

TRANSFORMAÇÃO DE FASE AUSTENITA-MARTENSITA ADICIONAL INDUZIDA POR TENSÕES RESIDUAIS NA REGIÃO DA SUPERFÍCIE DE AMOSTRAS DE AÇO CARBONO¹

Alexei Kuznetsov²

Luis Paulo Fernandes Liberto Linares²

Tiago Lira Oliveira²

Taeko Yonamine²

Braulio Soares Archanjo²

Thomas Karl Hirsch³

Carlos Alberto Achete⁴

Resumo

A difração de raios X (DRX) é a técnica mais confiável na determinação da fração da austenita retida em aços carbono. Entretanto, a técnica é limitada à região da superfície com a espessura da ordem de 10 μm de profundidade. O tratamento térmico de aços pode introduzir um campo de tensões residuais na superfície das amostras na mesma escala de profundidade, o que por sua vez, pode provocar uma transformação adicional da austenita em martensita criando gradientes de concentração da austenita retida. Desta forma, os resultados obtidos por difração ou outras técnicas limitadas à região da superfície de material podem desviar-se das concentrações da austenita retida do “bulk”. Neste trabalho são apresentadas as evidências e o estudo experimental desse fenômeno. Os dados de DRX foram obtidos em amostras do aço AISI 52100 com o uso de três radiações características $K\alpha$ (Cu, Cr, Mo). Os resultados de experimentos mostram alterações sistemáticas do valor da fração da austenita retida em função da profundidade média de penetração de raios X. Ao mesmo tempo, as medidas de tensão residual das amostras confirmam tensões trativas nas superfícies das amostras. Nós discutimos o efeito de campo de deformação na metaestabilidade da austenita retida e na cinética de transformação austenita-martensita.

Palavras-chave: Austenita retida; Difração de raios X; Tensão residual.

ADDITIONAL AUSTENITE-MARTENSITE PHASE TRANSITION INDUCED BY SURFACE RESIDUAL STRESSES IN CARBON STEEL SAMPLES

Abstract

X-ray diffraction (XRD) is the most reliable technique for determination of the retained austenite content in carbon steels. However, this technique is limited to the subsurface samples region of the thickness of the order of 10 μm . Thermal treatment of steels can introduce a field of residual stresses in sub-surface region of samples on the same scale of depth. This stress field may induce an additional transformation of austenite to martensite producing gradients of the retained austenite concentration across a sub-surface region. Thus, the results obtained by diffraction or by other technique limited to a subsurface region of a material can deviate from concentration of retained austenite of a bulk. The evidences and experimental study of this phenomenon are presented in this work. XRD data were obtained in AISI 52100 steel samples using three $K\alpha$ characteristic X radiations (Cu, Cr, Mo). Experimental results show a systematic variation of the retained austenite fractions as a function of the mean penetration depth of X-rays. At the same time, residual stress measurements of the samples confirm the presence of tensile stresses on the sample surface. We discuss the effect of the stress field on a metastability of retained austenite and on kinetics of austenite-martensite transformation.

Key words: Retained austenite; X-ray diffraction; Retained austenite.

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

² Divisão de Metrologia de Materiais, Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO), Duque de Caxias, RJ, Brasil.

³ Stiftung Institut fuer Werkstofftechnik, Badgasteiner, Bremen, Alemanha.

⁴ Programa de Eng. Metalúrgica e de Materiais (PEMM), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Austenita retida é importante componente microestrutural de aços tratados termicamente que, dependendo do tipo de aço, pode causar efeitos tanto positivos como adversos nas propriedades e desempenho desses materiais. Por exemplo, certa quantidade de finos grãos de austenita retida pode melhorar significativamente a tenacidade à fratura, a fadiga de baixo ciclo e a vida em fadiga de contato de rolamento. Por outro lado, o excesso de austenita retida na microestrutura do aço pode resultar em baixo limite elástico, dureza reduzida, redução da vida em fadiga de alto ciclo e instabilidade dimensional.⁽¹⁾ Reconhece-se que para uma aplicação dada, um balanço deve ser estabelecido entre propriedades mecânicas de uma componente e a fração ótima de austenita retida. Desta forma, a determinação correta da austenita retida é um fator importante na caracterização adequada de aços.

A difração de raios X é a técnica mais exata e mais confiável para determinação de austenita retida em aços. Ela é baseada na relação fundamental entre as intensidades de picos de difração de pó e a quantidade de fase que produziu esses picos numa mistura de fases.⁽²⁾ Embora, a determinação de austenita retida é considerada hoje como sendo um procedimento bem estabelecido,^(3,4) um espalhamento considerável é relatado nos resultados de estudos comparativos.⁽⁵⁾ Esse fato indica a importância de abordagens metalúrgicas na determinação de austenita retida, que se apóiam no uso de materiais de referência e nos procedimentos experimentais e teóricos padronizados, permitindo dessa forma a comparabilidade de resultados através de estimativas das incertezas envolvidas no processo de medição. O aprimoramento e desenvolvimento de tais abordagens necessitam um estudo meticuloso de todos os fatores que influenciam os resultados da medição de austenita retida.

A distribuição não homogênea de austenita retida na região perto da superfície da amostra é um dos fatores que pode levar à distorção dos resultados de medição da composição de fases. Um dos motivos dessa não homogeneidade pode ser a gradiente de concentração da austenita retida que se forma ao longo da espessura de uma amostra na região perto da superfície. A difração de raios X é limitada a uma camada superficial de amostra de alguns microns. Se o gradiente de concentração da austenita retida se formar ao longo da espessura com a extensão de alguns microns também, concentrações efetivas diferentes de austenita retida serão amostradas para diferentes espessuras médias provadas com os raios X.

Neste trabalho nós estudamos a influência de eventual gradiente de concentração da austenita retida nas amostras do aço AISI 52100 tratados termicamente. As concentrações de austenita retida foram determinadas nas diferentes espessuras das amostras usando os raios X de diferentes energias. A parte experimental do trabalho descreve as amostras usadas, as condições de experimentos de difração de raios X e os métodos de análise de dados para determinar os valores de concentrações de austenita retida. É descrito também o experimento de medidas de tensão residual em uma das amostras. Na discussão são apontadas as possíveis causas da variação da fração da austenita retida ao longo da espessura das amostras. A existência dessa variação é correlacionada com as tensões residuais criadas na superfície de amostras durante o tratamento térmico.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Foram confeccionadas nove amostras de aço de esferas de rolamento AISI 52100 de alta pureza (~0.95% massa de C e ~1.5% massa de Cr) com dimensões aproximadas 30 x 30 x 5 mm. O tratamento térmico das amostras consistiu em austenitização em diferentes temperaturas (760°C, 780°C, 800°C, 820°C, 840°C, 860°C, 880°C, 900°C, 920°C) seguida pelo recozimento em óleo a 60°C. A variação da temperatura de austenitização resultou na variação de austenita retida em amostras produzidas na faixa esperada de 5% à 20% de massa. O polimento eletroquímico foi aplicado no qual foi removida uma camada de ~50 μm para evitar a presença de óxidos e distorções microestruturais na camada superficial das amostras fabricadas.

Os padrões de difração de raios X foram coletados das amostras usando três diferentes fontes (tubos) de radiações características K_{α} de raios X: de cobre, de cromo e de molibdênio. O uso de diferentes fontes de raios X permitiu uma determinação de concentrações de austenita retida em diferentes profundidades de camadas superficiais devido à diferente penetração de raios X de diferentes energias (~8 keV para cobre, ~5.4 keV para cromo e ~17.5 keV para molibdênio). Os espectros de difração foram obtidos na geometria de reflexão (Bragg-Brentano) usando dois equipamentos de raios X da fabricante Bruker D8-Focus e D8-discover. Duas abordagens gerais são normalmente usadas em análise de austenita retida: os métodos baseados na análise de picos de difração separados e os métodos de análise do espectro de difração completo (na base de método de Rietveld).^(3,4,6,7)

O método de difração de raios X de análise quantitativa de fases é baseado na relação fundamental entre a intensidade medida do pico de difração I_{α}^{hkl} e a quantidade de fase que produz esse pico, W_{α} , numa mistura de fases.⁽²⁾

$$I_{\alpha}^{hkl} = K \cdot R_{\alpha}^{hkl} \cdot \left[\frac{W_{\alpha}}{\rho_{\alpha} \mu_m^*} \right] \quad (1)$$

Em que ρ_{α} é a densidade de fase e μ_m é o coeficiente de absorção de massa da mistura. O coeficiente K na Equação 1 depende apenas de parâmetros instrumentais (geometria, energia, configuração da óptica de raios X etc.) e não depende de

parâmetros gerais da amostra, enquanto o coeficiente R_{α}^{hkl} pode ser calculado a priori a partir de propriedades estruturais básicas conhecidas da fase em questão.

Para uma mistura de fases contendo as fases martensítica (α), austenítica (γ) e uma fase de carbetto (c), a condição de normalização para respectivas quantidades relativas de fases $W_c + W_{\alpha} + W_{\gamma} = 1$, resulta na seguinte relação entre fração da fase austenítica e intensidades de um pico particular de difração de cada das fases

$$W_{\gamma} = \frac{I_{\gamma} / R_{\gamma}}{I_c / R_c \cdot \rho_c / \rho_{\gamma} + I_{\alpha} / R_{\alpha} \cdot \rho_{\alpha} / \rho_{\gamma} + I_{\gamma} / R_{\gamma}} \quad (2)$$

Usando mais de um pico de difração para cada fase, a Equação 2 pode ser escrita como

$$W_\gamma = \frac{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_\gamma^i / R_\gamma^i}{\frac{1}{l} \cdot \frac{\rho_c}{\rho_\gamma} \sum_{k=1}^l I_c^k / R_c^k + \frac{1}{m} \cdot \frac{\rho_\alpha}{\rho_\gamma} \sum_{j=1}^m I_\alpha^j / R_\alpha^j + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_\gamma^i / R_\gamma^i} \quad (3)$$

Em que l , m e n são os números de picos de difração das fases respectivas usados para cálculo da fração de austenita.

Principal desvantagem do método de picos separados na análise quantitativa de fases é impossibilidade de usar em cálculos os picos sobrepostos de difração. Além disso, o método não permite levar em conta eventuais alterações na intensidade de picos de difração produzidas pela microestrutura específica (textura, defeitos microestruturais) da amostra medida. Essas dificuldades podem ser contornadas usando o procedimento de análise do espectro de difração completo na base de método de Rietveld.

A idéia principal do método de Rietveld é considerar o espectro de difração de pó completo e minimizar através do procedimento de mínimos quadrados o resíduo⁽⁶⁾

$$\Delta = \sum_i \omega_i (y_i(obs) - y_i(calc)) = Minimum \quad (4)$$

que é a diferença entre intensidades observadas e calculadas, por meio de ajuste de muitos parâmetros estruturais e microestruturais. Duas abordagens gerais para modelar os espectros observados de difração são usadas: ajuste com funções analíticas e ajuste por meio de convolução direta. No primeiro método, a intensidade calculada correspondente ao um ângulo particular de 2θ é determinada a partir do fator de estrutura dos picos vizinhos de Bragg, F , modulado pela uma função analítica ϕ

$$y_i(calc) = S \sum_k L_k \cdot |F|^2 \cdot A \cdot P_k \cdot \phi(2\theta_i - 2\theta_k) + y_i(bckd) \quad (5)$$

As correções de intensidade, como Lorentz-Polarização (L), orientação preferencial (P) e absorção (A), são aplicadas, além da modelagem do ruído de fundo $y_i(bckd)$.

O uso das funções fisicamente embasadas que descrevem o instrumento, ou configuração do difratômetro, e as propriedades físicas da amostra levam à abordagem de parâmetros fundamentais (*fundamental parameter approach*) para modelamento de padrão de difração completo. O padrão de difração teórico é obtido por meio de convolução das funções que descrevam a função instrumental e da amostra.⁽⁸⁾

$$y_i(calc) = S \sum_k P_k \int I_{instrument}(\tau) \cdot S_{amostra}((2\theta_i - 2\theta_k) - \tau) d\tau + y_i(bckd) \quad (6)$$

Nas ambas as abordagens o parâmetro S é o parâmetro de escala ajustado para cada das fases presentes na mistura durante o processo de ajuste do espectro de difração. Esse parâmetro está relacionado com a fração da fase γ numa mistura de k fases pela Equação 7.⁽²⁾

$$W_\gamma = \frac{S_\gamma(ZMV)_\gamma}{\sum_{k=1}^n S_k(ZMV)_k} \quad (7)$$

A fração da fase austenítica nas amostras foi calculada por meio de Equações 2 e 3 comparada com a fração obtida por meio de abordagens mais sofisticadas que usam o espectro completo de difração de raios X e podem levar em conta diferentes suposições sobre a microestrutura da amostra.

O método de ajuste do espectro completo é considerado como mais acurado porque todos os picos de difração são levados em conta para avaliar concentrações de fase. Nós calculamos a fração de austenita retida por método de Rietveld usando três abordagens: i) ajuste com função de pseudo Voigt modificada de Thompson-Cox-Hastings;⁽⁹⁾ ii) abordagem de parâmetros fundamentais em que a função instrumental foi modelada usando a amostra de referência.⁽¹⁰⁾ A contribuição da amostra para os perfis dos picos foi modelada com a função Voigt que descreveu o alargamento dos picos dentro do modelo isotrópico de deformações e de tamanhos pequenos de cristalitos; iii) anisotropia de tamanhos de cristalitos e o efeito de defeitos de empilhamento foi acrescentado no modelo anterior.⁽¹¹⁾

Além de medidas de austenita retida foi feita a análise de tensão residual por método de difração de raios X numa das amostras confeccionadas. Foi utilizada a radiação característica Cr-K_α e a geometria Ψ (*side-inclination*) de difração, junto com o método de $\sin^2 \Psi$ para o cálculo da componente de tensão residual no plano da superfície da amostra.⁽¹²⁾ Os picos de difração da estrutura cúbica de corpo centrada correspondente à família de planos (211) da fase martensítica e (220) da fase austenítica foram medidos em inclinações Ψ de -70° a $+70^\circ$ (com passo de 10°) entre a normal à superfície da amostra e o vetor de espalhamento. O valor de tensão residual foi obtido através de ajuste linear por mínimos quadrados de distâncias interplanares (211) e (220) em função de $\sin^2 \Psi$. As posições dos picos de difração e respectivas distâncias interplanares foram determinadas usando programa Stress V1.1.2004 da Bruker-AXS.⁽¹³⁾ O tratamento de picos de difração medidos envolveu as correções de intensidade devido à absorção, ao ruído de fundo, ao fator de Lorentz-Polarização, e à radiação característica K_{α2} do tubo de raios X. As posições de picos corrigidos foram determinadas através de ajuste com função pseudo-Voigt. As constantes elásticas foram obtidas usando uma aproximação para anisotropia elástica do material na base do módulo de Young, da razão de Poisson e do fator de anisotropia como implementado no programa Stress.

3 RESULTADOS

Os padrões de difração coletados das amostras mostram os picos de difração que correspondem às fases austenita e martensita (Figura 1). Enquanto as radiações de cobre e de molibdênio oferecem o intervalo maior de acessíveis distâncias inter-reticulares (*d-spacing*), a radiação de cromo providencia a melhor resolução e definição de perfis dos picos de difração.

Os resultados de cálculos de concentrações de austenita retida em amostras estudadas usando os modelos de análise descritos acima estão apresentados nas Figuras 2 e 3. Os dados de difração que originaram esses resultados foram obtidos com os tubos de raios X de cobre e de cromo respectivamente.

Como se esperava, o aumento da concentração de austenita retida é observado com o aumento da temperatura de austenitização. Este aumento é atribuído a dissolução mais completa das fases de carbetos (modeladas por cementita, Fe₃C) na fase austenítica de alta temperatura. Como consequência, a maior concentração de carbono na estrutura de austenita resulta em temperaturas mais baixas de início da transformação austenita-martensita durante o recozimento. O menor intervalo de temperaturas de transformação leva ao maior teor de austenita retida. Além disso, o número menor de partículas de carbetos presentes na microestrutura de austenita, que servem como centros de nucleação de fase martensítica, leva à cinética da transformação austenita-martensita menos favorável.

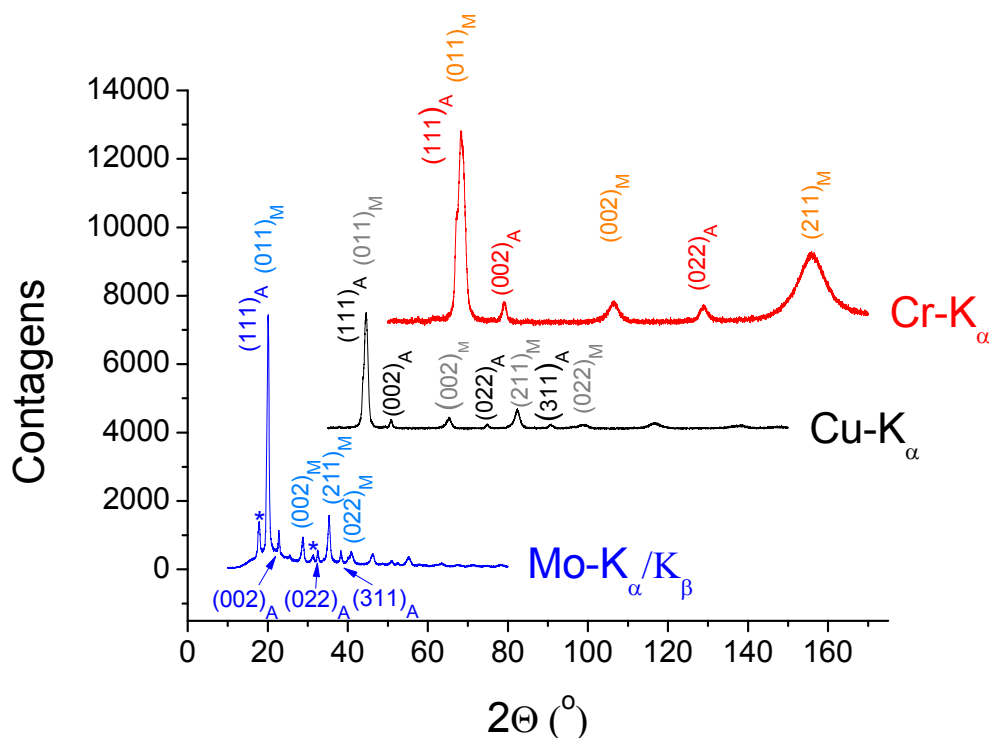


Figura 1. Padrões de difração da mesma amostra ($T_{\text{austenitização}}=880^{\circ}\text{C}$) obtidos com três diferentes fontes de raios X. Os picos de difração da fase austenítica e martensítica são indexados. Asteriscos indicam os picos de difração originados pela radiação K_{β} do molibdênio.

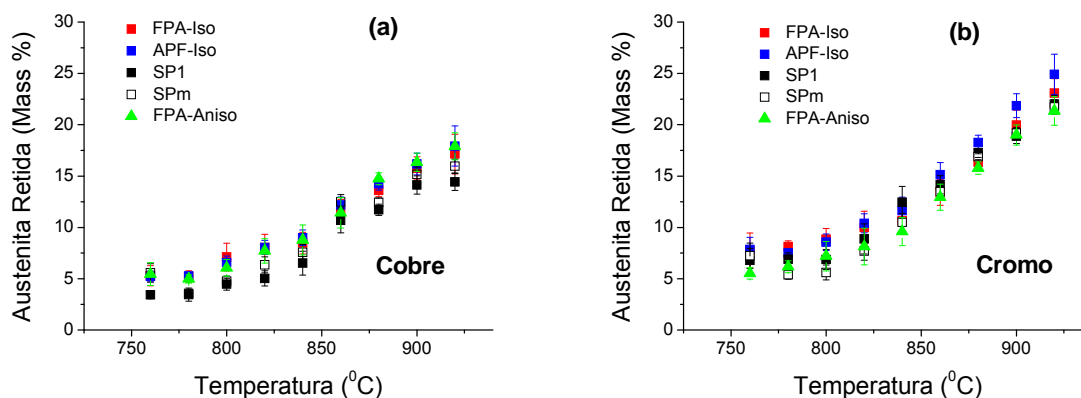


Figura 2. Concentrações de austenita retida. Quadrados coloridos representam as concentrações de austenita retida obtidas a partir de análise de difractogramas completas por método de Rietveld. Quadrados pretos correspondem à análise de picos de difração separados. Quadrados vermelhos – abordagem de parâmetros fundamentais e modelo isotrópico; quadrados azuis – função analítica e modelo isotrópico para descrição dos picos de difração; triângulos verdes – abordagem de parâmetros fundamentais e modelo anisotrópico; quadrados pretos fechados – análise de picos separados na base de vários picos de difração; quadrados pretos abertos – análise de picos separados na base de um pico de difração.

Uma boa concordância nas concentrações de austenita retida pode ser observada entre todos os modelos de análise de padrões de difração. Contudo, uma variação sistemática de concentrações de austenita retida é observada em função da fonte de raios X utilizada. As concentrações mais altas são obtidas usando o tubo de raios X de cromo. Essa discordância pode ser atribuída à variação da concentração da austenita retida com a espessura da amostra.

A espessura da amostra que origina ~63% da intensidade de raios X difratados é dada pela Equação 8.⁽¹⁴⁾

$$\tau = \frac{\sin \theta}{2\mu} \quad (8)$$

em que θ é o ângulo de Bragg e μ é o coeficiente linear de atenuação. Figura 3 mostra a variação da espessura τ em função do ângulo 2θ para três condições de experimentos de difração que usam três diferentes fontes de radiação (o intervalo de ângulos 2θ corresponde ao intervalo real dos experimentos).

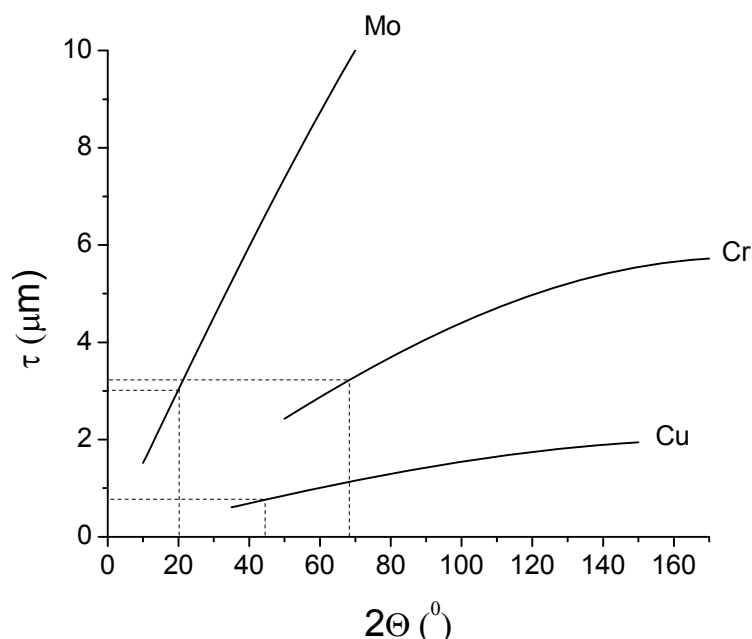


Figura 3. As espessuras da amostra que originam ~63% da intensidade de raios X difratados em aços para diferentes fontes de raios X (as energias característica K_{α} são consideradas). As linhas pontilhadas indicam a posição 2θ do pico mais intenso da estrutura martensítica e a espessura efetiva respectiva da amostra que contribui para a intensidade desse pico.

A partir da Figura 3 pode ser concluído que as camadas mais espessas da amostra contribuem para os padrões de difração obtidos com a radiação de Cr e de Mo, enquanto as camadas bem menos profundas são provadas com radiação de Cu. Desta forma, na presença de gradientes de concentração da austenita retida pela espessura da amostra, a variação dos resultados é esperada em função da fonte de radiação de raios X.

Realmente, a análise comparativa revela a sistemática na variação de relação de fases nas amostras analisadas em função da temperatura de austenitização e em função da fonte de raios X utilizada. Figura 4 mostra as concentrações de austenita retida, martensita e cementita obtidos por método de Rietveld usando o modelo de parâmetros fundamentais de análise que leva em conta a anisotropia de alargamento de picos de difração. Este modelo de análise nós consideramos mais exato para determinação da fração da austenita retida nas amostras.

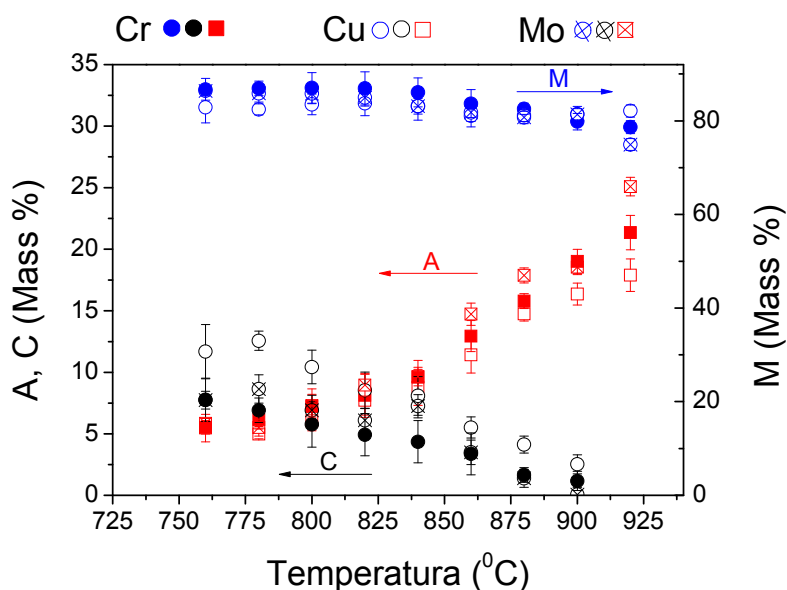


Figura 4. As concentrações em massa das fases cristalinas das amostras estudadas em função da temperatura de austenitização. Os símbolos pretos correspondem à fase cementita. Os símbolos vermelhos e azuis representam às fases austenita e martensita respectivamente. A diferenciação entre as fontes de raios X é dada por meio de símbolos fechados (radiação de Cr), símbolos abertos (radiação de Cu) e símbolos cruzados (radiação de Mo).

As concentrações mais baixas de austenita retida são sistematicamente obtidas em experimentos que usaram a radiação de cobre comparando com os experimentos que usaram as radiações de cromo e de molibdênio. É interessante notar que uma tendência inversa é observada para a concentração de cementita: a radiação de cobre resulta em concentrações maiores da cementita comparando com as radiações de cromo e de molibdênio. Ao mesmo tempo, a variação nas concentrações de martensita em função da fonte de raios X é menos pronunciada.

4 DISCUSSÃO

Para as condições de experimentos de difração de raios X desse trabalho a precisão relativa de aproximadamente 30% na determinação da austenita retida é atingida na faixa de concentrações entre ~ 10% e 20% em massa (Figura 5). Este espalhamento dos resultados é constituído pela soma das variações estatísticas de análise para um método dado junto com as variações entre os métodos de análise. Dependendo das variações admissíveis na concentração de austenita retida visadas para uma aplicação particular, este resultado pode ser satisfatório ou não. O espalhamento dos resultados para as concentrações de austenita retida abaixo de 10% de massa pode atingir os valores relativos maiores que 50%. Desta forma, a confiabilidade dos resultados de raios X para esta faixa de concentrações de austenita retida é limitada. Não há diferenças visíveis na amplitude de espalhamento dos dados entre os experimentos executados com radiação de cobre e de cromo. A resolução melhor de picos de difração oferecida pela radiação de cromo comparando com a radiação de cobre é compensada, no caso da radiação de cobre, pelo maior número dos picos de difração disponíveis para a análise (Figura 1). Desta maneira, os experimentos laboratoriais executados com radiação de cobre ou radiação de cromo podem ser considerados equivalentes do ponto de vista de precisão dos resultados.

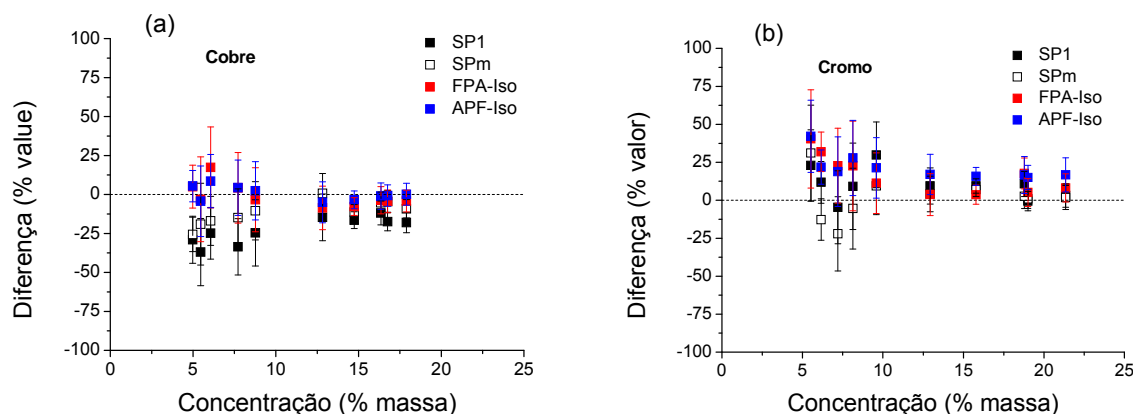


Figura 5. As diferenças relativas nas concentrações de austenita retida obtidas entre os diferentes métodos de análise. O método de Rietveld com abordagem de parâmetros fundamentais e modelo anisotrópico de alargamento de picos é usado como referência (diferença igual a zero). São usadas as concentrações de austenita retida determinadas pelo método de referência em condições de experimento com a) radiação de cobre e b) radiação de cromo. A correspondência de símbolos é a mesma da Figura 2.

O efeito de variação da concentração de austenita retida com o tipo da fonte de raios X pode ser atribuído ao gradiente de concentração da austenita retida. Se a concentração da austenita retida for menor nas camadas mais próximas à superfície da amostra do que nas camadas mais profundas, as concentrações efetivas mais baixas de austenita retida serão obtidas nos experimentos com radiação de cobre do que nos experimentos com radiação de cromo e de molibdênio (Figura 3). É preciso ressaltar que este efeito ilustrado na Figura 4 é confirmado diretamente em análises de difractogramas por meio de refinamento de Rietveld simultâneo de três espectros de difração da mesma amostra obtidos com três diferentes fontes de radiação.

Entretanto, fica a explicar a origem de variação da concentração de austenita retida na superfície. Na preparação de amostras, após o seu recozimento, uma camada de aproximadamente 50 μm foi removida. O objetivo desse tratamento foi evitar os eventuais não homogeneidades provocadas pela oxidação da superfície que normalmente se limitam a alguns microns de espessura. A detecção de variações de concentração da austenita retida em experimentos executados indica que não homogeneidades na escala da ordem de 100 μm estão presentes na amostra. É possível que estas variações tenham origem física e podem ser comuns para aços carbono tratados termicamente.

Uma das prováveis causas de não homogeneidades superficiais das amostras em relação à concentração de austenita retida pode ser associada ao estado de tensões residuais induzidas pelo tratamento térmico. É do conhecimento comum que a aplicação de tensões externas ou deformações aumenta a quantidade de martensita e aumenta a temperatura de início da transformação austenita-martensita.⁽¹⁵⁾ Por outro lado, o tratamento térmico pode induzir as tensões residuais na superfície da amostra (tensões do tipo I) que, por sua vez, podem induzir uma transformação adicional austenita-martensita. O campo de tensões residuais pode estender por dezenas de microns da superfície, o que explica a presença de gradientes de concentração da austenita retida nessa escala de profundidade em amostras investigadas.

A confirmação direta da presença de tensões residuais na superfície da amostra foi feita por método de difração de raios X. A Figura 6 mostra as deformações de planos (211) da estrutura martensítica e dos planos a (220) da estrutura austenítica. A

tensão residual normal no plano da amostra foi estimada para fase martensítica na base de módulo de Young de 210.000 MPa, da razão de Poisson igual a 0,29 e do fator de anisotropia de 1,49. Os mesmos parâmetros na avaliação de tensão residual para fase austenítica foram 210.000 MPa, 0,29 e 1.72. As tensões residuais trativas de 150 MPa são obtidas para a martensita enquanto ausência de tensões residuais é calculada em austenita.

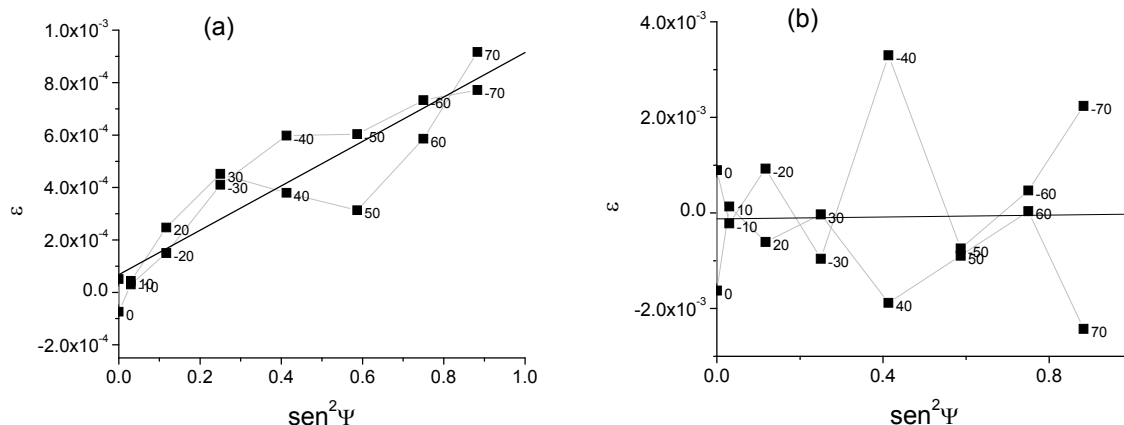


Figura 6. Deformações versus $\text{sen}^2 \psi$ da amostra austenitizada a 900°C para a) fase martensítica e b) fase austenítica. O espalhamento maior de dados no caso da austenita é devido a baixa intensidade do pico de difração medido.

Este resultado corrobora com a interpretação dada no trabalho em relação ao gradiente de concentração da austenita retida. O campo de tensões residuais macroscópicas (tipo I) na fase martensítica se forma junto com a transformação austenita-martensita. Entretanto, a energia elástica é transferida para fase austenita através do processo de transformação adicional de fase no qual ocorre relaxação total de tensões macroscópicas na austenita residual. Se a energia elástica do campo de tensões macroscópicas da martensita não induzisse a transformação adicional de fase austenita-martensita, teríamos observado um campo de tensões residuais na fase austenítica também.

5 CONCLUSÃO

O estudo sobre os fatores que afetam o resultado de medições de concentração da austenita retida por difração de raios X mostra que um resultado confiável pode ser obtido para as frações de austenita retida na faixa de 10% à 20% de massa. Para menores concentrações, a confiabilidade do resultado fica limitada tanto pelo limite de detecção da técnica, como pelo método utilizado na análise de picos de difração. Para as concentrações na faixa de confiança a precisão de resultados melhor que 30% do valor pode ser rotineiramente atingida.

Um importante fator que pode afetar a precisão das medições é o gradiente de concentração da austenita retida. As evidências que este gradiente pode ser originado pela transformação adicional austenita-martensita induzida por tensões residuais na superfície da amostra são apresentados. Se for confirmado nos estudos futuros, esse efeito terá importantes implicações para medições de austenita retida por difração de raios X, pois sempre vai ser associado ao tratamento termo-mecânico que induz as tensões residuais. Desta forma, seria necessária uma análise de tensões residuais na superfície das amostras para identificar a existência

de gradiente de concentração da austenita retida. Este gradiente poderá causar um desvio sistemático adicional na avaliação da concentração da austenita retida atribuída ao “bulk” de amostras a serem caracterizadas.

REFERÊNCIAS

- 1 Krauss, G. Martensite in steel: strength and structure, Mater. Sci. Eng. A273–275, p. 40-57, 1999.
- 2 Madsen, I.C., Scarlett, N.V.Y. Quantitative Phase Analysis. In: POWDER DIFFRACTION: THEORY AND PRACTICE. Eds. Dinnebier, R.E., Billinge, S.J.L. The Royal Society of Chemistry, Cambridge, p.298-331, 2008.
- 3 ASTM E975 - 03(2008). Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation.
- 4 Jatczak, C. F., Larson, J. A., Shin, S. W. Retained Austenite and Its Measurement by X-Ray Diffraction. Manual SP-452, SAE (Society of Automotive Engineers), 1979.
- 5 Jacques, P. J., Allain, S., Bouaziz, O., De, A., Gourgues, A.-F., Hance, B. M., Houbaert, Y., Huang, J., Iza-Mendia, A., Kruger, S. E., Radu, M., Samek, L., Speer, J., Zhao, L., Zwaag, S. van der. On measurement of retained austenite in multiphase TRIP steels — results of blind round robin test involving six different techniques. Mater. Sci. Technol. 25, p. 567-574, 2009.
- 6 R.A. Young, In: Rietveld Method. Eds. Young, R.A., IUCr/Oxford University Press 1993.
- 7 Madsen, I. C., Scarlett, N. V. Y., Cranswick, L. M. D., Lwin, T. Outcomes of the International Union of Crystallography Commission on Powder Diffraction Round Robin on Quantitative Phase Analysis: samples 1a to 1h. J. Appl. Cryst. 34, p. 409-426 (2001).
- 8 Cheary, R. W., Coelho, A. A., Cline, J. P. Fundamental Parameters Line Profile Fitting in Laboratory Diffractometers. J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 109, p. 1-25, 2004.
- 9 Thompson, P., Cox, D. E., Hastings, J. B. Rietveld Refinement of Debye-Scherrer Synchrotron X-ray Data from Al₂O₃. J. Appl. Cryst.. 20, p. 79-83, 1987.
- 10 SRM 1976a. Alumina Internal Standard for Quantitative Analysis by X-ray Powder Diffraction. National Institute of Standards and Technology, U.S., Department of Commerce, Gaithersburg, MD 2008.
- 11 Kuznetsov, A.Yu., Machado, R, Gomes, L.S., Achete, C.A., Swamy, V, Muddle, B.C., Prakapenka, V. Size dependence of rutile TiO₂ lattice parameters determined via simultaneous size, strain, and shape modeling. Appl. Phys. Lett. 94, 193117, 2009.
- 12 Hauk, V. Ed. STRUCTURAL AND RESIDUAL STRESS ANALYSIS BY NONDESTRUCTIVE METHODS. Amsterdam, Elsevier, 1997.
- 13 Bruker AXS GmbH. Stress V1.1. User manual. Karlsruhe, Germany, 2004.
- 14 Kelley, C.J., Short, M.A., In: Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction – SAE Technical Report, J784a, p. 60-62, 1971.
- 15 Nishiyama, Z., Fine, M.E., Meshii, M., Wayman, C.M. MARTENSITIC TRANSFORMATION, Academic Press, New York, 1978.