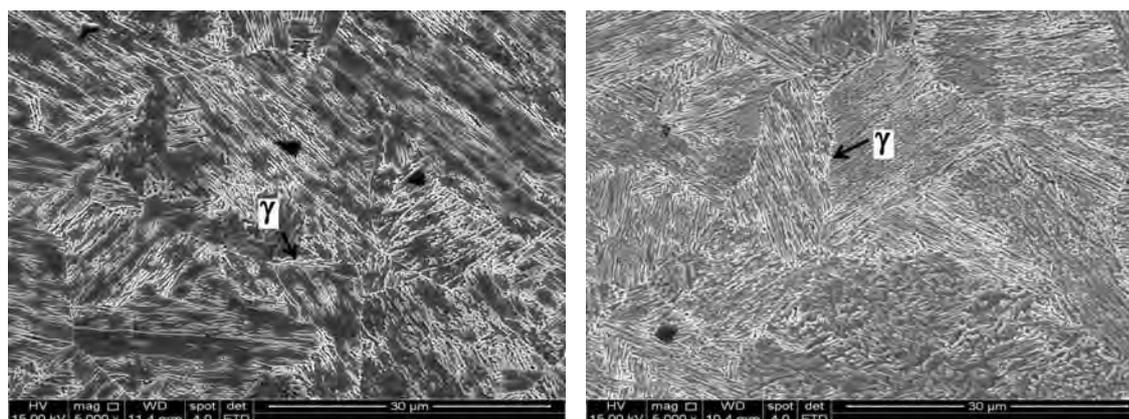


Figura 3. Microscopia eletrônica de varredura das amostras após revenimento secundário durante 1 h a (a) 600°C e (b) 700°C. Ataque com reativo de Villela.

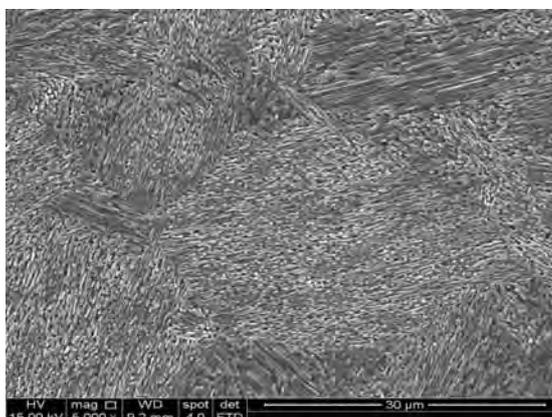


Figura 4. Microscopia eletrônica de varredura da amostra após revenimento secundário durante 1 h a 800°C. Ataque com reativo de Villela.

Após o revenimento secundário, verificou-se que a fração volumétrica de austenita decresce à medida que a temperatura de tratamento aumenta. Isso pode ser comprovado nos difratogramas da Figura 5(b).

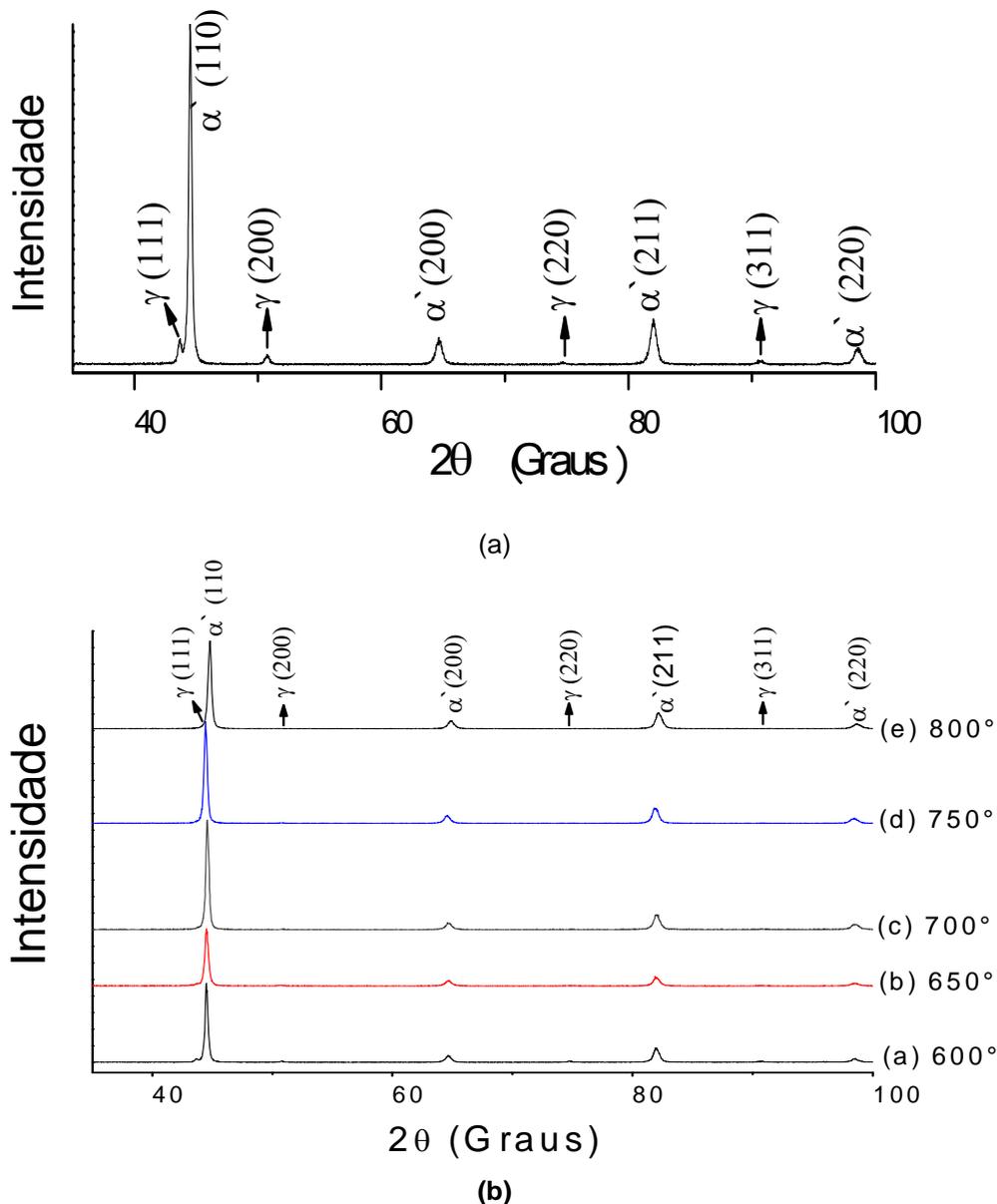


Figura 5. Difratogramas obtido para as amostras (a) estado original e (b) após revenimento secundário durante 1 h de 600°C a 800°C.

Na Figura 5 percebe-se que os picos de difração da austenita (111), (200), (220), e (311) apresentaram intensidades muito baixas quando comparados aos picos de martensita α' em todas as condições de revenimento e, praticamente, não aparecem nos revenimentos superiores a 600°C. A temperatura M_i do aço, na qual a austenita inicia a transformação espontânea em martensita, foi calculada com base na composição do aço a partir da equação 1.⁽¹⁾ O valor encontrado foi 90°C.

$$M_i(^{\circ}\text{C}) = 540 - 497\%C - 6,3\%Mn - 36,3\%Ni - 10,8\%Cr - 46,6\%Mo \quad (1)$$

O método de extrapolação do parâmetro de rede da austenita (a_γ), juntamente com a equação (2)⁽⁹⁾ foram utilizados para calcular o teor de carbono na austenita retida (C_γ).

$$C_\gamma = (a_\gamma - 3,578)/0,033 \quad (2)$$

Considerando que os elementos químicos permanecem na austenita após o tratamento térmico, utilizou-se o teor de carbono calculado na equação 2 para determinação do M_i desta fase através da equação 1. O valor encontrado, -111°C , está de acordo com os trabalhos de Bilmes *et al.*⁽²⁾ (-78°C) e justifica a estabilidade da austenita à temperatura ambiente.

Apesar de a simulação do Thermo-CalcTM, representada na Figura 1, prever uma microestrutura predominantemente austenítica em altas temperaturas, observou-se nos difratogramas da Figura 5 uma diminuição da fração volumétrica de austenita retida com o aumento da temperatura de revenimento. Segundo Leem *et al.*⁽¹²⁾ à medida que a temperatura de tratamento aumenta, uma maior quantidade de austenita reversa é formada, o que leva à diminuição na concentração de níquel dessa fase. Como consequência, ocorre um aumento na temperatura M_i e uma redução da estabilidade da austenita. Assim, haverá maior formação de martensita e consequente diminuição da fração volumétrica de austenita estabilizada à temperatura ambiente. De acordo com a literatura, essa diminuição só acontece a partir de uma temperatura de tratamento em torno de 600°C .⁽¹³⁾

A diminuição da quantidade de austenita também pode ser evidenciada pelas medidas de microdureza das amostras revenidas, representadas na Figura 6.

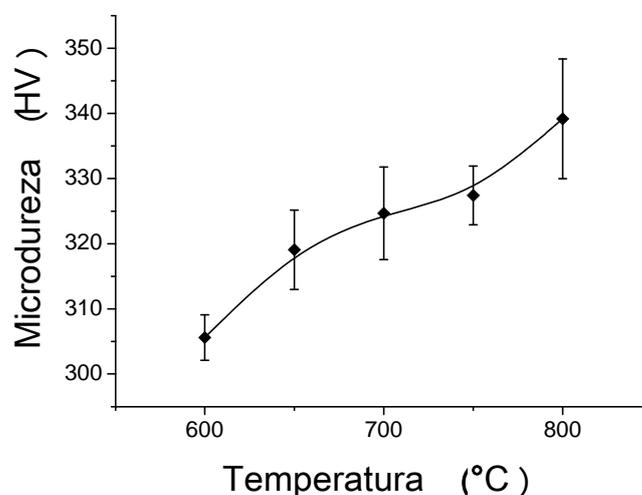


Figura 6. Microdureza das amostras em função da temperatura de revenimento.

A Figura 6 descreve o aumento da microdureza com o aumento da temperatura de revenimento, este se deve a uma maior fração de martensita. É importante salientar que parte dessa martensita é resultante da transformação da austenita reversa no resfriamento até a temperatura ambiente.

3.4. Medidas magnéticas

A magnetização de saturação foi calculada por meio das curvas iniciais de magnetização em função do campo aplicado mostradas na Figura 7. A diferença na

magnetização de saturação das amostras está diretamente relacionado com a fração de volume de austenita retida não magnética.^(3,5) Isso é devido ao fato de a ferrita, assim como a martensita e a cementita, serem ferromagnéticas abaixo da temperatura de Curie (para ferrita pura $T_c = 770^\circ\text{C}$ e para cementita $T_c = 210^\circ\text{C}$).⁽¹⁶⁾

Na região próxima à saturação, um campo magnético mais intenso é requerido para produzir um aumento relativamente pequeno na magnetização. Esse comportamento está associado a efeitos microestruturais e depende da rotação e reorientação dos *spins*.^(3,10,17) A aproximação da saturação é usualmente descrita pela equação 3,⁽¹¹⁾

$$M = M_s \left(1 - \frac{a}{H} - \frac{b}{H^2} \right) \quad (3)$$

Sendo H o campo aplicado, M a magnetização e M_s a magnetização de saturação. Os parâmetros a (em Am^{-1}) e b (em A^2m^{-2}) são constantes positivas. Os ajustes foram realizados em um campo partindo de 4500 até 15000 Oe. Na Tabela 2 são mostrados os valores de magnetização de saturação (M_s) e a fração de austenita retida em função da temperatura de revenimento. Quanto maior for a fração da fase ferromagnética, maior será o valor da magnetização de saturação.

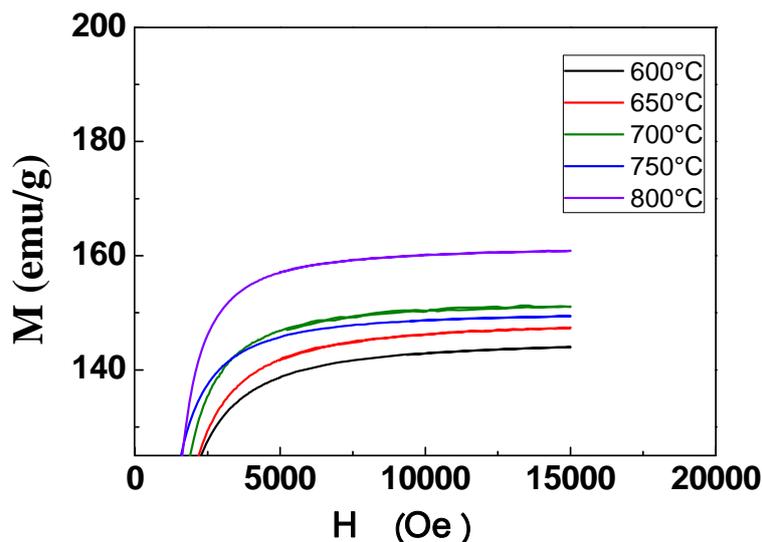


Figura 7. Curva inicial de magnetização (M) em função do campo aplicado (H) para diferentes condições de revenimento.

Tabela 2: Magnetização de saturação (M_s) e fração de austenita retida (f_y) das amostras em função da temperatura de revenimento

Amostra	M_s (emu/g)	f_y
600°C	146	0.13610
650°C	149	0.11834
700°C	152	0.10059
750°C	151	0.10651
800°C	161	0.04734

Com base nos valores da magnetização de saturação foi determinada a fração de austenita retida (f_y) em cada amostra de acordo com a equação 4,

$$f_{\gamma} = \frac{M_s^{\alpha} - M_s}{M_s^{\alpha}} \quad (4)$$

sendo M_s^{α} a magnetização de saturação de uma amostra totalmente ferrítica e M_s a magnetização de saturação da amostra em questão. O valor de M_s^{α} utilizado foi 169 Am²/Kg de um aço inoxidável supermartensítico de composição semelhante ⁽⁵⁾.

3.5 Comparação dos Resultados Obtidos pelos Métodos de Difração de Raios X e Medidas Magnéticas

Os resultados da quantificação de austenita retida pelos métodos de Rietveld e magnetização de saturação estão representados na Tabela 3. Para melhor análise da variação da fração de austenita retida com o aumento da temperatura e comparação entre os métodos, as medidas foram plotadas na Figura 8.

A difração de raios-X tem limitações quanto à sua aplicação prática que influenciam as intensidades dos picos. A textura das amostras pode interferir no resultado, pois a intensidade dos picos é calculada considerando que os cristais estão orientados aleatoriamente, de modo que se a amostra possuir orientação preferencial, os picos correspondentes a essa orientação serão favorecidos ^(10,18).

O tamanho médio dos grãos está associado ao efeito da microabsorção, que causa diferenças na intensidade dos feixes devido aos diferentes coeficientes de absorção das fases. ⁽¹⁵⁾ As condições da amostra, como tensão na superfície, rugosidade, ou limitações instrumentais e métodos de análise também exercem influência nos resultados. ^(3,11) Além disso, a profundidade da penetração na análise XRD é limitada por vários μm e por isso a informação obtida é restrita a superfície da região. ^(5,7) Uma quantidade muito baixa de austenita retida dificulta sua quantificação por difração de raios-X, pois, como acontece no difratograma da amostra tratada a 800°C, os picos de austenita se confundem com o ruído de fundo. ⁽¹⁷⁾

Especificamente na quantificação da fração de austenita através da análise da saturação de magnetização, as técnicas magnéticas são mais eficazes que XRD ou metalografia, ⁽³⁾ já que a saturação de magnetização é uma propriedade que depende da composição química e das fases presentes no material, mas não de outras características microestruturais como textura ou defeitos cristalinos. ^(19,20)

Tabela 3 Fração volumétrica de austenita retida para as diferentes temperaturas de revenimento secundário através de dois métodos de quantificação

Temperatura de Revenimento (°C)	Porcentagem γ (%vol.)	
	Rietveld (software GSAS)	Medidas Magnéticas
600	7,2	13,6
650	4,6	11,8
700	2,5	10,1
750	1,9	10,6
800	0,9	4,7

A diminuição da quantidade de austenita com o aumento da temperatura de revenimento secundário pode ser notada em ambas as curvas representadas na Figura 8.

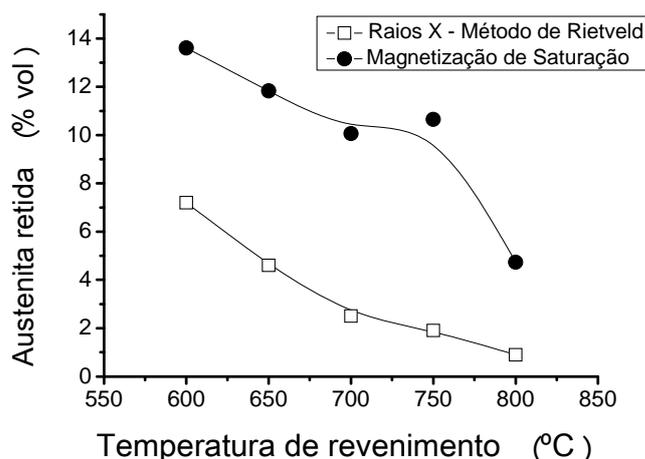


Figura 8. Variação da fração volumétrica de austenita retida com a temperatura de revenimento secundário segundo os dois métodos de quantificação utilizados.

Na Tabela 3 e Figura 8 observa-se que os resultados das medidas magnéticas diferem razoavelmente dos obtidos pelo método de quantificação Rietveld. Nesse estudo o valor de M_s^α , utilizado para cálculo da fração de austenita pela equação 4, corresponde ao de um aço de composição semelhante ao deste trabalho. Isso pode ser uma fonte de erro responsável pela diferença entre as quantificações obtidas pela difração de raios-X e medidas magnéticas.

O método de magnetização de saturação pode apresentar interferências. Segundo Tavares et al.,^(21,22) o valor magnetização de saturação pode ser influenciado pelo efeito de magnetostricção, já que a magnetização da martensita α' pode ser afetada por tensões residuais resultantes desse efeito. Além disso, teores elevados de cromo, níquel e molibdênio diminuem o momento magnético do ferro e, conseqüentemente, o valor da magnetização de saturação. No presente estudo, o efeito dos elementos de liga na matriz é, aparentemente, mais pertinente, pois se obteve maior fração de austenita retida pelo método magnético se comparado com o de difração de raios-X.

4 CONCLUSÕES

- A análise por meio de MEV/EDS de carbonetos $M_{23}C_6$ e carbonitretos de titânio na microestrutura é coerente com a simulação termodinâmica realizada através do software Thermo-Calc™.
- Os difratogramas e as medidas magnéticas das amostras submetidas ao revenimento secundário indicaram uma diminuição da fração volumétrica de austenita retida com o aumento da temperatura de revenimento. Essa tendência também foi verificada pelo aumento nas medidas de microdureza Vickers.
- Os fatores relevantes na condição da amostra para quantificação por difração de raios-X são mais difíceis de controlar que para a medida magnética. Portanto, é proposto que os dados obtidos por medidas magnéticas são mais confiáveis.

Agradecimentos

Os autores agradecem à FAPESP, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pelo apoio financeiro - Projeto FAPESP Multi-Usuários 2009/54001-2; ao CNPQ, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, pela concessão de bolsa de I.C. para o aluno F.L.S.

REFERÊNCIAS

- 1 CARROUGE, D. Transformation in Supermartensitic Stainless Steels. 2002. Tese, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, United Kingdom. 2002. 195 pp.
- 2 BILMES, P.D.; SOLARI M.; LLORENTE, C.L. Characteristics and Effects of Austenite Resulting from Tempering of I3CrNiMo Martensitic Steel Weld Metals. *Materials Characterization*, v. 46, n. 4, p. 285-296, 2001.
- 3 KVALLE, P.E.; OLSEN, S. Experience with supermartensitic stainless steels in flow applications. *Stainless Steels 99 Conference*. p. 19-26, SSW99-202.
- 4 LAGE, M. G. Microestrutura e deformação a quente de um aço DIN X20CR13 na laminação de tubos sem costura. 2008. 102 p. Dissertação, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008. 102 pp.
- 5 BOJACK, A. *et al.* In-situ determination of austenite and martensite formation in 13Cr6Ni2Mo supermartensitic stainless steel. *Materials Characterization* 71(2012) 77-86.
- 6 RODRIGUEZ, T.F.M. *et al.* Quantificação de austenita retida por meio de difração de raios-X. In: 66^o CONGRESSO ANUAL DA ABM, 2011, São Paulo, SP, p. 1780-1791.
- 7 DA SILVA, G.F. *et al.* Influence of heat treatments on toughness and sensitization of a Ti-alloyed supermartensitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, v. 46, n, p. 7737-7744, December 2011.
- 8 MUMTAZ, K. *et al.* Magnetic measurements of martensitic transformation in austenitic stainless steel after room temperature rolling. *Journal of Materials Science*, v. 39, p. 85-97, 2004.
- 9 CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. Elements of X-Ray Diffraction. 3rd edition New Jersey: Prentice Hall, 2001, p. 351-355.
- 10 ZHAO, L. *et al.* Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels. *Materials Science and Engineering A*, v.313, p. 145-152, 2001.
- 11 RENZETTI, R.A. *et al.* Annealing effects on microstructure and coercive field of ferritic-martensitic ODS Eurofer steel. *Materials Science and Engineering A* v. 528, p. 1442-1447, 2011.
- 12 SANTOS, Carlos de Oliveira Paiva. Aplicações do Método de Rietveld e potencialidades do Método de Scarlett-Madse. Instituto de Química, UNESP; maio, 2009. Disponível em: http://labcacc.iq.unesp.br/publicacoes/aplic/Aplicacoes_do_Metodo_de_Rietveld.pdf
Acesso: em 25 de março de 2010.
- 13 LEEM, D.S. *et al.* Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si stainless steel. *Scripta Materialia*, v. 45, p. 767-772, 2001.
- 14 PEREIRA, A.A.; BOEHS L.; GUESSER, W.L.A. Influência das inclusões na usinabilidade. 15^o Simpósio do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, 2005, Uberlândia, Minas Gerais. 10 pp.
- 15 RODRIGUES, C.A.D. *et al.* Titanium and molybdenum content in supermartensitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v.460-461, p. 149-162, 2007.
- 16 CULLITY, B.D. Introduction to Magnetic Materials, AddisonWesley, Reading, MA, 1972.
- 17 MARTIN, R.V.; LANDGRAF, F.J.G.; GOLDENSTEIN, H.; CUMINO, R.; CAMPOS, M.F. Estimativa de austenita retida em aços temperados e revenidos por métodos

- magnéticos. 17° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15-19 de novembro de 2006, Foz do Iguaçu, Paraná. 11 pp.
- 18 TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HANNINEN H. Comparison of different methods for measuring strain induced α' -martensite content in austenitic steels. *Materials Science and Technology*, v. 20, p.1506–1512, 2004.
- 19 JILES, D.C. Recent advances and future directions in magnetic materials. *Acta Materialia* v. 51, p, 5907-5037, 2003.
- 20 MERINOV, P.E; MAZEPA, A.G. Quantitative analysis of deformation martensite in austenitic steels by a magnetic method. *Industrial Laboratory Diagnostic Materials*, v.63, n. 3, p. 24-28, 1997.
- 21 TAVARES, S.S.M. *et al.* X-ray diffraction and magnetic analysis of deformation induced martensites in a Fe-17Mn-1.9Al-0.1C steel. *Journal of Materials Science*, p. 1645-1648, 2002.
- 22 TAVARES, S.S.M. *et al.* Magnetic phase quantification of the UNS S32750 superduplex stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*, p. 179-182, 2006.