



# QUANTIFICAÇÃO DE AUSTENITA POR MEIO DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM UM AÇO INOXIDÁVEL SUPERMARTENSÍTICO<sup>1</sup>

Thiara Francis Mateus Rodrigues<sup>2</sup>

Virgínia Dutra Costa Viana<sup>2</sup>

Paulo José Modenesi<sup>3</sup>

Dagoberto Brandão Santos<sup>3</sup>

## Resumo

As propriedades mecânicas dos aços resultam de sua composição química e da fração volumétrica de cada constituinte em sua microestrutura. A quantificação dos constituintes é realizada a partir de dados obtidos na metalografia quantitativa, difração de raios-x, comportamento mecânico, elétrico e magnético, dilatométrica, e outras técnicas. Este trabalho visa comparar três métodos de quantificação da austenita reversa em aços inoxidáveis supermartensíticos: comparação direta das áreas abaixo dos picos de difração, método de Rietveld e resposta magnética, utilizando-se um ferritoscópio. Amostras do aço foram revenidas nas temperaturas: 600, 650, 700, 750, 800°C. A microestrutura foi analisada por microscopia óptica e eletrônica de varredura. As amostras também foram submetidas a testes de microdureza Vickers. Os dados obtidos pelos métodos de Rietveld e comparação direta resultaram bem próximos entre si, mas diferiram daqueles obtidos pelo ferritoscópio. A presença de uma microestrutura majoritariamente martensítica e, portanto, ferromagnética, é a principal responsável por essa diferença. A análise termodinâmica computacional por Thermo-Calc<sup>TM</sup> foi utilizada na previsão das fases em equilíbrio.

**Palavras-chave:** Aço supermartensítico; Austenita; Revenimento; Difração de raios-X.

## AUSTENITE QUANTIFICATION THROUGH X-RAY DIFFRACTION IN A SUPERMARTENSITIC STAINLESS STEEL

### Abstract

The mechanical properties of steel result from its chemical composition and volume fraction of each constituent in the microstructure. Quantification of constituents is performed by data obtained from quantitative metallography, x-ray diffraction, mechanical, electrical and magnetic behavior, dilatometry, and other techniques. This paper aims to compare three methods for reverse austenite quantification in supermartensitic stainless steels: direct comparison of the areas below diffraction peaks, Rietveld method and a magnetic method using a Feritscope. Steel samples were tempering at the temperatures: 600, 650, 700, 750, 800 ° C. The microstructure was examined by optical microscopy and scanning electron microscopy. The samples were also tested for microhardness. The data obtained by direct comparison and Rietveld methods were very close, but a bit differed from those obtained by the Feritscope. The presence of a predominantly ferromagnetic martensitic microstructure is the main cause of this difference. Computational thermodynamic analysis by Thermo-Calc<sup>TM</sup> was used to predict the phases in equilibrium.

**Keywords:** Supermartensitic steel; Austenite; Tempering; X Ray diffraction.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 66º Congresso Anual da ABM, 18 a 22 de julho de 2011, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Sócio da ABM - Aluno(a) de Graduação em Engenharia Metalúrgica no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.

<sup>3</sup> 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 já são usados há bastante tempo na exploração de petróleo em colunas de produção e começam a aparecer como uma alternativa para linhas de condução (*line pipe*), por apresentarem boa resistência à corrosão e boa soldabilidade. Além disto, quando comparados aos aços do tipo Super Duplex para uma mesma aplicação, são economicamente mais viáveis em função de seu menor custo.<sup>(1,2)</sup> O tratamento térmico desses aços envolve têmpera e revenimento, como acontece com os aços carbono e inoxidáveis martensíticos. Contudo, como o revenimento é realizado em altas temperaturas, em torno de 600°C a 650°C, a martensita começa a se transformar em austenita.<sup>(2)</sup> O bom desempenho mecânico desses aços depende da quantidade desta austenita reversa estabilizada à temperatura ambiente. Surge então a importância de uma quantificação precisa da austenita presente nessas condições. Os métodos de quantificação mais usados se baseiam na difratometria de raios-x, uma das principais técnicas de caracterização microestrutural que permite a análise quantitativa de fases em amostras metálicas ou minerais; tanto na forma de pó como mássica.<sup>(3)</sup>

Dois importantes métodos de quantificação, que utilizam dados da difração de raios-x, são: a comparação direta das áreas abaixo dos picos de difração e o método de Rietveld. O primeiro deles se baseia no fato de que a área relativa dos picos principais referentes a uma fase é proporcional à fração volumétrica desta na amostra. As intensidades dos picos são ajustadas separadamente por uma função pseudo-Voigt e, posteriormente, são integradas para realização dos cálculos de quantificação, conforme metodologia regida pela norma ASTM E975-03<sup>(4)</sup> e descrita por Cullity e Stock.<sup>(3)</sup>

No método de Rietveld, o difratograma calculado com base na estrutura cristalina é refinado de maneira que se aproxime adequadamente do difratograma observado. Ele permite realizar simultaneamente refinamento de célula unitária, de estrutura cristalina, análise de microestrutura, análise quantitativa de fases, e determinação de orientação preferencial com precisão considerável. O ajuste é realizado empiricamente a partir da forma dos picos ou através de parâmetros fundamentais. No primeiro caso, são utilizadas funções, tais como de Gauss, Lorentziana, Voigt, Pseudo-Voigt e Pearson VII para modelar a forma dos picos. No ajuste por parâmetros fundamentais, o método de Rietveld considera as características do difratômetro de raios X e da amostra.<sup>(5)</sup>

A análise quantitativa de 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. Um equipamento para quantificar as fases magnéticas em aços inoxidáveis é o ferritoscópio, o qual baseia as suas medidas na variação da impedância do circuito de medição quando o seu sensor é colocado em contato com a superfície da amostra. O campo magnético gerado pelo sensor interage com os constituintes magnéticos presentes na microestrutura e as mudanças nele induzem um sinal proporcional à fração das fases ferromagnéticas.<sup>(6)</sup>

O objetivo deste trabalho é comparar estes três métodos de quantificação aplicados à determinação da fração volumétrica de austenita retida presente em amostras de um aço supermartensítico inoxidável submetidas ao revenimento em temperaturas diferentes.

## 2 METODOLOGIA

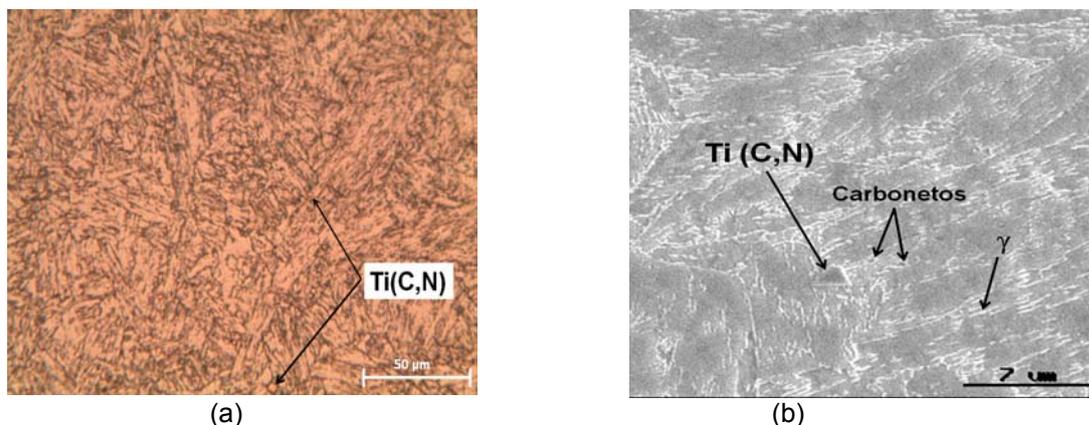
Neste trabalho foi utilizado um aço inoxidável supermartensítico de procedência industrial, cuja composição é mostrada na tabela 1. O material foi recebido na condição temperado e revenido, com microestrutura predominantemente de martensita revenida. Micrografias do aço original são representadas na Figura 1.

**Tabela 1.** Composição do aço utilizado (%peso)

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

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 forno. Posteriormente, as amostras foram preparadas de maneira convencional até o polimento com pasta de diamante de 1 µm para análise metalográfica. No ataque utilizou-se o reativo de Villela. A análise microestrutural foi registrada através de microscopia óptica e eletrônica de varredura.

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.



**Figura 1.** Micrografias do aço no estado original: (a) microscopia óptica, (b) microscopia eletrônica de varredura.

Com o objetivo de mapear 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<sup>TM</sup>, base de dados TCFE4.

A difratometria de raios-x foi realizada à temperatura ambiente por um difratômetro Philips PW 1710. Os dados foram coletados utilizando-se radiações Cu(K $\alpha$ ) na faixa de  $10 < 2\theta < 120$ , com passo de 0,02°.

Para quantificação da austenita retida, pelo método de integração da área abaixo dos picos de difração, consideraram-se os picos: (111), (200), (220), (311) da austenita e (110), (200), (211), (220) da ferrita. A utilização deste número de picos minimiza os efeitos de textura preferencial na análise quantitativa.<sup>(7)</sup> A integração das intensidades foi feita com o auxílio do software Origin<sup>TM</sup>, seguindo a metodologia descrita nos trabalhos de Talonen, Aspegren e Hanninen.<sup>(8)</sup> Para ajustar os dados

experimentais utilizou-se uma função pseudo Voigt. A quantificação foi realizada em conformidade com a norma ASTM E975-03<sup>(4)</sup> e os trabalhos de Cullity e Stock.<sup>(3)</sup>

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,<sup>(9)</sup> 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.

Com o auxílio de um ferritoscópio Fischer, modelo MP3, mediou-se a fração volumétrica de martensita, já que não foi observada a formação de ferrita delta na microestrutura das amostras revenidas. A partir dessas medidas, calculou-se a fração volumétrica de austenita retida pela relação: %austenita = 100 - %martensita.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Simulação no Thermo-Calc™

O diagrama de equilíbrio, representado na Figura 2, foi obtido a partir da simulação do Thermo-Calc™, para a composição do aço descrita na Tabela 1.

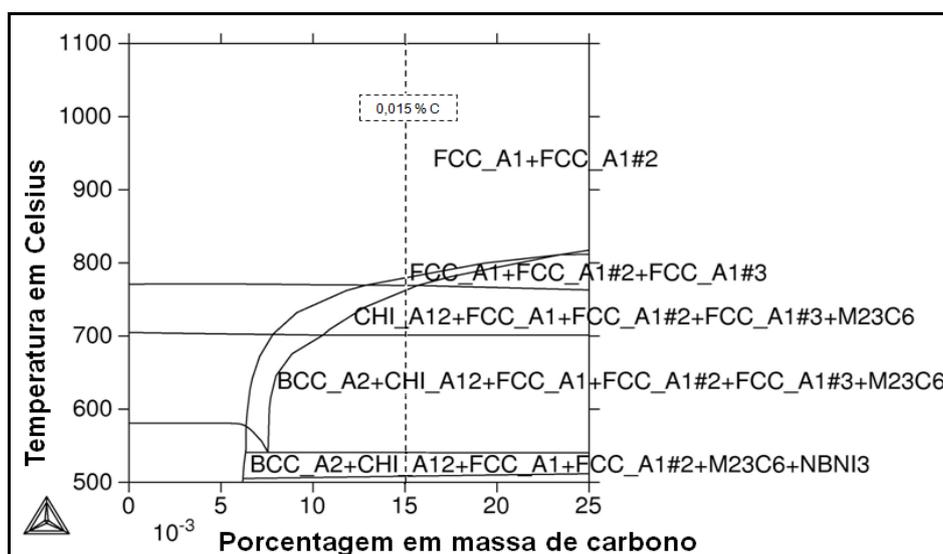


Figura 2. Diagrama de equilíbrio do aço supermartensítico em função do teor de carbono.

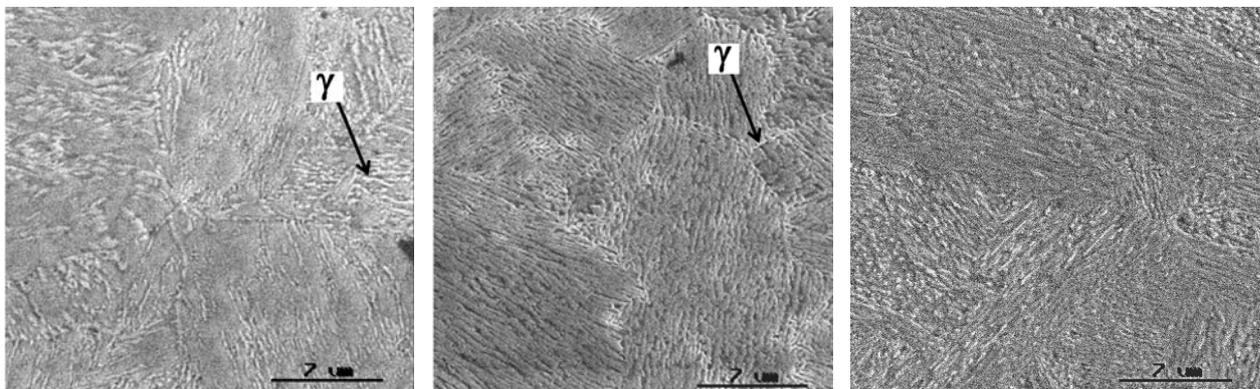
Ao se observar a Figura 2 é possível perceber que no intervalo de temperatura de aproximadamente 800°C a 1.100°C coexistem austenita (FCC\_A1) e nitreto de titânio (FCC\_A1#2). Posteriormente, à medida que a temperatura decresce, formam-se, em sequência, carbonitreto de titânio (FCC\_A1#3), fase intermetálica 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.<sup>(10)</sup> Segundo Leem et al.,<sup>(11)</sup> 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.

De acordo com o diagrama de equilíbrio do aço supermartensítico em questão, haverá a formação de carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  e carbonitreto de titânio abaixo de cerca de  $750^{\circ}\text{C}$  e  $820^{\circ}\text{C}$ , respectivamente. O formato cúbico do carbonitreto de titânio, caracterizado pelo estudo de Pereira, Boehs e Guessers,<sup>(12)</sup> foi verificado na micrografia da figura 1(a). Além disso, foi possível verificar a presença do carboneto de cromo do tipo  $M_{23}C_6$  na micrografia da figura 1(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-Calc<sup>TM</sup>.

### 3.2 Análise Qualitativa da Fração Volumétrica de Austenita Retida nas Diferentes Temperaturas de Revenimento

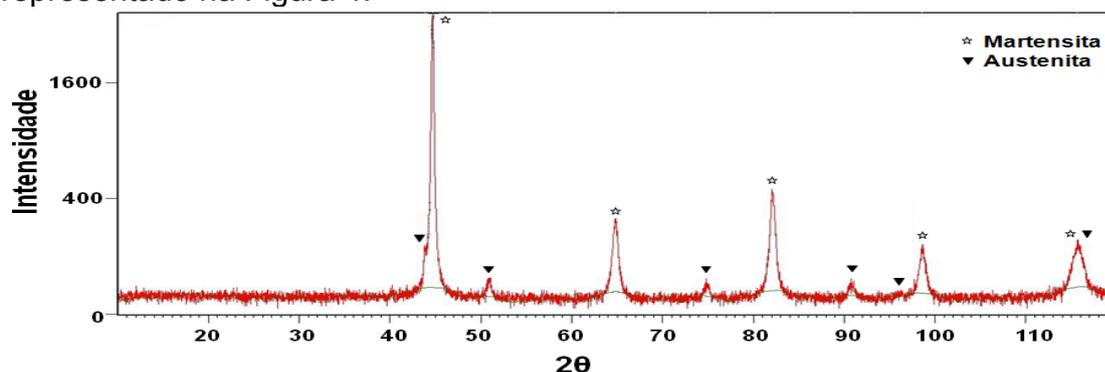
A Figura 3 ilustra micrografias eletrônicas de varredura das amostras revenidas à  $600^{\circ}\text{C}$ ,  $650^{\circ}\text{C}$  e  $800^{\circ}\text{C}$ .



**Figura 3.** Microscopia eletrônica de varredura das amostras após revenimento secundário durante 1 h à: (a)  $600^{\circ}\text{C}$ , (b)  $650^{\circ}\text{C}$  e (c)  $800^{\circ}\text{C}$ . O resfriamento foi realizado no forno. Ataque com reativo de Villela.

É possível perceber, a partir das micrografias da Figura 3, uma microestrutura predominantemente martensítica em todas as amostras. A austenita, de acordo com Bilmes, Solari e Llorente<sup>(13)</sup> apresenta-se, após o revenimento, na forma de plaquetas entre as ripas de martensita e em contornos prévios de grãos de austenita. Ela pode ser identificada nas imagens por estruturas salientes e de coloração mais clara em relação à matriz martensítica.

O difratograma do aço no estado original, temperado e revenido, é representado na Figura 4.



**Figura 4.** Difratograma do aço supermartensítico no estado original, temperado e revenido.

É possível perceber, a partir do difratograma da Figura 4, a presença de austenita e significativa quantidade de martensita, como já observado nas micrografias da Figura 1. 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 1. No entanto, estes precipitados não foram detectados pela difração de raios-x, o que sugere uma fração volumétrica abaixo de 3%.<sup>(3)</sup>

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(a-c).

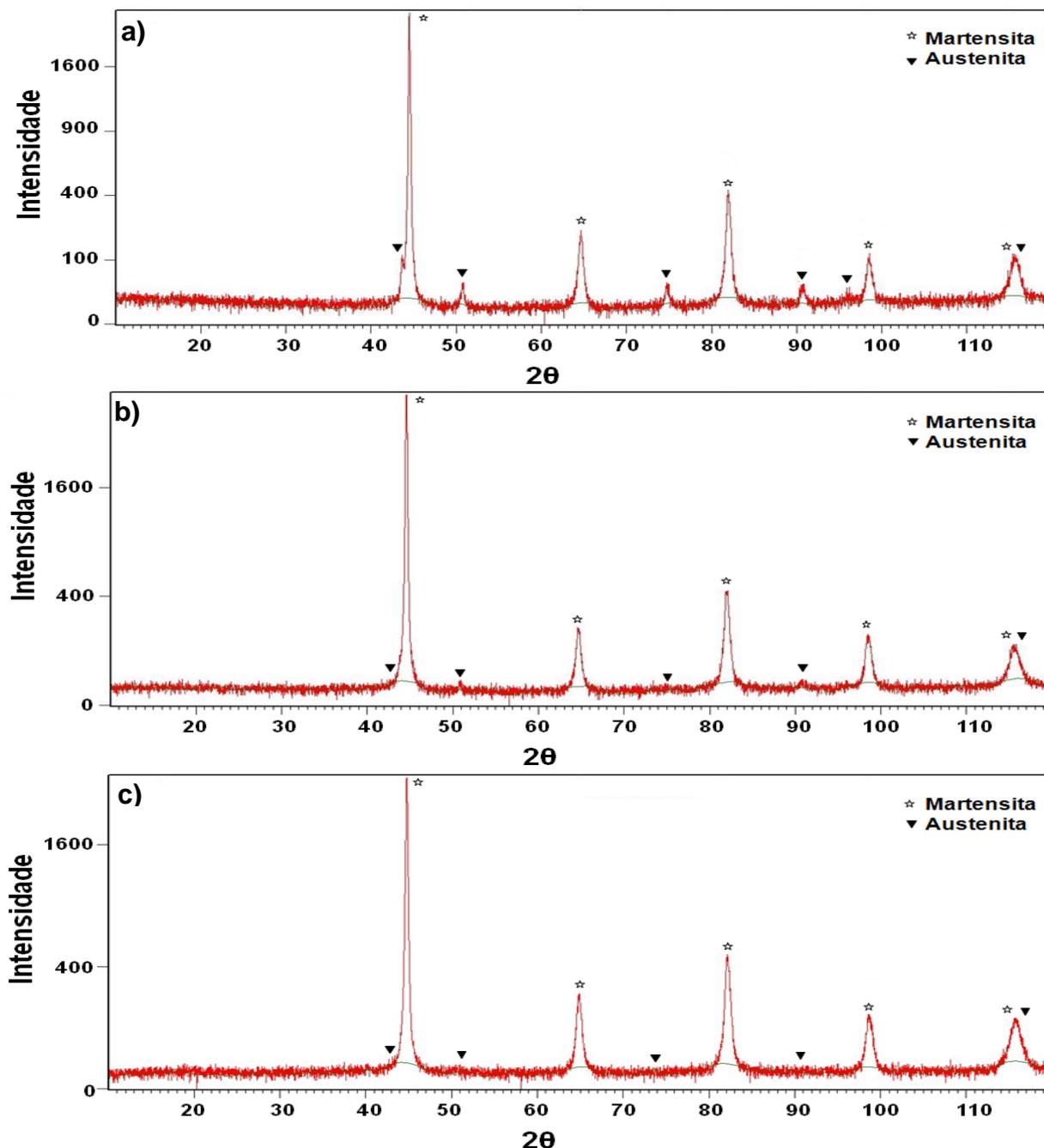


Figura 5. Difratogramas obtidos para as amostras submetidas ao revenimento secundário durante 1 h à: (a) 600°C, (b) 700°C, e (c) 800°C.

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).<sup>(2)</sup> O valor encontrado foi de  $90,1^\circ\text{C}$ .

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

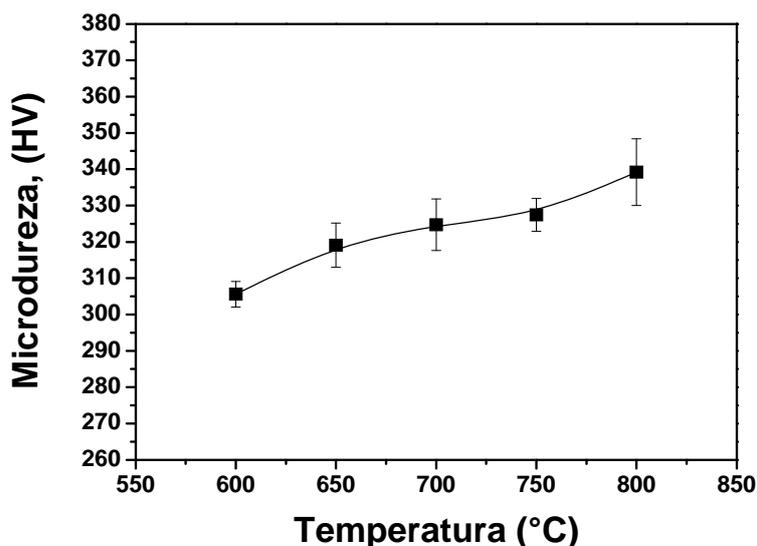
O método de extrapolação do parâmetro de rede da austenita ( $a_\gamma$ ), juntamente com a equação (2)<sup>(14)</sup> foram utilizados para calcular o teor de carbono na austenita retida ( $C_\gamma$ ).

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

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,  $-111^\circ\text{C}$ , está de acordo com os trabalhos de Bilmes, Solari e Llorente<sup>(13)</sup> ( $-78^\circ\text{C}$ ) e justifica a estabilidade da austenita à temperatura ambiente, uma vez que seria necessária uma temperatura muito baixa para o início da transformação martensítica.

Apesar de a simulação do Thermo-Calc<sup>TM</sup>, representada na Figura 2, 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.<sup>(11)</sup> 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. Em decorrência disso, haverá maior formação de martensita e conseqüente 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  $600^\circ\text{C}$ .<sup>(11)</sup>

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 partir da Figura 6 nota-se um aumento da microdureza com o aumento da temperatura de revenimento. Este comportamento pode ser justificado pela maior

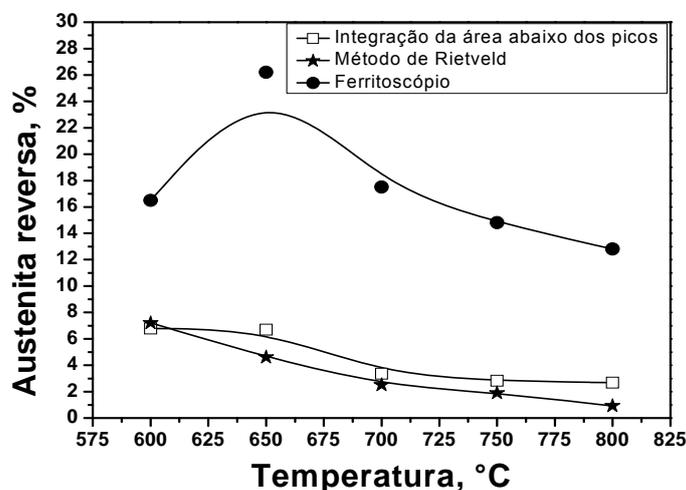
quantidade de martensita na microestrutura. É importante salientar que essa martensita é resultante da transformação da austenita reversa no resfriamento até a temperatura ambiente.

### 3.3 Análise Quantitativa da Fração Volumétrica de Austenita Retida nas Diferentes Temperaturas de Revenimento

Os resultados da quantificação de austenita retida pelos métodos de integração da área abaixo dos principais picos de difração, método de Rietveld e ferritoscópio, estão representados na Tabela 2. Para melhor análise da variação do teor de austenita retida com o aumento da temperatura e comparação entre os métodos, as medidas foram plotadas na Figura 7.

**Tabela 2.** Fração volumétrica de austenita retida para as diferentes temperaturas de revenimento secundário e para o estado original através de três métodos de quantificação

Quantificação da Austenita Retida (% vol.)			
Temperatura de revenimento secundário	Integração da área abaixo dos picos	Rietveld (software GSAS)	Ferritoscópio (100-%martensita)
Estado de fornecimento	5,2	6,6	1,8
600°C	6,8	7,2	16,5
650°C	6,7	4,6	26,2
700°C	3,4	2,5	17,5
750°C	2,8	1,9	14,8
800°C	2,7	0,9	12,8



**Figura 7.** Variação da fração volumétrica de austenita retida com a temperatura de revenimento secundário segundo os três métodos de quantificação utilizados.

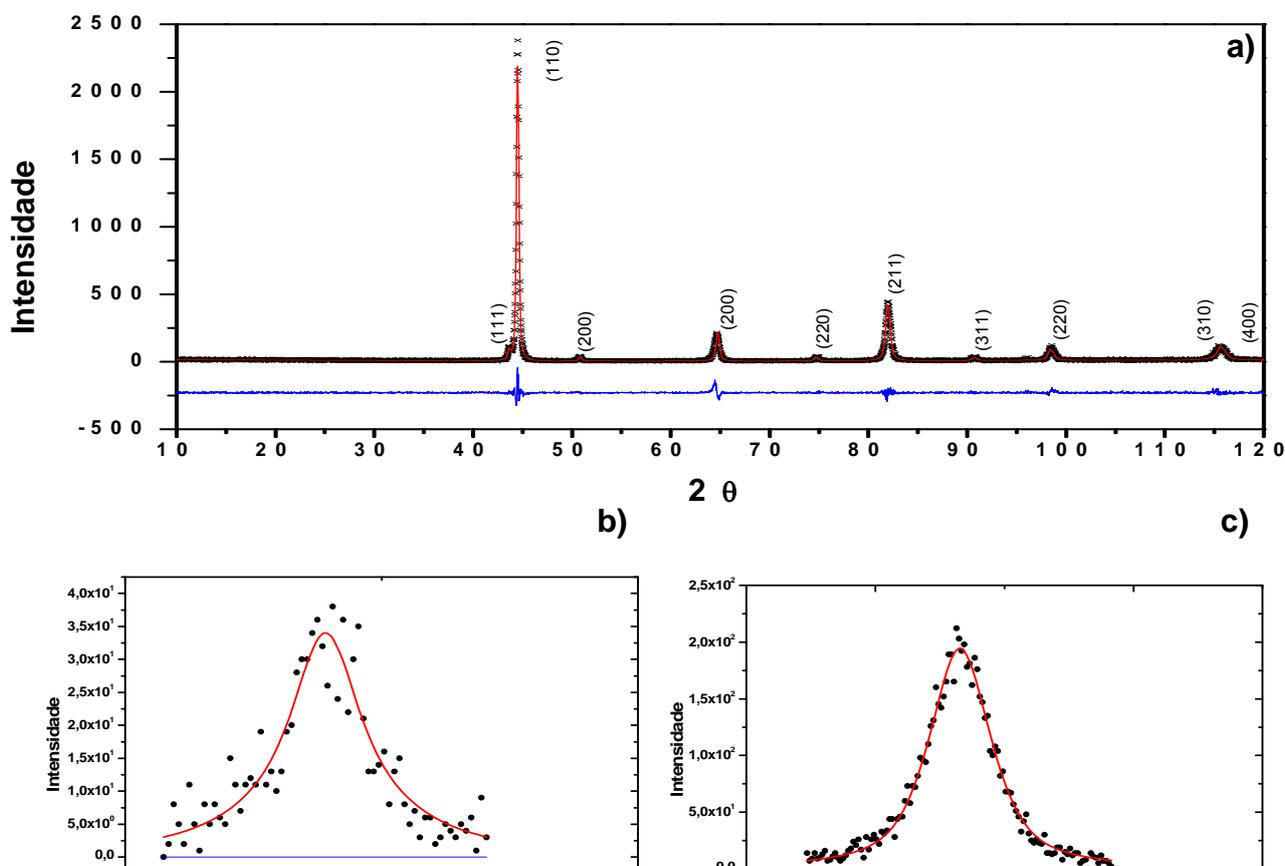
A diminuição da quantidade de austenita com o aumento da temperatura de revenimento secundário pode ser notada em todas as curvas representadas na Figura 7, com exceção da medida feita pelo ferritoscópio para a amostra tratada a 600°C.

É possível observar na Tabela 2 e na Figura 7 que os resultados apresentados pelo ferritoscópio diferem consideravelmente dos obtidos pelos outros dois métodos de quantificação. Essa discrepância pode ser atribuída à limitação

deste instrumento, uma vez que ele foi desenvolvido para medições de ferrita ou martensita em aços inoxidáveis austeníticos ou duplex com baixa fração volumétrica de ferrita.<sup>(15)</sup> Como a permeabilidade magnética da martensita depende da sua deformação, isso provoca um erro nas medições do teor desta fase<sup>(8)</sup>. No trabalho de Talonen, Aspegren e Hanninen<sup>(8)</sup> foram utilizadas curvas de calibração para converter as medidas que apresentavam grandes desvios para valores reais de martensita. Ao analisar essas curvas, é possível concluir que a precisão do instrumento aumenta à medida que a fração volumétrica da martensita diminui. Segundo os autores,<sup>(8)</sup> para leituras do aparelho acima de 55, as curvas de calibração não estabelecem uma relação entre os valores lidos e o valor real. Visto que as medidas no aço em estudo encontram-se na faixa de 73,8 a 98,2, este método mostrou-se pouco confiável neste caso.

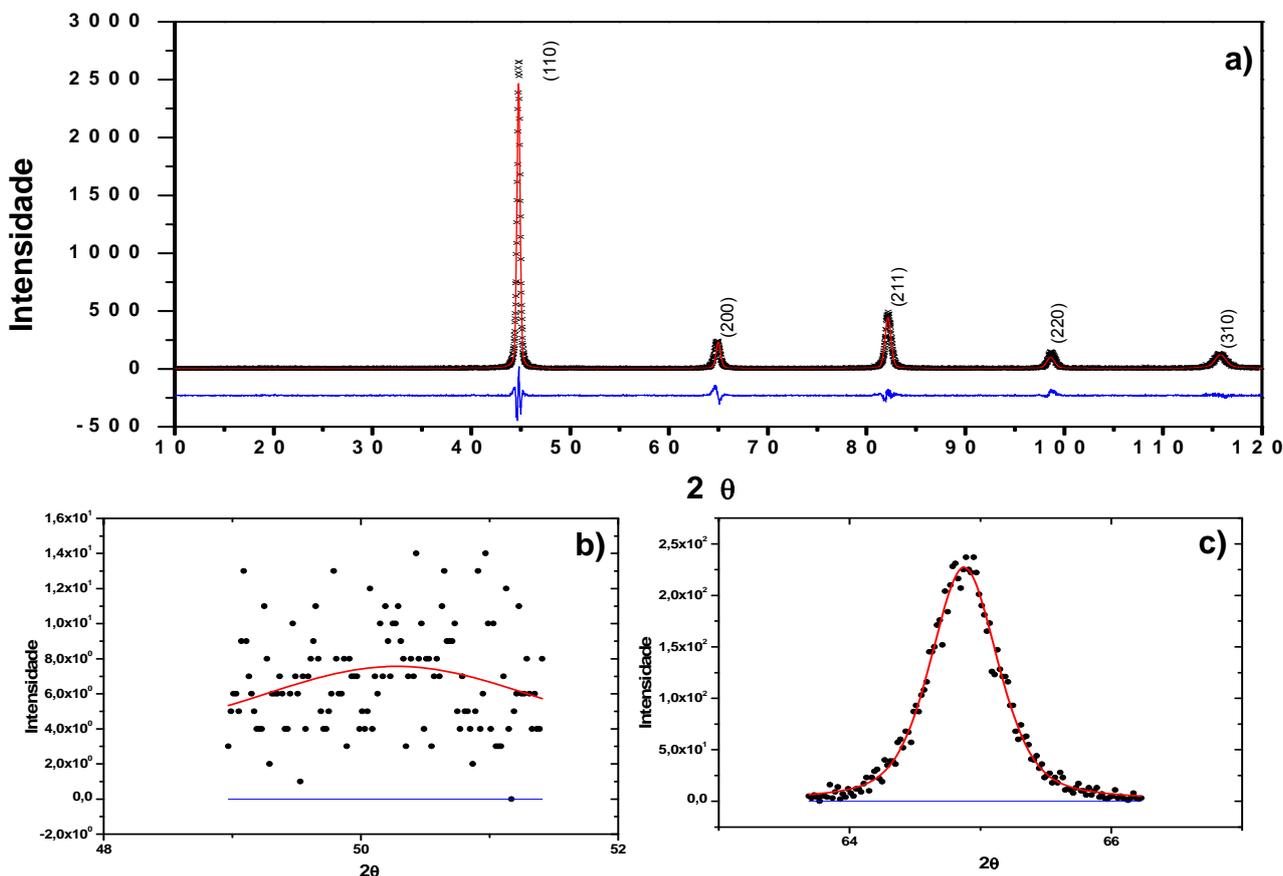
No aço em estudo, a fração volumétrica de austenita retida presente nas microestruturas é menor do que as apresentadas na literatura.<sup>(11,13)</sup> Isso se deve ao maior teor de molibdênio, elemento responsável pelo aumento da temperabilidade nos aços.

De acordo com os dados da Tabela 2, a porcentagem de austenita retida calculada pelo método de Rietveld diferiu da obtida pela integração da área abaixo dos picos de difração de no máximo 2%. Essa proximidade pode ser justificada pela utilização dos mesmos dados de difração de raios-x por ambos os métodos. As funções empregadas para ajuste das intensidades também foram do mesmo tipo nos dois casos, funções Pseudo Voigt formadas pela convolução de uma função de Gauss com uma de Lorentz.



**Figura 8.** Difratoograma refinado pelo método de Rietveld para a amostra submetida a revenimento secundário a 600°C (a) e ajuste dos picos (200) da austenita (b) e (200) da ferrita (c) para cálculo das áreas pelo software Origin.

Apesar das semelhanças, os dois métodos de quantificação envolvendo difração de raios-x possuem algumas diferenças a serem destacadas. No caso da integração da área abaixo dos picos de difração somente os quatro primeiros picos do difratograma de cada fase foram levados em consideração, enquanto que no método de Rietveld todos os picos foram ajustados. Parâmetros que envolvem as características da amostra e do difratômetro só foram refinados no método de Rietveld.



**Figura 9.** Difratograma refinado pelo método de Rietveld para a amostra submetida a revenimento secundário a 800°C (a) e ajuste dos picos (200) da austenita (b) e (200) da ferrita (c) para cálculo das áreas pelo software Origin.

As Figuras 8 e 9 ilustram os refinamentos realizados pelo método de Rietveld para as amostras submetidas ao revenimento secundário a 600°C e 800°C, respectivamente. O ajuste de dois dos picos considerados para cálculo das áreas, (200) da austenita e (200) da ferrita também é apresentado.

Nas Figuras 8(a) e 9(a) os pontos referem-se aos dados experimentais e a linha sólida ao espectro calculado. A linha abaixo do eixo representa a diferença entre o valor observado e o calculado. No caso do ajuste dos picos nas Figuras 8 e 9 (b) e (c), a linha e os pontos do plano superior tem mesma representação que no método de Rietveld, porém a linha horizontal apenas delimita a base do pico.

A principal causa da diferença entre as intensidades calculadas e as observadas nos gráficos das Figuras 8(a) e 9(a) é a orientação preferencial.<sup>(16)</sup> A presença de textura preferencial é frequente, principalmente no caso de amostras metálicas, e os seus efeitos nas intensidades dos picos são difíceis de serem eliminados. O refinamento de parâmetros de March Dollase e as correções mais sofisticadas utilizando harmônicos esféricos proporcionam uma aproximação da realidade, mas muitas vezes não resolvem o problema como um todo.<sup>(17)</sup>



É possível perceber que os picos de difração da austenita (111), (200), (220), (311) e (400) apresentaram intensidades muito baixas quando comparados aos picos de martensita na Figura 8(a) e, praticamente, não aparecem no difratograma da Figura 9(a). 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.<sup>(18)</sup> Este efeito pode ser observado comparando-se a Figura 8(b) com a Figura 9(b). No primeiro caso, o pico de austenita está bem definido pelos dados experimentais. Já no segundo, a distribuição aleatória dos pontos sugere que o pico encontra-se inteiramente numa região dominada pelo ruído de fundo.

#### 4 CONCLUSÕES

- A observação de carbonetos  $M_{23}C_6$  e carbonitreto de titânio na microestrutura é coerente com a simulação termodinâmica realizada através do software Thermo-Calc™.
- Os difratogramas 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.
- A diminuição da austenita retida, indicada pelos difratogramas, foi observada nas curvas de quantificação dos três métodos, com exceção da medida feita pelo ferritoscópio para a amostra tratada a 600°C.
- A partir da análise quantitativa da fração volumétrica de austenita conclui-se que o ferritoscópio não é adequado para quantificação em aços supermartensíticos devido à alta fração de martensita presente na microestrutura.
- Os dois métodos baseados na difração de raios-x, integração da área abaixo dos picos de difração e método de Rietveld, apresentaram resultados muito próximos entre si devido à utilização dos mesmos dados de difração e ajuste dos picos por funções do tipo Pseudo Voigt. No caso da integração da área abaixo dos picos de difração somente os quatro primeiros picos do espectro de cada fase foram levados em consideração, enquanto que no método de Rietveld todos os picos foram ajustados.

#### Agradecimentos

FAPEMIG, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais – Programa Institucional de Iniciação de Tecnologia Industrial Básica (BITIB) – bolsa de I.C. para a aluna V.D.C.V..

#### Referências

- 1 RODRIGUES, C. A. D.; LORENZO, P. L. D. SOKOLOWSKI, A.; BARBOSA, C. A.; ROLLO, J.M.D.A. Titanium and molybdenum content in supermartensitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, v.460-461, p. 149-162, 2007.
- 2 CARROUGE, D. *Transformation in Supermartensitic Stainless Steels*. 2002. 195 f. Tese - Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, United Kingdom. 2002.
- 3 CULLITY, B. D. e STOCK, S. R. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3<sup>rd</sup> edition New Jersey: Prentice Hall, 2001, p. 351-355.



- 4 Standard practice for x-ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation, ASTM E975-03.
- 5 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](http://labcacc.iq.unesp.br/publicacoes/aplic/Aplicacoes_do_Metodo_de_Rietveld.pdf)> Acesso: em 25 de março de 2010.
- 6 TAVARES, S. S. M.; PARDAL J. M.; GUERREIRO J. L.; GOMES A. M.; SILVA M. R. Detecção de pequenos teores de fase sigma e avaliação dos seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S31803. Engevista, n. 2, v. 8, p. 77-82, 2006.
- 7 DICKSON, M. J. The significance of texture parameters in phase analyses by x-ray diffraction. Journal of Applied Crystallography, v. 2, p. 176-180, 1969.
- 8 TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HANNINEN H. Comparison of different methods for measuring strain induced  $\alpha'$ -martensite content in austenitic steels. Materials Science and Technology, v. 20, p.1506–1512, 2004.
- 9 GUALTIERI, A. F. A guided training exercise of quantitative phase analysis using EXPGUI. Dipartimento di Scienze della Terra, Università di Modena e R.E. Disponível em: [http://www.ccp14.ac.uk/solution/gsas/files/expgui\\_quant\\_gualtieri.pdf](http://www.ccp14.ac.uk/solution/gsas/files/expgui_quant_gualtieri.pdf). Acesso em 5 de maio de 2010.
- 10 LAGE, M. G. *Microestrutura e deformação a quente de um aço DIN X20CR13 na laminação de tubos sem costura*. 2008. 102 f. Dissertação – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.
- 11 LEEM, D. S.; LEE, Y. D.; JUN, J. H.; COI, C. S. Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si martensitic stainless steel. Scripta Materialia, v. 45, p. 767-772, 2001.
- 12 PEREIRA, A. A.; BOEHS L.; GUESSER, W. L. A. Influência das inclusões na usinabilidade. 15º Simpósio do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, 2005, Uberlândia, Minas Gerais. 10 pp.
- 13 BILMES, P. D.; SOLARI M.; LLORENTE, C. L. Characteristics and Effects of Austenite Resulting from Tempering of I3CrNiMo Martensitic Steel Weld Metals. Materials Characterization, 2001, 46(4): 285.
- 14 SANTOS, D. B.; BARBOSA, R.; OLIVEIRA, P. P.; PERELOMA, E. V. Mechanical behavior and microstructure of high carbon Si-Mn-Cr steel with Trip effect. ISIJ International, n. 10, v. 49, p. 1592-1600, 2009.
- 15 TAVARES, S. S. M.; CASTRO, J. L. G.; CÔRTE, L. L. A.; SOUZA, V. M.; PARDAL, J.M. Magnetic detection of sigma phase in duplex stainless steel UNS S31803. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 322, p. 29-33, 2010.
- 16 MIRANDA, M. A. R. *Quantificação das fases austenítica e ferrítica no aço inoxidável duplex submetido a vários tratamentos térmicos*. 2004. 115 pp. Dissertação – Departamento de Física, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.
- 17 MCCUSKER, L. B.; VON DREELE, R. B.; COX, D. E.; LOUEËR, D.; SCARDIE, P. Rietveld refinement guidelines. Journal of Applied Crystallography, v. 32, p. 36-50, 1999.
- 18 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. 17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15-19 de novembro de 2006, Foz do Iguaçu, Paraná. 11 pp.